



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO.**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS.**



**EFFECTO DE LOS ELEMENTOS MICROALEANTES (B, Nb, V y Ti)
SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y FLUENCIA EN
CALIENTE DE UN ACERO TWIP (Fe-C-Mn-Al-Si).**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

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

PRESENTA:

FRANCISCO REYES CALDERÓN.

ASESOR:

DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS.

ASESOR EXTERNO:

DR. JOSÉ MARÍA CABRERA MARRERO.



Agradecimientos.

INSTITUCIONES:

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico otorgado para realizar estudios doctorales y la beca mixta para estancia en el extranjero.

A la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC) y la Fundació CTM Centre Tecnològic de Manresa, en España, por el apoyo recibido de manutención en España y por haberme permitido ampliar mis conocimientos en sus instalaciones.

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

Al Instituto Tecnológico de Morelia (ITM) y la Dirección General de Educación Superior Tecnológica (DGEST) por haberme concedido la Licencia-beca-comisión para la realización de estudios doctorales.

PERSONAS:

Mis más sinceros agradecimientos a mi director de tesis Dr. Ignacio Mejía Granados, por todo el tiempo dedicado, paciencia, apoyo y confianza durante el desarrollo de este trabajo. No menos importante, mi co-asesor el Dr. José María Cabrera Marrero, por su gran apoyo, motivación y consejos invaluable.

A los integrantes de mi comité revisor: Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde, Dr. Carlos A. León Patiño, Dr. Victor H. López Morelos y Dr. Cuauhtemoc Maldonado Zepeda, por sus consejos, críticas, comentarios y sugerencias, los cuales me alentaron para que este trabajo alcanzara su meta final. Muchas gracias por su tiempo.

A mis compañeros y amigos del IIM-UMSNH, por su ayuda y apoyo, en especial a Francisco Solorio, Sayil López, Antonio Rodríguez y Salvador Cárdenas (Q.E.P.D.).

A mis compañeros y amigos del grupo de investigación de la ETSEIB-UPC y CTM-Manresa: Ahmed Boulaajaj, Ana Hernández, Carles Abad, Iban González, Pablo Rodríguez, Oscar Higuera, Elio Cartaya, Jorge Acevedo, Gonzalo Varela y Jessica Calvo, por su disposición y apoyo para sacar adelante las pruebas de laboratorio. ¡Moltes gràcies a tothom!

A toda mi familia, por preocuparse siempre y apoyarme en este proyecto de superación personal y profesional.



Con amor:

A mi esposa Evi y mi hijo Fabricio.



Índice general.

Resumen.....	i
Abstract.....	iii
<i>i) Introducción.....</i>	<i>v</i>
<i>ii) Justificación.....</i>	<i>vii</i>
<i>iii) Objetivos.....</i>	<i>viii</i>
Objetivo general.....	viii
Objetivos particulares.....	viii
<i>iv) Hipótesis.....</i>	<i>ix</i>
Capítulo 1 Revisión Bibliográfica.....	1
1.1. Reseña histórica de los aceros TWIP.....	1
1.1.1. Definición de los aceros TWIP de ultra alta resistencia.....	2
1.1.2. Aplicaciones de los aceros TWIP.....	4
1.1.3. El sistema ternario Fe-C-Mn.....	5
1.2. Mecanismos de deformación en aceros TWIP.....	7
1.2.1. El efecto del maclado en aceros TWIP.....	8
1.2.2. Fallas de apilamiento vs. deslizamiento en aceros TWIP.....	10
1.2.3. Energía de falla de apilamiento (EFA) de aceros TWIP.....	11
1.2.4. Nucleación, crecimiento y proliferación de maclas en aceros TWIP.....	13
1.2.5. Variables que afectan el fenómeno de maclaje en aceros TWIP.....	15
1.3. Fabricación de los aceros TWIP.....	19
1.3.1. Solidificación de los aceros TWIP.....	20
1.3.2. Segregación de los elementos de aleación y microaleación.....	20
1.3.3. Tratamiento térmico de homogeneización en aceros TWIP.....	22
1.3.4. Tratamiento térmico de solubilización en aceros TWIP.....	22
1.4. La resistencia mecánica en función del tamaño de grano austenítico.....	23



1.5. El conformado en caliente de aceros TWIP.....	25
1.5.1. El endurecimiento por deformación en caliente.....	27
1.5.2. Los mecanismos de ablandamiento durante la deformación en caliente.	28
1.5.3. La recuperación dinámica durante la deformación en caliente.	28
1.5.4. La recristalización dinámica durante la deformación en caliente.	29
1.5.5. El efecto de los elementos microaleantes sobre la deformación en caliente.....	30
1.6. La modelación matemática del comportamiento en caliente de los aceros TWIP.....	42
1.7. La energía de activación aparente necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}).	45
Capítulo 2 Desarrollo experimental.	47
2.1. Fabricación de los aceros TWIP microaleados.....	48
2.1.1. Predicción de las fases presentes en los aceros TWIP.	48
2.1.2. Cálculo de carga para la fabricación de los aceros TWIP.	48
2.1.3. Fundición de los aceros TWIP.	49
2.1.4. Análisis de la composición química de los aceros TWIP.	50
2.2. Tratamiento térmico y termomecánico.	50
2.2.1. Tratamiento térmico de homogeneización.	50
2.2.2. Tratamiento termomecánico de laminación en caliente.....	51
2.2.3. Tratamiento térmico de solubilización.....	51
2.3. Maquinado de probetas.....	52
2.4. El ensayo de tracción uniaxial en frío.....	53
2.5. El ensayo de compresión uniaxial en caliente.....	54
2.6. Los ensayos de relajación de esfuerzos por dilatometría para la obtención de los diagramas PTT.	55
2.7. La técnica de difracción de electrones retro-dispersados (MEB-EBSD).....	56
2.8. Preparación metalográfica.	56
2.9. Los ensayos de dureza.	58
2.10. La energía de activación para la deformación en caliente (Q_{HW}).....	59
2.11. La modelación matemática del comportamiento de fluencia en caliente.	59



Capítulo 3 Resultados y discusión.	61
3.1. Fabricación de los aceros TWIP microaleados.	61
3.2. Predicción de fases presentes en los aceros TWIP microaleados.	61
3.3. Condición de colada de los aceros TWIP.	63
3.4. El tratamiento térmico de homogeneización.	67
3.5. El tratamiento termomecánico de laminación.	70
3.6. El tratamiento térmico de solubilización.	72
3.7. La deformación en frío de los aceros TWIP.	74
3.7.1. El exponente (n) y el coeficiente (k) de endurecimiento por deformación.	74
3.7.2. Análisis de la ductilidad en frío de los aceros TWIP.	78
3.8. Análisis de las microestructuras de los aceros TWIP analizados mediante difracción de rayos-X.	80
3.9. Los ensayos de relajación de esfuerzos para la obtención de los diagramas PTT de los aceros TWIP.	83
3.9.1. Las partículas precipitadas en los aceros TWIP.	87
3.10. El comportamiento de fluencia en caliente de los aceros TWIP microaleados.	90
3.11. La energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}). ...	94
3.12. La modelación de las curvas de fluencia para la deformación en caliente de los aceros TWIP.	100
3.12.1. Etapa I de endurecimiento por deformación y recuperación dinámica.	100
3.12.2. Etapa II de ablandamiento o recristalización dinámica.	102
3.12.3. Etapa III de la modelación del esfuerzo de pico (σ_p) y la etapa de estado estable (σ_{ss}).	105
3.12.4. Etapa IV de la validación del modelo y las ecuaciones constitutivas.	107
3.13. La evolución microestructural durante la deformación en caliente.	109
3.14. La evolución de texturas durante la deformación en caliente.	120
3.15. La evolución de texturas cristalográficas durante la deformación en frío. ...	124



Capítulo 4 Conclusiones.	134
4.1 Fabricación.	134
4.2 Tratamientos térmicos.	134
4.3 Deformación en frío.	134
4.4 Precipitación.	135
4.5 Fluencia en caliente.	135
4.6 Energía de activación para la deformación en caliente (Q_{HW}).	135
4.7 Modelación matemática de la fluencia en caliente.	135
4.8 Orientación cristalográfica preferencial (texturas cristalinas).	136
4.9 General.	136
Recomendaciones y sugerencias para trabajo futuro.	137
Referencias bibliográficas.	138
Anexo A. Métodos analíticos.	150
Anexo A.1. Cálculo del coeficiente de endurecimiento (k) y del exponente de endurecimiento por deformación (n).	150
A.1.1. El método de Hollomon.	150
A.1.2. El método diferencial de Crussard-Jaoul (C-J).	150
A.2. El método de la relajación de esfuerzos para la determinación de la precipitación de carburos.	152
A.3. Difracción de electrones retro-dispersados (Electron Backscattered Diffraction, EBSD).	155
A.3.1. Análisis de la orientación y texturas cristalinas por EBSD durante la deformación de aceros TWIP.	157
A.4. El cálculo de la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}).	159
A.5. La modelación matemática de la fluencia en caliente.	162



A.5.1. Modelación de la etapa de endurecimiento y recuperación dinámica.	162
A.5.2. Modelo de Estrin, Mecking y Bergström.	163
A.5.3. Modelación de la etapa de recristalización dinámica.	164
A.5.4. Modelación de la etapa de esfuerzo de pico (σ_p) y de estado estable (σ_{ss}).	167
A.5.5. Validación del modelo aplicado y obtención de las ecuaciones constitutivas.	169
Anexo B. Publicaciones científicas.	170



Índice de figuras.

CAPITULO I.

Figura 1.1. Bandas de deslizamiento cruzado sin desviación después de 35% de deformación plástica en un acero Hadfield [23].....	2
Figura 1.2. Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) según la ULSAB-AISI [24].	3
Figura 1.3. a) Efecto Hall-Petch dinámico debido a la baja EFA [25], b) Acero TWIP deformado 20% mostrando dislocaciones tipo celda, c) Acero TWIP deformado 50% mostrando maclas de deformación [26].....	3
Figura 1.4. Aumento del 90% en el peso total de vehículos en USA de 1970 a 2010 [25].....	4
Figura 1.5. Evolución de patentes y publicaciones de aceros austeníticos con alto contenido de Mn, de 1987 a 2010 [3].	5
Figura 1.6. Diagramas ideales de equilibrio Fe-C-Mn [27] con: a) 4.5% en peso de Mn, y b)13% en peso de Mn.	6
Figura 1.7. Diagrama meta-estable de fases Fe-Mn mostrando las zonas de estabilidad de las fases α , $\alpha+\epsilon$, $\gamma+\epsilon$ y γ , en función del porcentaje en peso de Mn. [25].....	7
Figura 1.8. Aplicación de un esfuerzo a un cristal perfecto que produce la formación de una macla de deformación [29].	8
Figura 1.9. a) Un sitio coincidente de red SCR ($\Sigma 5$) formado por dos redes cúbicas simples rotadas 36.9° sobre un eje $\langle 001 \rangle$, b) Un límite de macla coherente o SCR ($\Sigma 3$), c) Macla coherente (MC) perpendicular al límite de grano (LG) y d) Maclas incoherentes paralelas al límite de grano (LG). [15].....	10
Figura 1.10. Esquema sobre la relación de la EFA y los mecanismos de deformación activos en metales y aleaciones fcc [25].....	11
Figura 1.11. a) Influencia de la EFA sobre el tipo de mecanismo deformación dominante en la austenita [8], y b) Estimaciones de la EFA en función de la deformación y del contenido de Al [33].	12
Figura 1.12. a) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles para aceros Fe-22Mn-0.6C en función del tamaño de grano, y b) Variación del esfuerzo de fluencia en función del tamaño de grano austenítico para un acero Fe-22Mn-0.6C laminado en frío [3].....	17
Figura 1.13. Variación del tamaño de grano recristalizado en función de la temperatura de solubilización en el acero Fe-18Mn-0.6C-1.5Al [67].....	23
Figura 1.14. Resistencia a la tracción para aceros TWIP (Fe-22Mn-0.6C) en función del tamaño de grano austenítico [70].....	24



Figura 1.15. a) Variación del tamaño de grano austenítico en función del tiempo de permanencia a 850°C y enfriados en aire a temperatura ambiente, b) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles de aceros TWIP con diferentes tamaño de grano [74].	25
Figura 1.16. a) Etapas distintivas de la deformación en caliente, y b) Recristalización dinámica en diferentes condiciones de deformación. [87]	26
Figura 1.17. a) Etapas de endurecimiento en el diagrama: coeficiente de endurecimiento por deformación (θ) vs. esfuerzo de fluencia (σ_y), y b) Etapas de endurecimiento de materiales cristalinos [89].	28
Figura 1.18. Representación de las diferentes etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos, y e) Crecimiento de granos [15].	29
Figura 1.19. Esquema de la recristalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recristalización, b) El crecimiento de un grano estáticamente recristalizado, y c) El crecimiento de un grano dinámicamente recristalizado [87].	30
Figura 1.20. Productos de solubilidad de algunos nitruros y carburos de la austenita [93].	32
Figura 1.21. Efecto del soluto y los precipitados sobre la deformación necesaria para la recristalización dinámica [105].	36

CAPITULO II.

Figura 2.1. Diagrama de flujo del desarrollo experimental de la presente investigación.	47
Figura 2.2. a) Equipo de WEDM, ONA AX3® de CTM, España, b) Principio físico del WEDM.	52
Figura 2.3. Probeta para ensayos de: a) Dilatometría, b) Compresión en caliente y c) Tracción en frío de sección reducida ASTM E8 [150].	53
Figura 2.4. a) Dilatómetro Bahr® DIL 805 A/D, y b) Cámara de ensayos.	56

CAPITULO III.

Figura 3.1. Diagramas predictivos de los compuestos precipitados presentes para los aceros TWIP (Fe-0.4C-20Mn-1.5Al-1.5Si) microaleados con 0.011B, 0.06Nb, 0.12V y 0.18Ti % en peso.	62
Figura 3.2. Microestructuras en condición de colada de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti y f) Tamaños de los ejes dendríticos primarios de la zona columnar.	64



Figura 3.3. Mapas de segregación (MS) de los aceros TWIP en condición de colada: a) Patrón de solidificación del acero TW-NM, b) MS del Fe, c) MS del C, d) MS del Mn, e) MS del Al y f) MS del Si.	66
Figura 3.4. Mapas de segregación de los aceros TWIP en condición de colada: a) Acero TW-B, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.	67
Figura 3.5. Microestructuras de los aceros TWIP en condición de homogeneizado a 1200°C durante 5 h: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti, y f) Tamaño de grano austenítico promedio.	69
Figura 3.6. Micrografías de los aceros TWIP en condición de laminado, enfriadas en aire a T_{amb} y con relevado de esfuerzos a 450°C por 4h: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-Nb y e) Acero TW-Ti.	71
Figura 3.7. Micrografías de los aceros TWIP en condición de solubilización a 1200°C y permanencia de 1 h por cada 25.4 mm (1 plg): a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti y f) Tamaño de grano austenítico solubilizado a 1100, 1150, 1200 y 1250°C.	73
Figura 3.8. a) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles y b) Curvas esfuerzo-deformación verdaderas, de los aceros TWIP microaleados.	74
Figura 3.9. Microestructura deformada en frío del acero TWIP sin microalea; región “A” maclas remanentes del recocido, región “B” sistemas de maclado en un grano austenítico y región “C” zonas de austenita libre de maclas.	77
Figura 3.10. Micrografías de MEB-EBSD de los aceros TWIP deformados en frío: a) Acero TW-B, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.	78
Figura 3.11. Fractografías de los aceros TWIP deformados en frío: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti y f) EDS del AlN y TiC.	80
Figura 3.12. Patrones de difracción de rayos-X de los aceros TWIP en condición de: a) Colada y b) Homogeneización.	81
Figura 3.13. Patrones de difracción de rayos-X de los aceros TWIP en condición de: a) Solubilización y b) Deformación en frío.	83
Figura 3.14. Líneas de inicio (P_s) y fin (P_f) de precipitación en los diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.	85
Figura 3.15. Partículas precipitadas detectadas por MEB: a) AlN presente en los cinco aceros TWIP, b) NbC en el acero TW-Nb, c) Ti(C, N) y d) TiC presentes en el acero TW-Ti.	87
Figura 3.16. Partículas precipitadas de: a) AlN, b) AlN, c) AlN, d) BC, e) NbC, f) VC, g) TiC, h) Ti(C,N) e i) Ti(C, N); detectadas mediante la técnica de réplica de carbono en MET en los aceros TWIP.	90



Figura 3.17. Curvas de fluencia en caliente a tres temperaturas (900, 1000 y 1100°C) y cuatro velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} s $^{-1}$) de los aceros TWIP.....	93
Figura 3.18. Dependencia de: a) el esfuerzo pico (σ_p) y b) la deformación pico (ε_p), con respecto al parámetro de Zener-Hollomon (Z) de los aceros TWIP analizados considerando la energía de activación necesaria para la autodifusión de γ -Fe ($Q_{sd}=280$ kJ/mol).....	94
Figura 3.19. Cálculo de n_{av} empleando las curvas $\ln \dot{\varepsilon}$ vs. $\ln [\sinh(\alpha \sigma_p)]$ de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.....	95
Figura 3.20. Cálculos de S_{av} considerando las curvas $\ln [\sinh(\alpha \sigma_p)]$ vs. $\left(\frac{1000}{T}\right)$ de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.....	97
Figura 3.21. a) Determinación de los coeficientes de ablandamiento (Ω) mediante el ajuste de los datos experimentales de cada condición de ensayo del TW-NM a 900°C, b) Coeficientes de ablandamiento (Ω) vs. Z y c) coeficientes de endurecimiento $((ab)^2 U)$ vs. Z de los aceros TW-NM, TW-Nb, TW-V y TW-Ti.....	101
Figura 3.22. Procedimiento para la determinación de los parámetros de Avrami: a) Representación $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right)$ vs. $\ln\left(\frac{\varepsilon-\varepsilon_p}{\varepsilon}\right)$, para la obtención de n_A y K_A de cada ensayo, b) n_A vs. Z , de los aceros TWIP analizados y c) Determinación de $t_{50\%}$ para estimar el 50% de recristalización dinámica.	103
Figura 3.23. a) Evolución de $\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)}\right)^{1/5}$ vs. $\left(\frac{\sigma_p}{E(T)}\right)$, y b) Evolución de $\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)}\right)^{1/5}$ vs. $\left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)$ para el acero TW-NM y sus respectivas curvas de ajuste mediante la ecuación del seno hiperbólico.....	106
Figura 3.24. Comparación y validación del modelo teórico vs. las curvas experimentales (σ_i vs. ε_i) de deformación en caliente de los aceros TW-NM a: a) T=900°C, b) T=1000°C y c) T=1100°C; del acero TW-Nb a: d) T=900°C, e) T=1000°C y f) T=1100°C; del acero TW-V a: g) T=900°C, h) T=1000°C, i) T=1100°C; y del acero TW-Ti a: j) T=900°C, k) T=1000°C y l) T=1100°C.	108
Figura 3.25. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-NM deformado a T=1100°C y $\varepsilon=10^{-4}$ s $^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-NM deformado a T=900°C y $\varepsilon=10^{-1}$ s $^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.	110
Figura 3.26. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-Ti deformado a T=1100°C y $\varepsilon=10^{-4}$ s $^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-Ti deformado a T=900°C y $\varepsilon=10^{-1}$ s $^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP. ...	112



Figura 3.27. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-Nb deformado a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-Nb deformado a $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1} \text{ s}^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.	113
Figura 3.28. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-V deformado a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-V deformado a $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1} \text{ s}^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.	114
Figura 3.29. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-Ti a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	115
Figura 3.30. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-V a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	116
Figura 3.31. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-Nb a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	117
Figura 3.32. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-NM a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	118
Figura 3.33. a) Relación entre el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) normalizado por el módulo de corte (μ), y el tamaño de grano recristalizado (D_{rec}) normalizado por el vector de Burgers (b); que permiten la determinación de las constantes de Derby (n y K) para los aceros TWIP analizados; y b) La relación entre D_{rec} vs. el parámetro de Zener-Hollomon (Z).	119
Figura 3.34. Texturas cristalinas que se pueden obtener durante la deformación de los aceros TWIP: a) Cube, b) Copper, c) Brass, d) Goss y e) Fibra S.	120
Figura 3.35. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-NM deformado en caliente: a) Cube a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, b) Brass a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, c) Brass a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, d) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, e) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y , f) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	121
Figura 3.36. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-Nb deformado en caliente: a) Cube a 1100°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, b) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, c) Goss a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, d) Cube a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	122



Figura 3.37. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-V deformado en caliente: a) Goss a 1100°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, b) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, c) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	123
Figura 3.38. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-Ti deformado en caliente: a) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, b) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	123
Figura 3.39. Mapas de MEB-EBSD de las microestructuras obtenidas de los ensayos de tracción uniaxial en frío de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V y e) Acero TW-Ti; mostrando las orientaciones clásicas de maclas o sitios coincidentes de red (SCR= $\Sigma 3$).	125
Figura 3.40. Mapas de MEB-EBSD de los aceros TWIP deformados en frío mediante ensayos de tracción uniaxial: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V y e) Acero TW-Ti; mostrando las figuras inversas de polos (FIP) en cada caso.	127
Figura 3.41. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP sin microaleante (TW-NM) deformado en frío.	128
Figura 3.42. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con B (TW-B) deformado en frío.	129
Figura 3.43. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con Nb (TW-Nb) deformado en frío.	130
Figura 3.44. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con V (TW-V) deformado en frío.	131
Figura 3.45. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con Ti (TW-Ti) deformado en frío.	132



Índice de tablas.

CAPITULO I.

Tabla 1-I. Ejes de rotaciones y los ángulos para sitios coincidentes de red (SCR) [15].	9
Tabla 1-II. Ecuaciones típicas de solubilidad para algunos carburos y nitruros de los elementos microaleantes en austenita no aleada de bajo C [93].	33

CAPITULO II.

Tabla 2-I. Resumen del cálculo de carga para cada colada de fabricación de los aceros TWIP microaleados.	48
--	----

CAPITULO III.

Tabla 3-I. Composición química final de los aceros TWIP (% en peso).	61
Tabla 3-II. Exponente de endurecimiento (n) y Coeficiente de Resistencia (k) al endurecimiento por deformación determinados por los modelos de Hollomon y Diferencial de Crussard-Jaoul (C-J) para los aceros TWIP bajo estudio.	75
Tabla 3-III. Precipitados detectados en los aceros TWIP y sus características.	89
Tabla 3-IV. Constantes calculadas para los aceros TWIP microaleados y sin microalea (Fe-C-Mn-Al-Si), y la comparación con algunas composiciones previas.....	97
Tabla 3-V. Parámetros modelados de la etapa de endurecimiento y recuperación dinámica para los aceros TWIP.	101
Tabla 3-VI. Parámetros modelados de la etapa de ablandamiento y recristalización dinámica.	104
Tabla 3-VII. Parámetros modelados del comportamiento del esfuerzo de pico (σ_p) y de estado estable (σ_{ss}).	106
Tabla 3-VIII. Tipos de texturas cristalinas presentes en los aceros TWIP deformados en caliente.	124
Tabla 3-IX. Tipos de texturas cristalinas presentes en los aceros TWIP deformados en frío.	133



Resumen.

En el presente trabajo se estudia el efecto que los elementos microaleantes como el B, Nb, V y Ti ejercen sobre el comportamiento de fluencia en caliente de los aceros TWIP (Fe-C-Mn-Al-Si) con alto contenido de Mn. Los aceros TWIP experimentales fueron propuestos buscando la disminución en la cantidad de Mn necesario (>25% en peso) para estabilizar la fase austenítica, mediante la adición de otro elemento gammágeno como el C que permite subsanar dicho efecto. Por lo anterior, se redujo el contenido requerido de Mn de 25 a 20% en peso, compensado por el aumento de C de 0.06 a 0.4% en peso. Lo anterior, permitió estabilizar la fase austenita durante todas las etapas de procesamiento de los aceros TWIP.

Las etapas de acondicionamiento de los aceros TWIP mediante homogeneización, tratamiento termomecánico y solubilización a diferentes temperaturas y tiempos de permanencia, indicaron el grado de influencia de los elementos microaleantes sobre el grado de regeneración de la estructura dendrítica hacia una estructura cristalina más homogénea, el grado de recuperación y recristalización dinámicos alcanzados en la microestructura después del tratamiento termomecánico, así como medir el subsecuente crecimiento de grano austenítico. En todos los casos el Ti, V y Nb fueron efectivos para producir el anclaje de los límites de grano y proveer un mayor endurecimiento por solución sólida.

Para analizar su comportamiento de fluencia en caliente, se obtuvieron las curvas experimentales a partir de los ensayos de deformación por compresión uniaxial en muestras cilíndricas a velocidades de deformación constante (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} y 10^{-4} s $^{-1}$) y a tres temperaturas de ensayo (900, 1000 y 1100°C). Las curvas obtenidas mostraron un comportamiento de pico simple, lo cual es un indicativo de la obtención de un grano austenítico más refinado al final de la deformación en caliente. Los elementos microaleantes presentes causaron un ligero retraso de la recristalización dinámica (RD) a temperaturas de 900°C, al igual que en algunos casos particulares a temperaturas mayores (1000 y 1100°C). Mediante los modelos de: (i) Estrin, Mecking y Bergstrom, (ii) Avrami y



(iii) Tegart y Sellars, se obtuvieron las ecuaciones cinéticas constitutivas para el esfuerzo pico (σ_p) y el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) para así poder obtener una descripción completa del comportamiento de fluencia en caliente. Las ecuaciones obtenidas ajustaron en alto grado ($R^2=0.93$) a los datos experimentales.

Posteriormente, se determinaron los cambios microestructurales producidos durante la deformación por compresión en caliente y se compararon con resultados obtenidos del ensayo de tracción uniaxial a temperatura ambiente. Los resultados permitieron determinar la fracción de maclas presentes, la fracción de granos recristalizados, el tamaño de grano promedio, así como la evolución de las texturas presentes (Cube $\{001\}[100]$, Goss $\{110\}[001]$, Brass $\{110\}[112]$ y Fibra S $\{123\}[634]$).

Con lo anterior, se pudo concluir que a elevadas temperaturas los elementos microaleantes como el Ti, V y Nb permiten un mayor control del tamaño de grano por ser más estables en la austenita. Lo anterior se debió a que el Ti, V y Nb permitieron la formación de partículas precipitadas con diferentes morfologías, tamaños y grados de dispersión. Sin embargo, el efecto de éstos en las condiciones descritas, tuvo diversos resultados de acuerdo a la naturaleza del elemento, porcentaje en peso presente, velocidad de deformación y temperatura de ensayo.



Abstract.

The present work mainly analyzes the effect of microalloying elements such as B, Nb, V and Ti on the hot flow behavior of high Mn (Fe-C-Mn-Al-Si) TWIP steels. The experimental TWIP steels were proposed searching for a diminution of Mn content required (>25% wt.) to the austenite stabilization, which was compensated by adding another gammagenous element such as C that can bridge this effect. Thereby, the Mn content was reduced from 25 to 20wt%, compensated by the increasing of C from 0.06 to 0.4wt%. Accordingly, the Mn and C contents allowed the austenite phase stabilization during all the processing stages of TWIP steels.

The conditioning stages of the steels such as homogenization, thermomechanical processing and solution heat treatment. Which were performed at different temperatures and soaking times showed the influence of microalloying elements on the regeneration rate of the dendritic microstructure to another homogeneous crystalline structure, the dynamic recovery and dynamic recrystallized rates on the microstructure after the thermomechanical processing, and to measure the subsequent austenitic grain growth. In all cases, the microalloying elements Ti, V and Nb were effectives on pinning the grain boundaries and producing the solid solution strengthening.

In order to analyze the hot flow behavior, the hot flow curves were obtained experimentally by using uniaxial hot compression tests on cylindrical samples at constant strain rates (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} and 10^{-4} s $^{-1}$) and three different test temperatures (900, 1000 and 1100°C). The resulting curves showed a simple peak behavior, which exhibit more refined austenitic recrystallized grains. Microalloying elements produced a slight delay in the dynamic recrystallization (DRX) at low temperatures (900°C) and at some higher temperatures (1000 and 1100°C). By using the models of (i) Estrin, Mecking and Bergstrom, (ii) Avrami and (iii) Tegart and Sellars, the kinetic constitutive equations for the peak stress (σ_p) and the steady state stress σ_{ss} , were obtained for a complete description of the hot flow behavior. The determined equations fitted in great extent ($R^2=0.93$) to experimental data.



The microstructural evolution during hot compression deformation was determined and then compared with those results obtained from the uniaxial tensile test at room temperature. These results allowed the determination of the increase of twin percentage, the recrystallized grain rate, the average grain size and even the evolution of present textures (Cube $\{001\}[100]$, Goss $\{110\}[001]$, Brass $\{110\}[112]$ y S-Fiber $\{123\}[634]$).

Accordingly, it is possible to conclude that at high temperatures, microalloying elements such as Ti, V and Nb drive a better pinning effect because of their stability in the austenite phase. This was possible because the Ti, V and Nb allowed the formation of precipitated particles with different morphologies, sizes and dispersion rates. However, their effect on the conditions described had varying results according on the nature of the element, the weight percentage, the strain rate and the test temperature.



i) Introducción.

Sir Robert Hadfield descubrió en 1888 [1] que los aceros austeníticos con altos contenidos en Mn (17 al 30% en peso), tienen una buena resistencia a la tracción y tenacidad, la cual se cuantifica en valores de más de cuatro veces la energía que puede absorber un acero convencional (acero al carbono sin alear). La deformación plástica por maclado presente en aceros austeníticos, es una propiedad poco aprovechada en aplicaciones ingenieriles como en la industria de la construcción y automotriz. La mayoría de la deformación plástica en los aceros, se produce por deslizamiento de dislocaciones y de los límites de grano, con la restricción de que al aumentar el esfuerzo de fluencia provoca un detrimento en la ductilidad.

La característica más analizada en las últimas dos décadas de los aceros TWIP es el comportamiento durante la deformación en frío, debido al alto exponente de endurecimiento por deformación que caracteriza a estas aleaciones, y que se traduce en una gran capacidad para ser deformado a temperatura ambiente sin sufrir agrietamiento [2-3]. Esto se debe a que la cantidad global de deformación plástica causada por maclado es pequeña en comparación a la que resulta del deslizamiento de dislocaciones. Y la importancia real del maclado reside en las reorientaciones cristalográficas, ya que el maclado puede colocar nuevos sistemas de deslizamiento en orientaciones favorables con respecto al eje de deformación principal. Lo anterior se traduce en que, primero se consigue una saturación de maclas al interior de los granos, antes que el deslizamiento de dislocaciones forme parte del mecanismo de deformación en estos aceros. Esto también ha sido relacionado con el aumento de la resistencia a la tracción debido al refinamiento de grano que se consigue mediante el tratamiento térmico, sin embargo, al endurecimiento por maclado se ha optado por llamarlo efecto de Hall-Petch dinámico [4]. Debido a este efecto, los aceros TWIP alcanzan resistencias máximas a la tracción de hasta 1200 MPa y elongaciones del 70% [3], variando rangos de temperatura, velocidad de deformación y composición química. Sin embargo, en todos los casos se ha concluido que el



fortalecimiento de estos aceros se debe principalmente al mecanismo de maclado que viene condicionado por la estabilidad de la fase austenítica [5-6].

Los aspectos cristalográficos del maclado han sido analizados detalladamente por Christian y Mahajan [7]. El efecto de la Energía de Falla de Apilamiento (EFA) sobre la distinción del mecanismo de deformación dominante ha sido analizado por Hamada [8]. El efecto del C sobre la estabilidad de la fase austenítica, así como su influencia sobre el endurecimiento adicional en estos aceros ha sido estudiado por Adler *et al.* [9]. Por tal motivo, el número de patentes y publicaciones en aceros TWIP desde el año 2000 a la fecha ha tenido un crecimiento exponencial [3], debido al interés mostrado por las industrias acereras productoras de chapa ó lámina para el sector automotriz.

Una forma de controlar el tamaño de grano en operaciones industriales se consigue mediante la adición de pequeñas cantidades de Nb, V ó Ti, debido a la precipitación en la fase austenítica de carburos, nitruros y carbonitruros que detienen el crecimiento de grano, e inhiben la recristalización dinámica y estática de la austenita durante el conformado [10-11]. Sin embargo, la precipitación de dichos elementos hace que su contenido en solución sólida disminuya, con lo que su EFA disminuye y propicia el efecto TRIP (plasticidad inducida por la transformación de austenita a martensita)[12]. Lo anterior se puede controlar mediante la adición de elementos como el Al y Si. Por otra parte, el estudio de los fenómenos dinámicos y estáticos que condicionan la evolución estructural del material durante y después de la deformación en caliente, ayuda a predecir la microestructura y las propiedades mecánicas finales del producto [13], así como un control apropiado de las variables involucradas en el tratamiento termomecánico (temperatura, cantidad de deformación, velocidad de deformación y velocidad de enfriamiento) [14]. De esta manera, la determinación del esfuerzo de fluencia necesario y las ecuaciones constitutivas de su comportamiento para el conformado en caliente permiten calcular las cargas mínimas necesarias en los equipos, así como determinar la cantidad de deformación a la que se produce el agrietamiento del material [15].



ii) Justificación.

En las últimas dos décadas y debido a la creciente necesidad de reducir las emisiones de gases a la atmósfera se han desarrollado una gran variedad de aceros avanzados de alta resistencia (AHSS-Advanced High Strength Steels) y aceros avanzados de ultra alta resistencia (AUHSS-Advanced Ultra High Strength Steels) para la industria automotriz, lo que ha permitido conseguir mejoras importantes en aligeramiento del vehículo, seguridad, rendimiento de combustible, absorción de impactos y comodidad. En este grupo se encuentran los aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP), siendo los más aceptados en varias aplicaciones de la industria automotriz por su alta ductilidad y resistencia máxima a la tracción, lo que se traduce en una alta conformabilidad.

El análisis del comportamiento de un acero mientras es deformado en caliente es de gran interés técnico y principalmente científico cuanto se encuentran en pleno desarrollo como los aceros TWIP. El conocimiento del valor del esfuerzo de fluencia necesario para su procesamiento en caliente permite calcular las cargas mínimas necesarias para los equipos empleados, así como la determinación de la deformación a la que se produce el agrietamiento del material y se restringe la secuencia de conformado. En este sentido, existen avances considerables en la predicción y control metalúrgico de los aceros al carbono convencionales con y sin microaleantes.

Por estas razones, y a fin de contribuir con más información sobre el tema, se vuelve necesario profundizar en el análisis del comportamiento asociado a la presencia de elementos microaleantes como el B, Nb, V y Ti durante las etapas de recuperación dinámica, recristalización dinámica, etapa de estado estable y recristalización estática presentes en la deformación en caliente de los aceros TWIP austeníticos, así como su influencia sobre las características microestructurales y de resistencia mecánica.



***iii)* Objetivos.**

Objetivo general.

Determinar el efecto que ejercen los elementos microaleantes como el B, Nb, V y Ti, sobre la microestructura de los aceros TWIP (Fe-C-Mn-Al-Si) durante la solidificación y en sus diferentes etapas de procesamiento por tratamientos térmicos (homogeneizado y solubilizado) y termomecánico (laminación en caliente), así como la influencia sobre el comportamiento de fluencia durante las operaciones de deformación en caliente.

Objetivos particulares.

1. Fabricar aceros TWIP (Fe-C-Mn-Al-Si) microaleados por separado con B, Nb, V y Ti.
2. Desarrollar nuevos procedimientos de preparación metalográfica y ataque químico adecuados para caracterizar los aceros TWIP microaleados durante las diferentes etapas de procesamiento.
3. Determinar y analizar el efecto de los elementos microaleantes B, Nb, V y Ti sobre las curvas de fluencia en caliente de los aceros TWIP microaleados.
4. Determinar los tiempos de inicio y fin de la precipitación de los elementos microaleantes B, Nb, V y Ti, así como la pertinente caracterización de los mismos durante la deformación en caliente de los aceros TWIP y su efecto sobre la recristalización dinámica.
5. Determinar las ecuaciones constitutivas para el procesamiento en caliente de los aceros TWIP microaleados.



iv) Hipótesis.

Durante la deformación en caliente de los aceros TWIP microaleados con B, Nb, V ó Ti, a medida que la temperatura desciende hasta un valor crítico, la recrystalización es inhibida por el efecto de los elementos microaleantes precipitados en forma de partículas finas de carburos, nitruros y carbonitruros, lo cual favorecerá la estabilidad de la fase austenítica durante la deformación en caliente, consiguiendo un retardo de su recrystalización dinámica e inhibiendo el crecimiento de grano. El esfuerzo de fluencia estará influenciado por la deformación, la velocidad de deformación, la temperatura, el tamaño de grano, la composición química y los elementos microaleantes presentes en el acero.

Por tal motivo, a partir de la obtención de las curvas de fluencia en caliente, será posible estimar los valores de los parámetros más representativos para el análisis de los mecanismos de endurecimiento por deformación, recuperación dinámica y recrystalización dinámica presentes durante su deformación en caliente. Así mismo, estos resultados permitirán la determinación de las ecuaciones constitutivas para el conformado en caliente de los aceros TWIP microaleados.



Capítulo 1 Revisión Bibliográfica.

1.1. Reseña histórica de los aceros TWIP.

El descubrimiento de los aceros Hadfield, posteriormente conocidos también como de plasticidad inducida por maclaje (TWIP, del inglés Twinning Induced Plasticity), se le atribuye a Sir Robert Hadfield y a su colaborador Howe en 1888 [1, 3]. Tofaute y Linden [16], mostraron en 1938 que los contenidos en por ciento en peso de C y Mn requeridos para estabilizar totalmente a temperatura ambiente la austenita deben cumplir con la regla siguiente:

$$(\% \text{peso Mn}) + [13 \cdot (\% \text{peso C})] \geq 17 \quad (1)$$

Chevenard [17], fue el primero en suponer la formación de fases más duras durante el conformado en aceros Hadfield. Años después, Troiano *et al.* [18] determinaron que la causa de la transformación de fases inducida mecánicamente en estos aceros se debe a la transformación de austenita a martensita- ϵ y martensita- α' . Sin embargo, cuando se mantenían valores altos de endurecimiento a pesar de la ausencia de la martensita, se pensó en la presencia de maclas de deformación [19-20], las cuales fueron confirmadas tiempo después mediante análisis realizados en microscopio electrónico de transmisión (MET) [21-22]. Simultáneamente se pudo apreciar que las bandas de deslizamiento en los aceros Hadfield se entrecruzaban sin ninguna desviación [23], zona marcada de la Figura 1.1. Los autores mencionaron que los valores bajos de energía de falla de apilamiento (EFA) y la segregación del C hacia las dislocaciones eran los responsables del endurecimiento alcanzado y la aparición de un fenómeno simultáneo muy parecido al efecto Portevin-Le Chatelier (PLC), donde aparece la cedencia discontinua caracterizada por zonas dentadas en la curva esfuerzo-deformación después del esfuerzo de fluencia, producto de la interacción de enlaces entre átomos en solución sólida y dislocaciones durante la deformación. Sin embargo, tales bandas de deslizamiento fueron mal interpretadas en esa época, las cuales ya eran maclas de deformación.

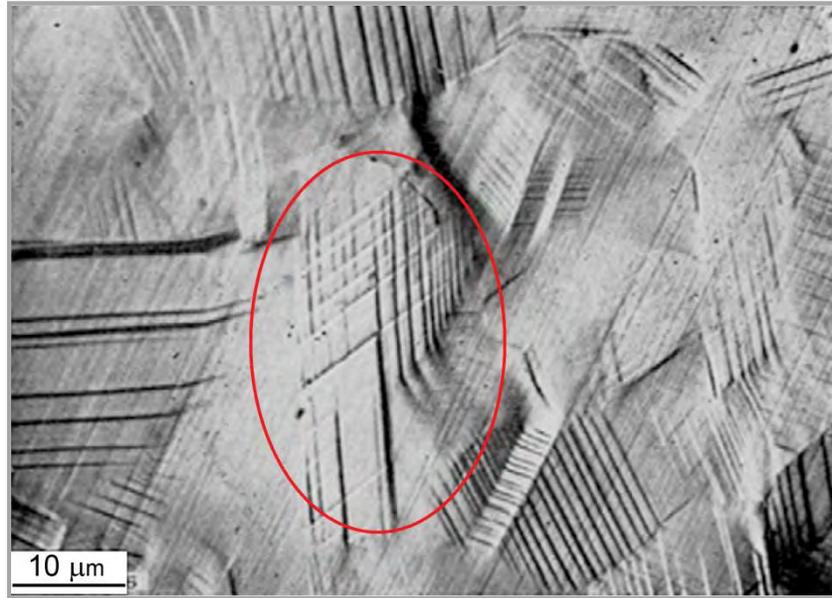


Figura 1.1. Bandas de deslizamiento cruzado sin desviación después de 35% de deformación plástica en un acero Hadfield [23].

1.1.1. Definición de los aceros TWIP de ultra alta resistencia.

Según la clasificación de la ULSAB-AISI (Ultra Light Steel Auto Body-American Iron and Steel Institute) [24], se consideran aceros avanzados de alta resistencia (AHSS-Advanced High Strength Steel) aquellos que registran un límite elástico (σ_y) entre 210 y 550 MPa, y aceros avanzados de ultra alta resistencia (AUHSS-Advanced Ultra High Strength Steel) a los que tienen más de 550 MPa de límite elástico. Un acero de alta o ultra alta resistencia proporciona mucha más ligereza que un acero convencional, ya que para soportar un mismo esfuerzo requieren de menor sección transversal. Los aceros AHSS de tercera generación (TWIP) poseen una gran capacidad de endurecimiento por deformación, lo que produce un balance de resistencia–ductilidad superior a los aceros convencionales, ver Figura 1.2. En la actualidad, los aceros TWIP son reconocidos como aceros austeníticos de alta plasticidad y resistencia a la tracción con alto contenido de Mn (entre el 15 y 30% en peso). Elementos de aleación como el C, Si y Al, son necesarios para asegurar un alargamiento hasta del 90% sin romperse, así como para asegurar la estabilidad de la austenita a temperatura ambiente y lograr una evolución adecuada del fenómeno de maclado.

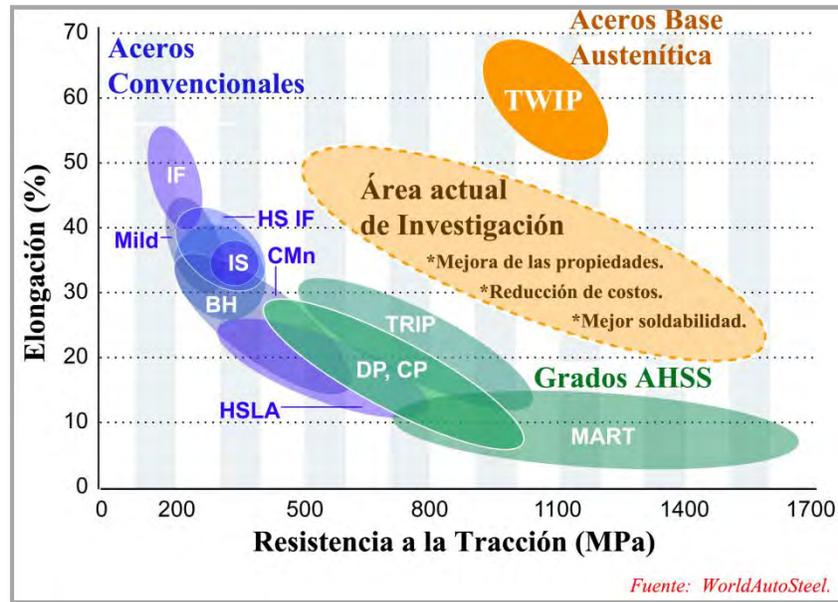


Figura 1.2. Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) según la ULSAB-AISI [24].

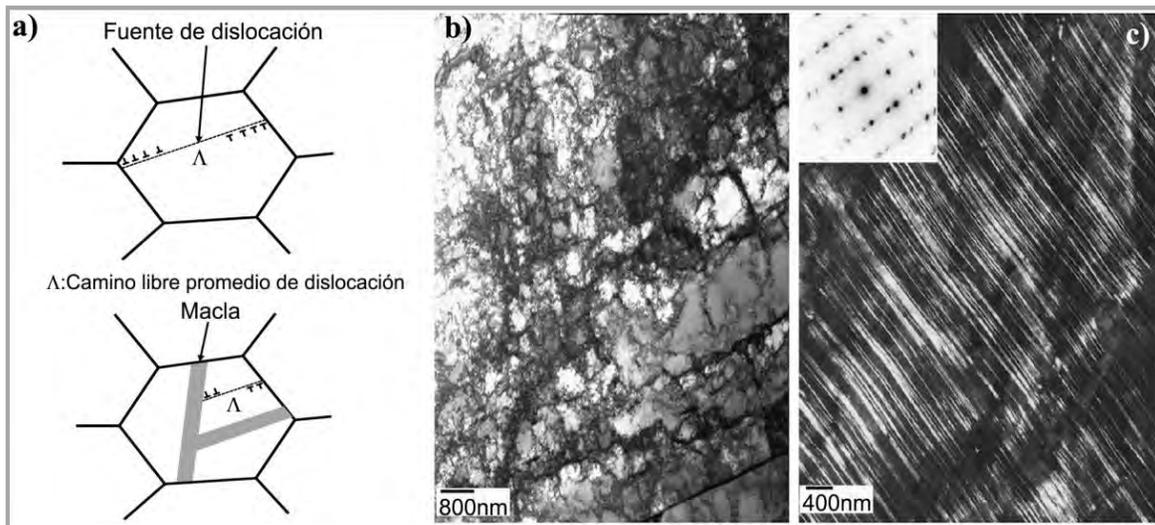


Figura 1.3. a) Efecto Hall-Petch dinámico debido a la baja EFA [25], b) Acero TWIP deformado 20% mostrando dislocaciones tipo celda, c) Acero TWIP deformado 50% mostrando maclas de deformación [26].

Actualmente las industrias siderúrgicas involucradas en el tema, se enfocan en la fabricación de aceros TWIP con composiciones químicas entre 15-25% en peso de Mn, 0-3% en peso de Si, 0-3% en peso de Al y 200-6000 ppm de C [25]. Sus propiedades mecánicas se consiguen gracias a que los mecanismos dominantes de deformación en los aceros TWIP son el deslizamiento de dislocaciones y el maclado inducido por deformación.



Éste último reduce la distancia efectiva de movilidad de dislocaciones creando un efecto dinámico de Hall-Petch, tal como se muestra en las imágenes de la Figura 1.3.

1.1.2. Aplicaciones de los aceros TWIP.

Debido a que entre el 60 y 70% de partes de un vehículo están fabricadas de acero, en los últimos años se ha presentado un aumento en el peso total de los vehículos debido al aumento en componentes y equipamiento, tal como se aprecia en el diagrama de la Figura 1.4. Por tal motivo, la reducción del peso de los componentes requiere de la investigación y manufactura de materiales más ligeros con las mismas propiedades mecánicas o superiores, así como un aumento en la resistencia al impacto y a la fatiga, sin omitir las posibles mejoras en el diseño de los vehículos. El empleo de aceros TWIP y TRIP permite un ahorro en peso total del vehículo del 30 al 40% [25].

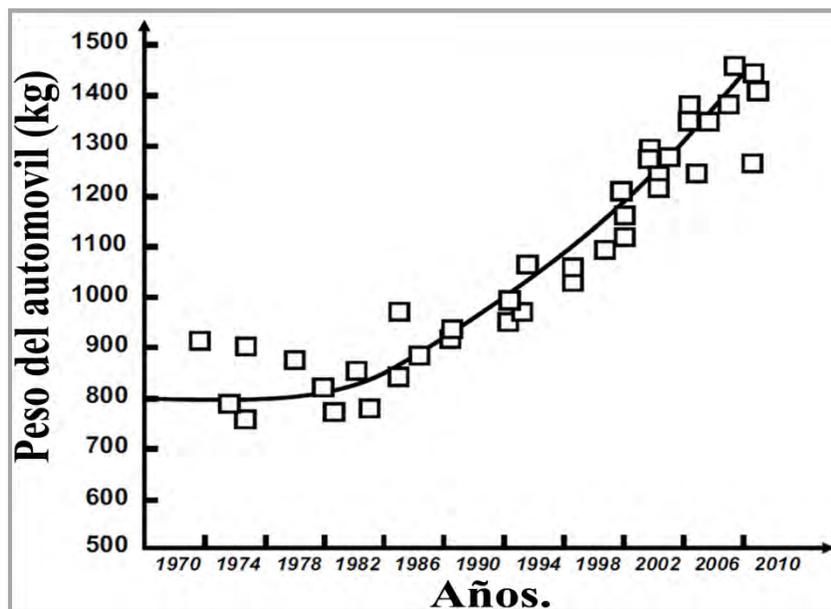


Figura 1.4. Aumento del 90% en el peso total de vehículos en USA de 1970 a 2010 [25].

Las primeras patentes de aceros TWIP se hicieron al inicio de la década de los 90 por las empresas asiáticas: Kobe Steel®, Sumitomo®, Nipon Steel® y Posco® [3]. Estas empresas se enfocaron en mejorar la composición química de estos aceros con la intención



de emplearlos en aplicaciones de alto desempeño durante las operaciones de estampado en la industria automotriz, aumentando su ductilidad y resistencia a temperatura ambiente. A principios del presente siglo, empresas como Posco®, ThyssenKrupp® en asociación con el Instituto Max Planck de Alemania, seguidas por Usinor® de Francia y Arcelor Mittal® han generado un gran número de publicaciones y patentes sobre las mejoras en la fabricación y procesamiento de aceros alto Mn, Figura 1.5. Por lo anterior, grandes empresas automotrices como Daimler®, Honda® y Hyundai-Kia®, invierten en mejorar los aspectos metalúrgicos y la manufactura de los aceros TWIP [3].

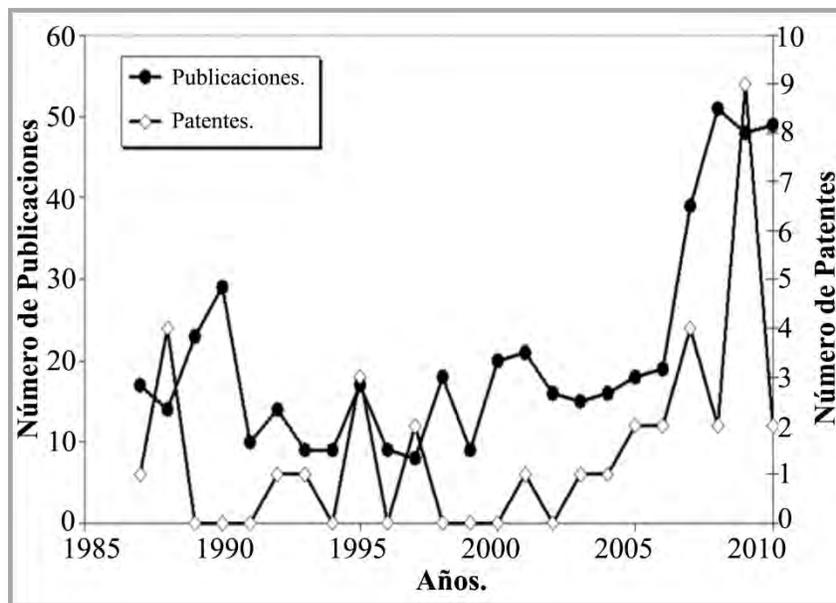


Figura 1.5. Evolución de patentes y publicaciones de aceros austeníticos con alto contenido de Mn, de 1987 a 2010 [3].

1.1.3. El sistema ternario Fe-C-Mn.

Para el caso de los aceros TWIP cuya composición base son las aleaciones Fe-C-Mn, se muestran las posibles fases presentes en las secciones del diagrama ternario de la Figura 1.6. Se aprecia como el aumento en el contenido de Mn (4.5 a 13% en peso) produce un desplazamiento del punto eutectoide que permite la transición a menor temperatura de la fase γ hacia la fase α y a los carburos metálicos del tipo M_3C . Las bajas adiciones de C no modifican de manera significativa el diagrama Fe-Mn, sin embargo, la solubilidad limitada



del C intersticial en la matriz austenítica produce la precipitación de carburos a medida que el C aumenta.

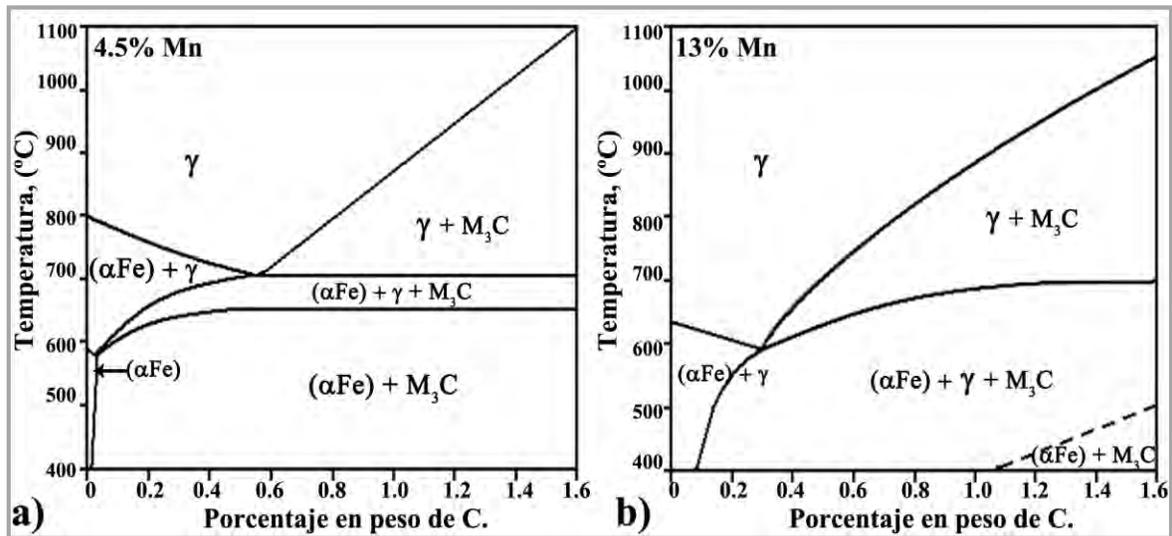


Figura 1.6. Diagramas ideales de equilibrio Fe-C-Mn [27] con: a) 4.5% en peso de Mn, y b) 13% en peso de Mn.

El diagrama Fe-Mn de la Figura 1.7 ha sido revisado y analizado por Witusiewicz *et al.* [28]. En el cual se indica que de 3 a 12% en peso de Mn, la microestructura dominante a temperatura ambiente es la martensita- α' (bcc), mientras que la martensita- ε (hcp) aparece cuando existen altos contenidos de Mn (>12% en peso). Ambos tipos de martensita se producen por los esfuerzos aplicados y por la transformación inducida por deformación de la austenita retenida. Para estabilizar completamente la austenita se requieren contenidos de Mn de al menos 25% en peso. Para suprimir la formación de martensita α' y ε se puede adicionar C en cantidades moderadas (<0.5% en peso). Otra alternativa, evitando la adición de C, es emplear altos contenidos de Mn (>20% en peso) y adicionar Si (<3% en peso) y Al (<3% en peso) para controlar la EFA.

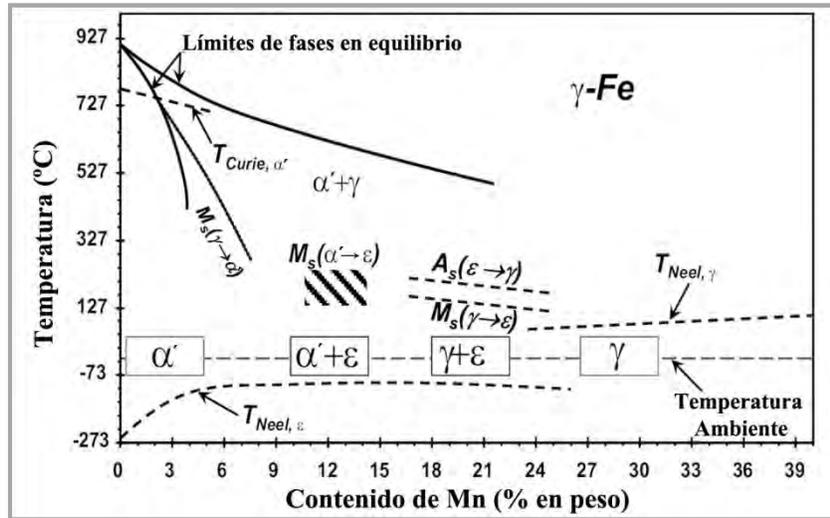


Figura 1.7. Diagrama meta-estable de fases Fe-Mn mostrando las zonas de estabilidad de las fases α , $\alpha+\epsilon$, $\gamma+\epsilon$ y γ , en función del porcentaje en peso de Mn. [25]

1.2. Mecanismos de deformación en aceros TWIP.

El maclado mecánico y la transformación de la martensita- ϵ son los dos mecanismos competitivos con los mecanismos de deslizamiento de dislocaciones durante la deformación de los aceros austeníticos, muy similares desde el punto de vista de su nucleación. En los aceros con alto contenido en Mn puede formarse martensita (efecto TRIP) en una reacción del tipo $[\gamma(\text{fcc}) \rightarrow \epsilon(\text{hcp})]$; o una reacción de dos etapas: (i) De austenita (fcc) a martensita (hcp), y (ii) De martensita (hcp) a martensita (bcc), mostrando una reacción del tipo $[\gamma(\text{fcc}) \rightarrow \epsilon(\text{hcp}) \rightarrow \alpha'(\text{bcc})]$ [8]. Además de estas transformaciones de fase, ocurren dos mecanismos importantes ligados con la EFA de la austenita para conseguir la deformación de manera prácticamente homogénea: deslizamiento de dislocaciones en sistemas específicos de deslizamiento y la deformación por maclado. Las finas maclas en forma de laminillas pueden ser apreciadas como obstáculos intragranulares adicionales que reducen el movimiento de las dislocaciones (lo cual se compara a un refinamiento de grano). Los aspectos cristalinos del mecanismo de maclado y dislocaciones en aceros TWIP han sido profundamente analizados por Christian y Mahajan [7].



1.2.1. El efecto del maclado en aceros TWIP.

Una macla es un “plano” que separa en dos zonas con diferentes orientaciones cristalinicas a un grano. Estas zonas parecen formar una imagen especular en el plano del límite de macla, ver Figura 1.8. Las maclas se producen cuando una fuerza de corte que actúa a lo largo del límite de macla, hace que los átomos cambien de posición. Las maclas se forman durante la solidificación, el tratamiento térmico o durante la deformación. Los límites de macla interfieren con el proceso de deslizamiento incrementando la resistencia del material. El movimiento de los límites de macla también puede hacer que un metal se deforme [29]. Cuando un metal se macla, la red dentro de la macla se re-alinea con frecuencia dentro de una orientación de planos deslizantes, los cuales se pueden alinear más favorablemente con respecto a los esfuerzos aplicados para el deslizamiento.

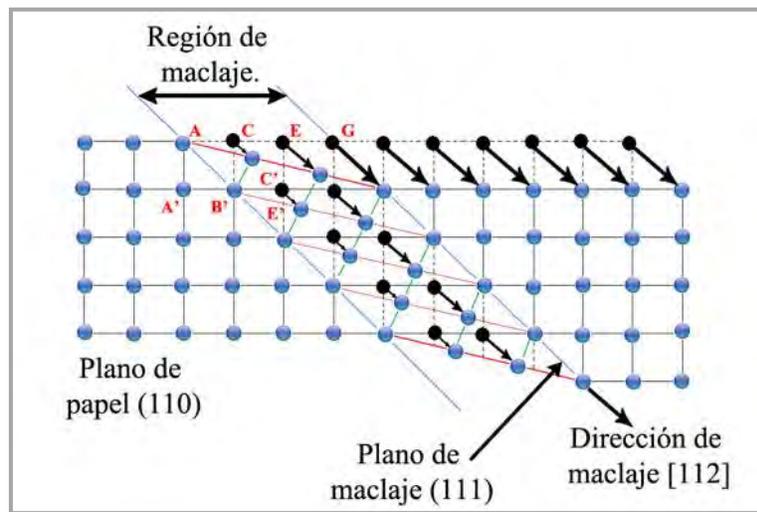


Figura 1.8. Aplicación de un esfuerzo a un cristal perfecto que produce la formación de una macla de deformación [29].

La presencia de bordes de macla es un elemento característico de los materiales de baja EFA. Dichos bordes son equivalentes a los bordes de grano con una orientación específica, que también son llamados bordes coherentes. Si se consideran dos redes cristalinicas superpuestas, cuando una de ellas dé un giro con respecto a la otra, se mantiene un átomo sin cambiar de posición que es común a ambas redes, también llamado sitio coincidente de red (SCR) (CSL-coincident Site Lattice por sus siglas en inglés) y se denota



con Σ . Dependiendo de los átomos que cambian de posición hasta que coincide el primero se le dan los números 1, 2, 3, 4, 5...etc.

La Tabla 1-I muestra la relación entre algunos $\Sigma < 31^\circ$ y la rotación (ángulo/eje) para diversos sitios coincidentes de red (SCR), las maclas se denotan con $\Sigma 3$. La columna 4 de la Tabla 1-I lista las frecuencias a las cuales es posible encontrar los SCR para un arreglo cristalino aleatorio según el criterio de Brandon [15].

Tabla 1-I. Ejes de rotaciones y los ángulos para sitios coincidentes de red (SCR) [15].

Σ	θ_{\min}	Eje	Frecuencia
1	0	Cualquiera	2.28
3	60	$\langle 111 \rangle$	1.76
5	36.87	$\langle 100 \rangle$	1.23
7	38.21	$\langle 111 \rangle$	0.99
9	38.24	$\langle 110 \rangle$	1.02
11	50.48	$\langle 110 \rangle$	0.75
15	48.19	$\langle 210 \rangle$	0.94
19a	26.53	$\langle 110 \rangle$	0.33
19b	46.83	$\langle 111 \rangle$	0.22
23	40.45	$\langle 311 \rangle$	0.50
27a	31.58	$\langle 110 \rangle$	0.20
27b	35.42	$\langle 210 \rangle$	0.39

La Figura 1.9(a) muestra un ejemplo de un caso SCR tipo $\Sigma 5$. Del mismo modo, se aprecia que cuando se forma un SCR con un ángulo de 60° es conocido como un límite coherente de macla del tipo $\Sigma 3$, Figura 1.9(b). El crecimiento de maclas se pone de manifiesto de dos maneras, de una forma perpendicular al frente de recrystalización o límite de grano (LG), llamadas maclas coherentes (MC), o de forma paralela, llamadas maclas incoherentes (MI), como se aprecia en las Figuras 1.9(c y d).

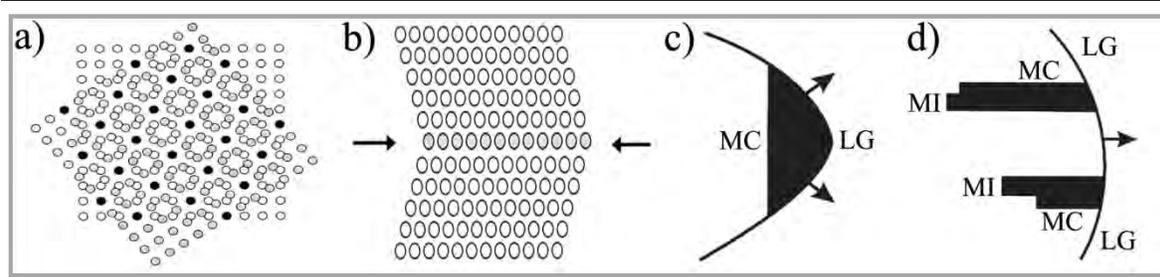


Figura 1.9. a) Un sitio coincidente de red SCR ($\Sigma 5$) formado por dos redes cúbicas simples rotadas 36.9° sobre un eje $\langle 001 \rangle$, b) Un límite de macla coherente o SCR ($\Sigma 3$), c) Macla coherente (MC) perpendicular al límite de grano (LG) y d) Maclas incoherentes paralelas al límite de grano (LG). [15]

1.2.2. Fallas de apilamiento vs. deslizamiento en aceros TWIP.

Las fallas de apilamiento que ocurren en los metales fcc, representan un error de la secuencia de apilamiento de los planos compactos. Normalmente en una red perfecta se produce una secuencia de apilamiento $ABC-ABC-ABC$. Pero si se produjera una secuencia $ABC-AB-ABC-ABC$, en la porción de la secuencia indicada, el plano "A" aparece donde debería estar localizado normalmente un plano "C". Esta pequeña región que tiene una secuencia de apilamiento hcp en lugar de fcc, representa una "falla de apilamiento". Estas fallas interfieren con el proceso de deslizamiento y se pueden clasificar en: (i) Falla intrínseca: que es en la que falta parte de una capa (plano) de átomos en la secuencia de apilamiento natural, y (ii) Falla extrínseca: que consta de una capa parcial adicional entre los planos. Las fallas de apilamiento se pueden producir por dos mecanismos diferentes [29]: (i) Si se perturba el crecimiento de la estructura cristalina durante la solidificación y se inicia en forma incorrecta la formación de una capa nueva (falla de crecimiento), o (ii) debido a una deformación tridimensional (volumétrica) por un esfuerzo de corte.

Por otra parte, el maclaje se diferencia del deslizamiento en que [29]: (i) En el maclado existe un cambio en la orientación del plano maclado con respecto al cristal madre, y en el deslizamiento, la orientación arriba y debajo del plano de deslizamiento es el mismo antes y después de la deformación; (ii) En el deslizamiento, la deformación se efectúa en múltiplos del espaciado interatómico, mientras que en el maclaje el movimiento se efectúa a distancias menores de una distancia atómica, y (iii) En el deslizamiento, la



dirección de deformación puede ser considerada como positiva o negativa, mientras que en el maclaje la dirección está restringida a aquella que produce la macla cristalina.

1.2.3. Energía de falla de apilamiento (EFA) de aceros TWIP.

Las fallas de apilamiento tienen una energía característica por unidad de área llamada energía de falla de apilamiento (EFA). En un cristal perfecto, el arreglo fijo y repetido de los átomos tiene el nivel de energía más bajo posible dentro del cristal. Cualquier imperfección en la red eleva la energía interna en el lugar donde se localiza el defecto. Debido a la discontinuidad de red adicional asociada con la falla extrínseca esta posee una mayor EFA que la falla intrínseca y la energía local se incrementa alrededor del defecto cristalino porque los átomos están en tensión o compresión. La EFA que es denotada por el término γ_{EFA} (mJ/m^2), produce una fuerza que tiende a conservar unidas las dislocaciones. La composición química y la temperatura son los factores principales para controlar la EFA, y consecuentemente poder definir los mecanismos dominantes de deformación en un acero, Figura 1.10.

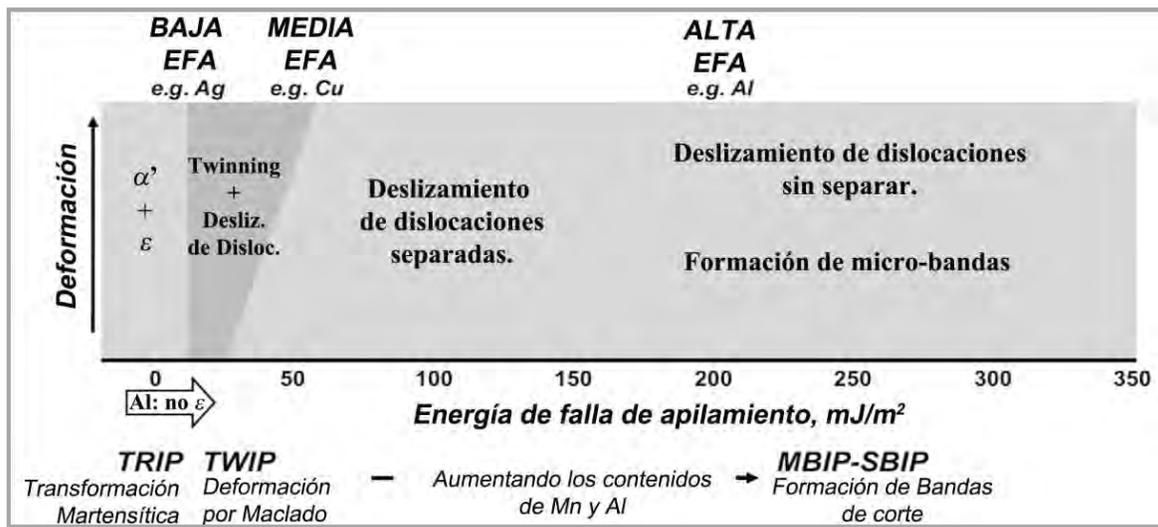


Figura 1.10. Esquema sobre la relación de la EFA y los mecanismos de deformación activos en metales y aleaciones fcc [25].



La EFA es proporcional a la diferencia de la energía libre de Gibbs ($\Delta G^{\gamma-\varepsilon}$) entre estructuras fcc y hcp. Además de que resulta importante considerar la energía interfacial ($\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{superficie}$) y la contribución de la energía magnética ($\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{magnética}$) en la EFA. La energía interfacial puede considerarse como la energía de los límites de maclas coherentes y la energía de dislocaciones de maclas mediante la siguiente ecuación [25]:

$$EFA = \frac{1}{8 \cdot V^{\frac{2}{3}}} (\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{volúmen} + \Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{superficial} + \Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{magnética}) \quad (2)$$

Varios autores [8, 30-32] han reportado estructuras austeníticas totalmente estables en aceros TWIP con energías de 20-30 mJ/m². De acuerdo a los estudios previamente realizados por Hamada [8], Figura 1.11(a), se ha podido concluir que: (i) Si la EFA es muy baja (≤ 20 mJ/m²) favorece el efecto TRIP, (ii) Valores entre 25 y 60 mJ/m² favorecen el efecto TWIP, y (iii) Valores mayores de 60 mJ/m² favorecen el deslizamiento perfecto de dislocaciones.

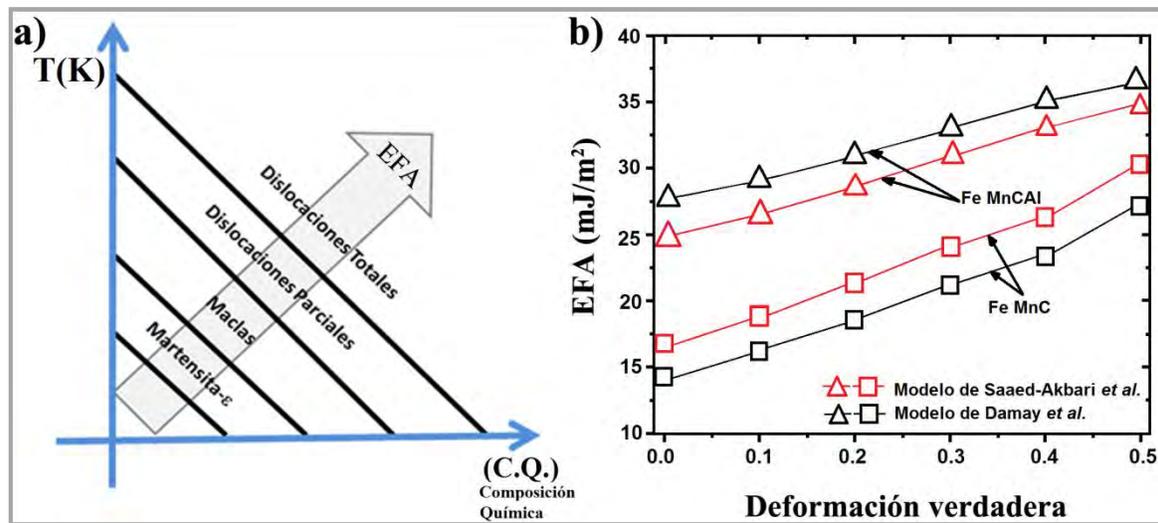


Figura 1.11. a) Influencia de la EFA sobre el tipo de mecanismo de deformación dominante en la austenita [8], y b) Estimaciones de la EFA en función de la deformación y del contenido de Al [33].

A fin de controlar el efecto TWIP, el valor global de la EFA debe controlarse por medio del ajuste adecuado de los contenidos de los elementos aleantes, principalmente el Mn, C, Al y Si [30-32, 34-36]. Olson y Cohen [37], propusieron un modelo termodinámico



para la estimación de la EFA el cual ha permitido determinar que el Mn es el mayor estabilizador de la austenita, y que en grandes concentraciones disminuye drásticamente la temperatura de transición de la austenita e incrementa la solubilidad del C. Las adiciones de Al, generalmente incrementan la EFA [38], Figura 1.11(b), mientras que el Si tiende a disminuirla [39]. De manera conjunta, el Al y Si refuerzan al acero TWIP por solución sólida y estabilizan la austenita [40]. La EFA, que en su momento modifica el valor del esfuerzo cortante crítico resuelto (τ_c) [41], depende fuertemente de la temperatura y, por lo tanto, puede provocar un cambio en el mecanismo de deformación dominante al cambiar la temperatura de deformación. De Cooman *et al.* [33] han determinado que la EFA también aumenta con mayores niveles de deformación heterogénea, ver Figura 1.11(b).

1.2.4. Nucleación, crecimiento y proliferación de maclas en aceros TWIP.

La formación de maclas de deformación está dividida en dos etapas: nucleación y crecimiento. La nucleación se puede formar bajo la acción de esfuerzos aplicados cercanos a una región de un cristal perfecto (nucleación homogénea), o a partir de la presencia de un defecto con una configuración adecuada (nucleación heterogénea). Sin embargo, hasta ahora los resultados teóricos y experimentales [7] no muestran evidencia contundente sobre la presencia de nucleación homogénea de maclas. La mayoría de las teorías actuales [7, 42] coinciden en la necesidad de crear una dislocación parcial de Shockley con vector de Burgers $\frac{a}{6}\langle 112 \rangle$ en planos compactos $\{111\}$ para generar la nucleación de las maclas. De tal manera que parece lógico mencionar que el valor del esfuerzo de corte resuelto (τ_{RSS}) dado por la ley de Schmid, debe superar un valor crítico para mover la dislocación de maclaje:

$$\tau_{RSS} = \sigma \cdot \cos\phi \cdot \cos\lambda = m \cdot \sigma \quad (3)$$

donde $\cos\phi \cdot \cos\lambda$ es el factor de Schmid, σ es el esfuerzo real (MPa), ϕ es el ángulo entre el plano normal de deslizamiento y el eje de tracción, y λ es el ángulo entre el plano de deslizamiento y el eje de tracción [7]. Algunos autores [7, 43-44] han sugerido que la nucleación de maclas está asistida por la concentración de esfuerzos debido a los



apilamientos de dislocaciones hasta sobrepasar el esfuerzo de corte crítico resuelto requerido para aumentar las fallas iniciales de apilamiento (τ^{C-twin}). El primer modelo que incluyó tales características fue propuesto por Venables en 1963 [41], tomando como base los mecanismos de una dislocación de tornillo:

$$\left[\frac{1}{3} + \frac{(1 - \nu)L_{apilamiento}}{1.84 \cdot \mu b_{110}} \tau^{C-twin} \right] \tau^{C-twin} = \frac{\gamma_{EFA-I}}{b_{112}} \quad (4)$$

donde $L_{apilamiento}$ es la longitud característica de un apilamiento de dislocaciones, γ_{EFA-I} es la energía de falla de apilamiento intrínseca, μ el módulo de corte y ν es la relación de Poisson.

Actualmente, existen tres modelos importantes que se pueden considerar en la modelación del fenómeno de maclado, a fin de calcular el valor de τ^{C-twin} necesario para la nucleación de maclas. Estas teorías consideran que la aparición de la primera macla en un material fcc es una función directa de valor del τ^{C-twin} , además de depender fuertemente de otras variables involucradas como son la EFA, tamaño de grano, condiciones cristalográficas, etc. En la primera teoría, Karaman *et al.* [42] calcularon el valor de τ^{C-twin} para el maclado partiendo del equilibrio de fuerzas en una dislocación parcial de Shockley, así como los esfuerzos internos de fricción. En la segunda teoría, Meyers *et al.* [45] desarrollaron un modelo analítico que incluye la temperatura, el tamaño de grano y la EFA. Este modelo, sin embargo, no incluye el efecto de la textura ni el estado de esfuerzos. Finalmente, Allain *et al.* [31], introdujeron el valor del τ^{C-twin} necesario para expandir un anillo de dislocación.

La velocidad de crecimiento de las maclas está en función de dos variables que no son enteramente independientes: la velocidad de deformación que influye directamente el grado de crecimiento y el esfuerzo requerido para nuclear maclas. Si se nuclean las maclas a esfuerzos muy bajos, el esfuerzo requerido para su crecimiento será del mismo orden de magnitud que el esfuerzo de nucleación. Por otra parte, si se forman las maclas bajo



condiciones que resulten con niveles de esfuerzos muy elevados antes de la nucleación, el esfuerzo por crecimiento puede ser mucho menor que por nucleación. Cuando esto sucede, las maclas crecen con mucha rapidez tan pronto como terminan de nuclear. El esfuerzo de maclado aumenta al aumentar la EFA, y los esfuerzos necesarios para nuclear una macla están relacionados con la EFA intrínseca de una manera lineal o cuadrática [46]. Byun [47] derivó la siguiente ecuación para el esfuerzo de maclado, suponiendo que una dislocación parcial es la que activa el mecanismo para la deformación por maclado:

$$\tau_T = 6.14 \frac{\gamma_{EFA-I}}{|\vec{b}_p|} \quad (5)$$

donde τ_T es el esfuerzo de maclado, γ_{EFA-I} es la EFA intrínseca de la dislocación y $|\vec{b}_p|$ es el vector de Burgers. El tamaño de grano (D) puede jugar un rol importante en la determinación del esfuerzo de maclado, ya que los granos de mayor tamaño tienden a expandir el dominio del maclado [47]:

$$\tau_T = \tau_{TO} + \frac{K_T}{\sqrt{D}} \quad (6)$$

donde τ_T es el esfuerzo de maclado y τ_{TO} es el esfuerzo requerido para dar inicio al mecanismo de maclado. El valor de K_T , que es un coeficiente para ajustar el valor del maclado de aceros TWIP es mayor que el valor de K_y empleado para describir el deslizamiento de dislocaciones para aceros convencionales en la relación estándar de Hall-Petch.

1.2.5. Variables que afectan el fenómeno de maclaje en aceros TWIP.

Muchas de las variables involucradas en la deformación pueden modificar el fenómeno de maclado de los aceros TWIP. Algunos de esos factores son difíciles de separar, ya que son totalmente interdependientes. A continuación se analizan las que suelen tener mayor incidencia en el fenómeno.



1.2.5.1. Temperatura.

El maclado en muchos de los metales fcc se fortalece con la disminución de temperatura. Mahajan y Williams [48], encontraron que los metales fcc tienen una dependencia positiva del esfuerzo de maclado con la temperatura, pero una menor sensibilidad a la temperatura con respecto al esfuerzo de fluencia, es decir, el esfuerzo de fluencia puede alcanzar al esfuerzo de maclado debido al endurecimiento por deformación. Por lo tanto, la transición del mecanismo de deformación por deslizamiento a la deformación por maclado se controla con la disminución de temperatura.

En aceros fcc, la temperatura afecta no solo a la competencia entre el deslizamiento y el maclado, sino también al tipo de macla que se forma [48]. A mayores temperaturas o mayor EFA, se forman maclas convencionales más grandes que permiten una menor resistencia durante la tracción, lo que indica la transición hacia la nucleación controlada por el esfuerzo de maclado. La variación lenta del esfuerzo de maclado dependiente de la temperatura y la presencia del maclado a bajas temperaturas, soportan la conclusión de que la nucleación de maclas no es un mecanismo activado térmicamente, pero hay cierta incidencia en lugares con altas concentraciones de esfuerzos. De manera general, Mahajan y Williams [48] han concluido que el maclado es un proceso mucho más controlado que el deslizamiento de dislocaciones.

1.2.5.2. Tamaño de grano austenítico.

La dependencia del tamaño de grano con el esfuerzo de maclado mostrado en la Ecuación (6), ha sido analizada con profundidad por Armstrong y Worthington [49], al igual como se ha comparado con el deslizamiento de dislocaciones. La estimación se hizo tomando en cuenta el efecto dinámico de Hall-Petch, que supone que la deformación por deslizamiento se detendrá en un límite de grano hasta que el esfuerzo actuando en los alrededores de la fuente del grano adyacente a una distancia r de la cresta de intersección sea lo suficientemente grande para desbloquear o activar la fuente, y en el caso del maclado



esa distancia r se acorta de forma dinámica, produciendo un aumento acelerado del esfuerzo.

Un esfuerzo de fluencia razonable para aceros empleados en aplicaciones automotrices es de 600-700 MPa [3]. De acuerdo a la Figura 1.12(a), este valor se alcanza cuando el tamaño de grano es de aproximadamente 1 μm . Desafortunadamente, las condiciones en los procesos industriales de laminación en frío y las etapas de recocido limitan el tamaño de grano obtenido como mínimo a 2.5 μm para estos aceros. De esta manera, el valor máximo de esfuerzo de fluencia para placas laminadas en frío completamente recristalizadas es del orden de 450 MPa. La Figura 1.12(a) muestra como el modelo de Hall-Petch empleado para relacionar el esfuerzo de fluencia alcanzado con respecto al tamaño de grano austenítico, posee un buen ajuste con respecto a los datos experimentales conseguidos en un acero TWIP en condiciones de procesamiento industrial.

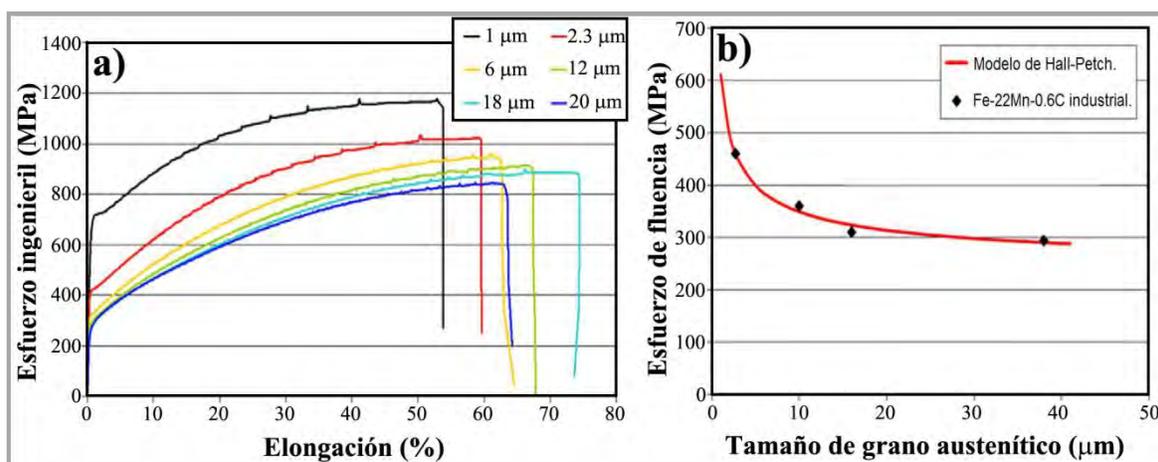


Figura 1.12. a) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles para aceros Fe-22Mn-0.6C en función del tamaño de grano, y b) Variación del esfuerzo de fluencia en función del tamaño de grano austenítico para un acero Fe-22Mn-0.6C laminado en frío [3].

1.2.5.3. Precipitados y partículas de segunda fase.

La formación de carburos de diferentes especies en los aceros TWIP es prácticamente inevitable cuando se tiene la presencia del C o de elementos microaleantes como el B, Nb, V y Ti. Actualmente no existen estudios detallados acerca de la



termodinámica de la precipitación de carburos en aceros TWIP, lo cual junto con el tamaño de los granos recristalizados deben ser controlados, ya que estos aspectos afectan la cinética de recristalización y las propiedades mecánicas. Es importante considerar que todo el C que se ligue a un precipitado producirá una disminución en la concentración de la solución sólida produciendo la disminución de la EFA y que la precipitación de la cementita hacia los límites de grano produce un efecto en detrimento de la resistencia y ductilidad de estos aceros. Un efecto similar se produce con la presencia del N, el cual permite la formación de carbonitruros metálicos M(C, N) difíciles de disolver, con efectos negativos sobre la ductilidad del acero TWIP [50-51].

Respecto a la resistencia en frío, Scott *et al.* [12] han analizado el efecto de microaleantes como el Nb, V y Ti sobre el esfuerzo de fluencia. Sus resultados mostraron que el mecanismo de endurecimiento dominante fue el de Ashby-Orowan, y que para adiciones menores a 0.1% en peso, la cantidad de endurecimiento fue mayor en Ti, seguido por el V y finalmente el Nb. Detectaron que adicionando Ti ($\leq 0.1\%$ en peso) es la forma más eficiente de aumentar el esfuerzo de fluencia aproximadamente 150 MPa. Por arriba de este límite, el efecto endurecedor del Ti se satura y gran porcentaje de éste es precipitado como inclusiones grandes de TiC. Encontraron que el Nb precipita eficientemente como NbC, sin embargo sus partículas crecen hasta conseguir un radio promedio de 3.6 μm , lo cual disminuye el efecto de endurecimiento. Las adiciones de V ($\leq 0.4\%$ en peso) producen un endurecimiento intermedio. No obstante, el V tiene la desventaja de que no satura como el Ti. Esto es porque la alta solubilidad del V en la austenita hace que muy pocas partículas gruesas se formen durante la solidificación y el laminado en caliente, y muchos precipitados finos puedan nuclearse a baja temperatura. De hecho, las adiciones de V pueden aumentar el esfuerzo de fluencia hasta 400 MPa antes de que los efectos de saturación se vuelvan importantes. Por otro lado, la pérdida de ductilidad es muy pequeña.

De acuerdo con Kang *et al.* [52], cuanto más finos sean los precipitados la ductilidad será peor debido a que 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, por ello es más perjudicial en



términos de ductilidad que la precipitación que se produce en etapas previas a la deformación [52]. La condición en la que los elementos aleantes y microaleantes se encuentra en el acero, ya sea en solución sólida o como un precipitado determinado por la temperatura de recalentamiento, tiene un efecto importante sobre la recristalización y el crecimiento de grano austenítico.

1.2.5.4. Composición química.

La EFA no es el único parámetro que controla en su totalidad el fenómeno de maclado. En aceros TWIP con EFA similar, se pudo determinar que el endurecimiento por deformación depende mucho del contenido de C [3]. Esto hace pensar que el C controla las estructuras de dislocaciones almacenadas en los defectos planares. A medida que aumenta el contenido de Mn, la resistencia a la tracción del acero se ve disminuida debido al aumento de la fase austenítica. Adicionalmente, al aumentar el contenido de C en el acero sucede un efecto inverso al descrito por el Mn [3]. Elementos de aleación como el Si (1-3% en peso) que disminuye la EFA y el Al (1-3% en peso) que ayuda a aumentar la EFA, en un balance correcto favorecen el fenómeno de maclado [53]. El aumento en el contenido de Al tiende a suprimir la transformación de austenita a martensita. Por otro lado, la presencia de Al y Si a esas concentraciones ayuda al endurecimiento por solución sólida de la austenita [53].

1.3. Fabricación de los aceros TWIP.

Las condiciones de fabricación de los aceros TWIP determinan la calidad en el producto. Las ventajas del horno de inducción son: que es limpio, eficiente desde el punto de vista energético, y es un proceso más controlable que la mayoría de los procesos alternos de fundición [54]. Sin embargo, la fabricación en hornos de inducción abiertos pone a consideración aspectos esenciales como son: las pérdidas por oxidación del material, las condiciones de operación que suelen ser muy exigentes para el proceso, la contaminación



exterior e interior para los hornos y la colada, y la durabilidad de los componentes del proceso e insumos de los equipos.

1.3.1. Solidificación de los aceros TWIP.

Como se ha mostrado previamente en las Figuras 1.6, 1.7 y 1.10; se establece que a medida que el porcentaje en peso de Mn aumenta, la transformación de la austenita fcc se ve favorecida temperaturas más bajas. Durante la solidificación de los aceros TWIP, las diferencias entre los coeficientes de partición de los elementos en la interfase sólido-líquido (S-L) produce heterogeneidades químicas llamadas segregación en escala micro y macroscópica. Algunos de los elementos son particionados preferentemente hacia el primer sólido y otros hacia el líquido residual, produciendo heterogeneidades en las propiedades físicas, químicas y mecánicas de los aceros TWIP solidificados. La estructura de colada de estos aceros consiste principalmente de cristales dendríticos columnares y equiaxiales. Los cristales resultantes dependen de la concentración de los elementos aleantes y del líquido subenfriado en la interfase del frente de solidificación [55]. La presencia de altos contenidos de Mn y la adición de C y Al estabilizan la fase austenítica. Sin embargo, esos elementos pueden formar compuestos complejos aumentando la resistencia, afectando la ductilidad durante la laminación en caliente y en algunos casos durante las operaciones de deformación en frío. Por tales motivos, resulta importante conseguir un mayor control del tamaño de grano austenítico durante las operaciones de colada continua de aceros TWIP [56]. Yasumoto *et al.* [57] han reportado que las grietas superficiales de los lingotes, y a lo largo de los granos austeníticos columnares crecidos, producen una disminución considerable en la ductilidad en caliente de la austenita durante los procesos de deformación. De ahí que resulta importante controlar el tamaño de grano austenítico y su morfología durante las etapas de procesamiento industrial.

1.3.2. Segregación de los elementos de aleación y microaleación.

El proceso de segregación dendrítica permite la formación de un grano sobre la base de la adición de capas a partir del embrión. La diferencia en la concentración dentro de



cada una de las capas formadas, trae como consecuencia un efecto denominado “coring”, el cual hace que exista una diferencia de concentración en los componentes de las capas sucesivas desde el núcleo hacia el exterior en un grano monofásico a causa de la estabilidad química de las fases a cada temperatura. Si esta difusión no se completa, el grano adquiere una composición heterogénea. El efecto “coring” hace al grano más rico en el núcleo del componente de mayor punto de fusión y en la corteza del de menor punto de fusión. Es evidente que las propiedades que se obtienen en los lingotes directamente de colada no son adecuadas para los fines industriales, puesto que el límite elástico del conjunto está condicionado por el de la matriz. Y en estructuras con alta segregación, los límites de grano pueden actuar como planos de debilidad [58].

El rechazo de soluto o impurezas, puede provocar segregación longitudinal hacia el centro del producto de colada o macrosegregación, así como segregación lateral a los espacios interdendríticos o microsegregación. La microsegregación que surge durante la solidificación tiene su origen en la distribución heterogénea de soluto en el sólido en comparación con la del líquido y está controlada por fenómenos de difusión [59]. La segregación intergranular se produce por la concentración localizada de átomos de solutos en los límites de grano [60-61]. La segregación de un elemento de aleación se relaciona, primeramente, con el coeficiente de segregación en equilibrio k_0 , el cual se define como la razón entre la concentración de soluto en el sólido C_S y la concentración de soluto en el líquido C_L en la interfase $S-L$ en equilibrio. Para muchas aleaciones binarias y ternarias, estos coeficientes pueden determinarse a partir de sus diagramas de fase en equilibrio [62-63]. Particularmente, en el caso de las aleaciones TWIP que son sistemas multicomponentes, se necesitarían diagramas de fase quinarios o de mayor orden para obtener estos coeficientes de partición en equilibrio. Sin embargo, estos diagramas de fase no se encuentran disponibles en la literatura y es prácticamente imposible conseguir una representación isométrica de los mismos.



1.3.3. Tratamiento térmico de homogeneización en aceros TWIP.

El tratamiento térmico de homogeneización tiene como finalidad homogeneizar la composición química de las piezas que, por diversas causas mantienen composiciones heterogéneas en diversos puntos de estas (efecto coring), lo cual es un defecto común en piezas provenientes de procesos de colada. El tratamiento térmico de homogeneización es de una sola etapa, y los valores de las variables temperatura y tiempo deben permitir los procesos de difusión. Por lo tanto, se realiza a temperaturas elevadas y con grandes tiempos de permanencia. En los aceros TWIP, el tratamiento térmico de homogeneización permite eliminar la segregación de los elementos de aleación y microaleación, principalmente la del Mn [8]. La homogeneización exige una temperatura alta ($>1100^{\circ}\text{C}$) y una permanencia muy larga seguida de un enfriamiento lo más lento posible. Durante este recocido es inevitable el crecimiento del grano austenítico, y la subsecuente disminución de éste se puede conseguir mediante un recocido de recristalización. Generalmente, este recocido se logra durante el recalentamiento de los lingotes para su tratamiento termomecánico de laminación o forja, y si éste es apropiado se puede lograr un refinamiento de grano tal como lo han determinado Ueji *et al.* [64-65] para aceros TWIP libres de C laminados en frío y recristalizados. Para el caso de aceros TWIP con medio contenido de C [66], la precipitación de carburos de elementos microaleantes puede alterar el porcentaje de homogeneización. Por otro lado, se espera que existan cambios en el tamaño de grano recristalizado debido al efecto de anclaje que producen los precipitados formados durante la solidificación y el recocido de homogeneización.

1.3.4. Tratamiento térmico de solubilización en aceros TWIP.

En el caso del tratamiento térmico de recocido de solubilización para el acero TWIP es importante tomar en consideración los efectos producidos en el material para su conformado posterior, como en la laminación en frío, ya que generalmente se producen cambios en las propiedades mecánicas en función de la temperatura de recocido [52]. La disminución de la capacidad de deformación también está asociada a la precipitación de los carburos, los cuales reducen el parámetro de red en la austenita [67].



La Figura 1.13 muestra que existen variaciones en el crecimiento del grano austenítico provocado a temperaturas mayores a 840°C. El crecimiento lento de los granos por debajo de esta temperatura se debe al efecto de anclaje que producen los precipitados presentes en la matriz austenítica. Kang *et al.* [52] han encontrado que la resistencia máxima se alcanza a 750°C y que por arriba de 800°C la resistencia vuelve a decaer debido a la disolución de los carburos metálicos, aún cuando es mucho mayor el porcentaje de granos recrystalizados.

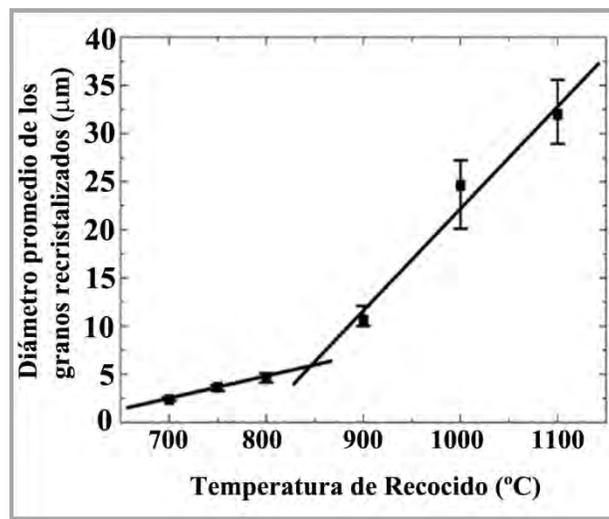


Figura 1.13. Variación del tamaño de grano recrystalizado en función de la temperatura de solubilización en el acero Fe-18Mn-0.6C-1.5Al [67].

1.4. La resistencia mecánica en función del tamaño de grano austenítico.

En un acero TWIP el refinamiento del grano austenítico permite obtener maclas cortas refinadas durante la deformación plástica en frío. Además existen diferencias generadas por los parámetros del procesamiento, por ejemplo, durante las primeras etapas de laminación la deformación es mucho mayor que en las pasadas finales [68], y como consecuencia directa es importante mencionar que es posible alcanzar las condiciones de recrystalización dinámica en el material. Alternativamente, este es uno de los mecanismos propuestos para refinar la estructura del material procedente de la condición de colada durante su deformación en caliente [69]. La Figura 1.14 muestra el comportamiento en



tracción de algunos aceros TWIP en función de su tamaño de grano austenítico a fin de entender los mecanismos de endurecimiento y el comportamiento de la microestructura [70].

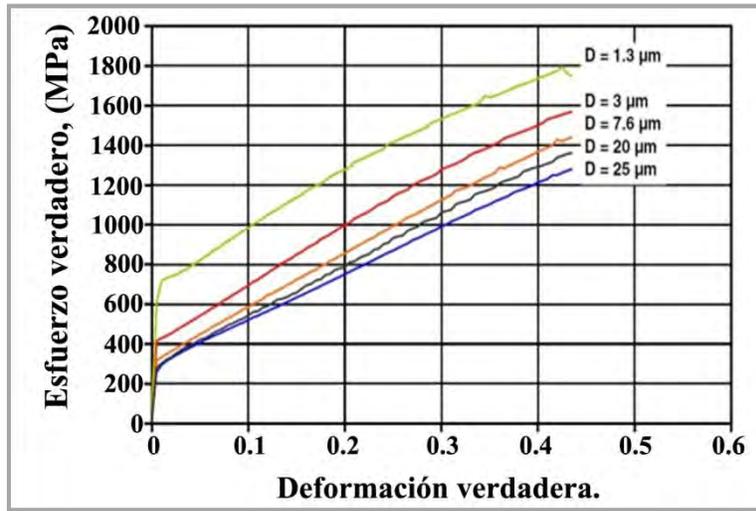


Figura 1.14. Resistencia a la tracción para aceros TWIP (Fe-22Mn-0.6C) en función del tamaño de grano austenítico [70].

En un estudio reciente [65], se ha analizado el efecto endurecedor del tamaño de grano en un acero TWIP Fe-31Mn-3Al-3Si. Los resultados indicaron que el maclado mecánico fue suprimido por el refinamiento de grano y, adicionalmente, se puede inhibir totalmente la formación de maclas y martensita en materiales con baja EFA [71-73]. Por otro lado, también se ha estudiado la variación del tamaño de grano en función del tiempo de recocido [74]. En la Figura 1.15(a) se aprecia el cambio en el tamaño de grano austenítico de 2.1 μm a 72.6 μm debido al incremento en el tiempo de permanencia de 5 a 120 min a una temperatura de 850°C y enfriamiento en aire a temperatura ambiente, y la Figura 1.15(b) muestra las curvas esfuerzo-deformación ingenieriles en función del tamaño de grano obtenido.

También se ha buscado optimizar las propiedades mecánicas buscando estabilizar la estructura austenítica resultante de la deformación y antes del temple mediante la presencia de partículas finas dispersas de V [75] y/o carbonitruros de Nb [76-77]. Los carbonitruros



que forman los elementos microaleantes como el Nb y V, tienden a refinar el grano durante los tratamientos térmicos.

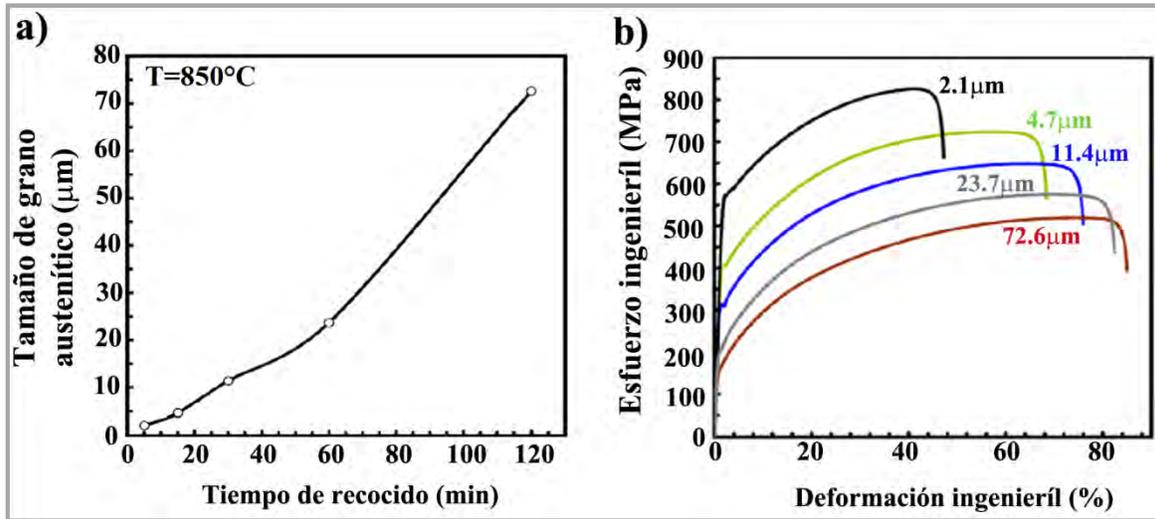


Figura 1.15. a) Variación del tamaño de grano austenítico en función del tiempo de permanencia a 850°C y enfriados en aire a temperatura ambiente, b) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles de aceros TWIP con diferentes tamaño de grano [74].

1.5. El conformado en caliente de aceros TWIP.

Actualmente existen pocas referencias sobre el comportamiento durante la deformación en caliente de aceros TWIP [78-86], las cuales muestran que parámetros como la temperatura (T), cantidad deformación (ε) y velocidad de deformación ($\dot{\varepsilon}$) poseen una gran influencia sobre su comportamiento durante su deformación. De esos trabajos se ha podido concluir que, efectuando un control apropiado de estas variables se pueden conseguir las mejores condiciones microestructurales y propiedades mecánicas, junto con una apropiada composición química.

Los ensayos de compresión uniaxial en caliente permiten simular procesos industriales como forja, laminación, extrusión, etc. A partir de ellos, se obtienen las curvas de fluencia del material, esfuerzo verdadero (σ_t) versus deformación verdadera (ε_t) que reflejan su comportamiento a alta temperatura. En este tipo de curvas se pueden apreciar



tres zonas distintivas de su comportamiento, descritas en la Figura 1.13(a): la etapa I de endurecimiento y de recuperación dinámica (DRV del inglés Dynamic Recovery), está caracterizada por la multiplicación de dislocaciones.

En la etapa II de transición, es donde se observa una caída del esfuerzo debido a la recrystalización dinámica, ver Fig. 1.16(b). Esta caída se puede visualizar de forma continua, conocida como “recrystalización dinámica de pico simple”, o con forma de oscilaciones conocida como “recrystalización dinámica de pico múltiple”. La recrystalización dinámica empieza antes de alcanzar la deformación de pico (ϵ_p) a un valor de deformación crítica (ϵ_c). Sin embargo, el ablandamiento que se produce justo después de ϵ_c es local, mientras que el ablandamiento a una escala mayor se produce al sobrepasar ϵ_p .

Finalmente, la zona III de esfuerzo constante, también llamada “etapa de saturación o de estado estable” muestra el estado donde la microestructura evoluciona a nivel local (granos) de manera permanente y la mantiene globalmente (en volumen) constante, ver Fig. 1.16(b). Los valores de los parámetros microestructurales permanecen también dinámicamente constantes como son la densidad de dislocaciones (ρ), el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) y el tamaño promedio de grano recrystalizado (D_{rec}).

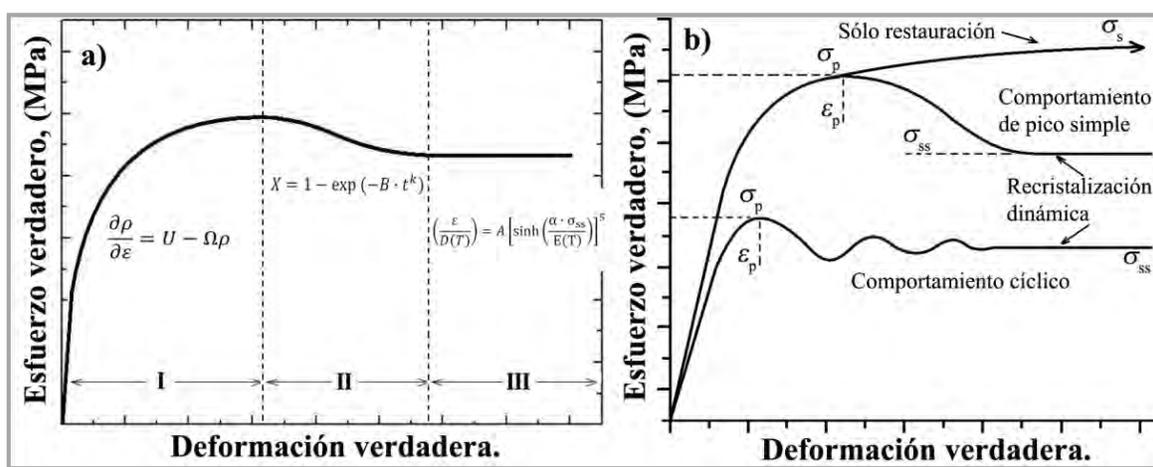


Figura 1.16. a) Etapas distintivas de la deformación en caliente, y b) Recrystalización dinámica en diferentes condiciones de deformación. [87]



Las curvas de fluencia en caliente permiten la toma de decisiones en cuanto a las características y necesidades durante la manufactura del acero. Un buen diseño termomecánico de los aceros TWIP es esencial en la simulación y el control de dichas operaciones de conformado [84]. Sin embargo, debido a las altas temperaturas empleadas y a la condición estructural austenítica de los aceros TWIP, el tamaño de grano inicial puede ser grande. Además, si la temperatura de las últimas pasadas de deformación es alta como suele ser habitual, el tamaño de grano recristalizado después de la deformación es también grande. El efecto refinador de grano austenítico se puede conseguir, entre otros modos, haciendo uso del efecto anclador que una dispersión fina de partículas de segunda fase tiene sobre los límites de grano austenítico, las cuales deben ser lo suficientemente estables como para que no se disuelvan ni crezcan durante el precalentamiento a temperaturas altas o durante el conformado en caliente [88].

1.5.1. El endurecimiento por deformación en caliente.

La velocidad de endurecimiento, representada por $\theta = \frac{\delta\sigma}{\delta\varepsilon}$, se determina a partir de la curva σ - ε verdadera, para posteriormente relacionarla con el valor del coeficiente de endurecimiento por deformación y el esfuerzo de fluencia de la Figura 1.17(a). Estudios realizados sobre monocristales [89] han mostrado que a bajas temperaturas ($T < 0.6 T_f$) la curva esfuerzo cortante (τ) versus deformación cortante (γ) presenta tres zonas bien diferenciadas según su comportamiento, ver Figura 1.17(b): La zona I es donde el cristal casi no sufre endurecimiento por deformación, las dislocaciones se mueven distancias largas sin encontrar obstáculos y sólo un sistema de deslizamiento está activado (deslizamiento fácil ó fluencia laminar). La zona II corresponde a la parte lineal donde el endurecimiento por deformación aumenta rápidamente, en esta se activan nuevos planos de deslizamiento y las dislocaciones disminuyen su crecimiento por el apilamiento de las mismas. En la zona III disminuye la velocidad de endurecimiento de forma parabólica ya que se produce la liberación de las dislocaciones apiladas en obstáculos en la etapa anterior, reduciéndose de esta forma el campo de esfuerzos internos. El comportamiento en esta zona depende fuertemente de la temperatura y corresponde a la recuperación dinámica [89].

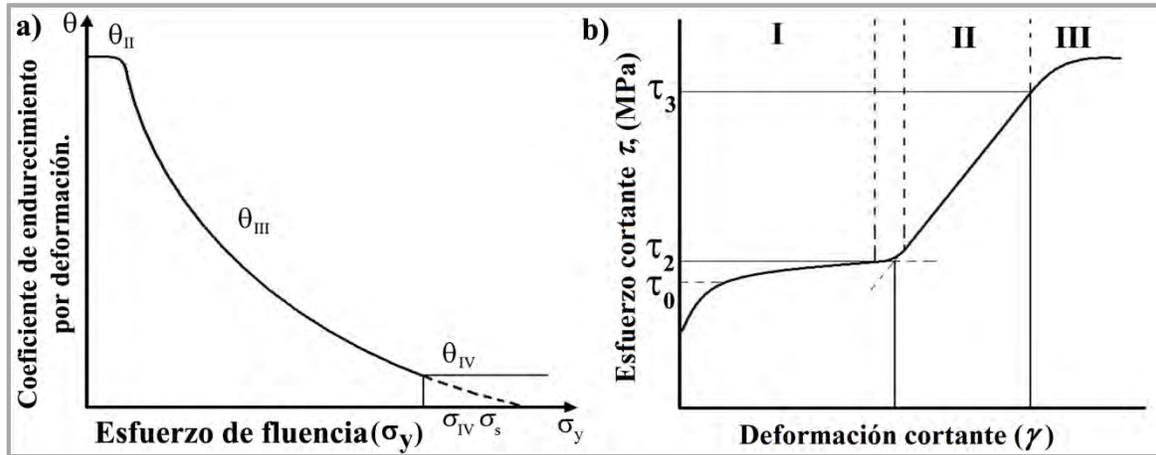


Figura 1.17. a) Etapas de endurecimiento en el diagrama: coeficiente de endurecimiento por deformación (θ) vs. esfuerzo de fluencia (σ_y), y b) Etapas de endurecimiento de materiales cristalinos [89].

1.5.2. Los mecanismos de ablandamiento durante la deformación en caliente.

Durante la deformación en caliente de los aceros en estado austenítico, la curva σ - ε verdaderos generalmente alcanza un valor de saturación ó de estado estable debido a la compensación simultánea entre los mecanismos de endurecimiento y los de ablandamiento. Los fenómenos de ablandamiento que tienen lugar en condiciones dinámicas, es decir, que suceden paralelamente con la deformación son los de recuperación dinámica y los de recristalización dinámica [11].

1.5.3. La recuperación dinámica durante la deformación en caliente.

La recuperación dinámica provoca la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de subgranos, que no son más que celdas con densidad de dislocaciones relativamente bajas rodeadas de límites con alta densidad de dislocaciones, Figura 1.18. Este proceso ocurre sin que se lleguen a formar nuevos granos, tiene lugar rápidamente en materiales con EFA alta (bcc), y lentamente en materiales con baja EFA (en general los fcc excepto el Al). La velocidad de endurecimiento por deformación disminuye debido al aumento en la velocidad de aniquilación de dislocaciones, que a su vez es proporcional a la propia densidad de las mismas [15]. Todo



esto da lugar a la fluencia en estado estable, es decir; se genera la misma cantidad de dislocaciones que las que se destruyen, desarrollándose una subestructura estable. En materiales con baja EFA, la recuperación dinámica progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación; así, las diferencias locales de densidad de dislocaciones son suficientemente elevadas como para permitir la migración de límites de grano y, por lo tanto, permitir la nucleación de la recrystalización durante la deformación.

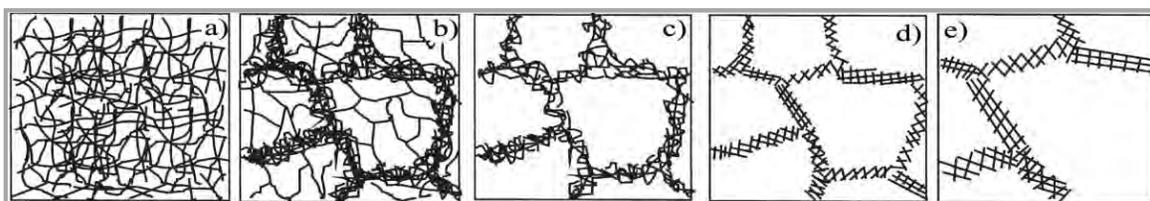


Figura 1.18. Representación de las diferentes etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos, y e) Crecimiento de granos [15].

1.5.4. La recrystalización dinámica durante la deformación en caliente.

La recrystalización dinámica provoca la eliminación de gran número de dislocaciones por la migración de límites de grano, lo que a su vez da lugar a un proceso de fluencia estable. Aunque en esencia la recrystalización estática y dinámica producen un ablandamiento en el material, deben analizarse como fenómenos separados. En la Figura 1.19 se esquematiza la diferencia entre la recrystalización estática que se produce luego de las operaciones de conformado, produciéndose nuevos granos libres de dislocaciones que a continuación crecerán; mientras que para la recrystalización dinámica, la cual es simultánea con la deformación, los nuevos granos nucleados vuelven a tener una densidad de dislocaciones similar a la del inicio de la deformación, de ahí que los efectos de endurecimiento por deformación queden compensados por los de la recrystalización y de nuevo se sature la resistencia del material.

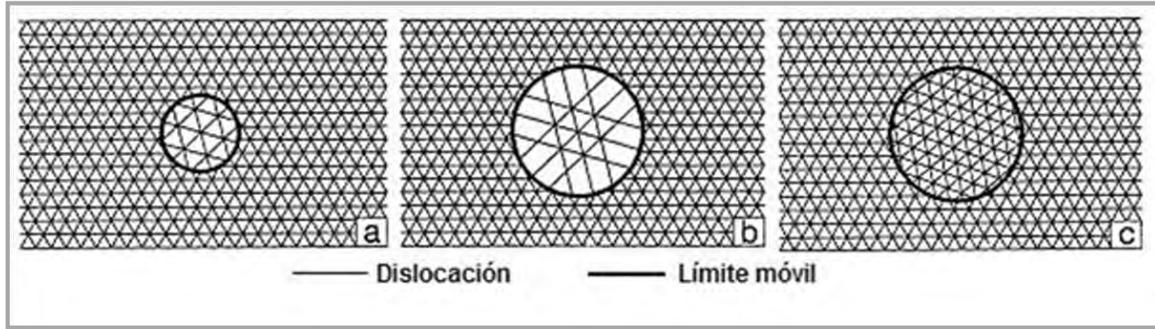


Figura 1.19. Esquema de la recristalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recristalización, b) El crecimiento de un grano estáticamente recristalizado, y c) El crecimiento de un grano dinámicamente recristalizado [87].

1.5.5. El efecto de los elementos microaleantes sobre la deformación en caliente.

La importancia de añadir microaleantes en los aceros austeníticos proviene de la necesidad de fortalecerlos y mejorar el control de las variables durante las operaciones de deformación en caliente. Los elementos presentes en los aceros TWIP como el Al, B, V, Nb, Ti e incluso el N, ayudan al retardo del mecanismo de recuperación dinámica, la recristalización dinámica y recristalización estática, así como en ocasiones contribuyen a suprimir el crecimiento de grano [90]. Por esta razón es conveniente analizar su efecto tanto como solutos o como partículas precipitadas.

1.5.5.1. Efecto de los elementos microaleantes en solución sólida.

La influencia de los microaleantes en solución sólida se atribuye, generalmente, a una segregación en las dislocaciones causando retardo en el caso de la recuperación dinámica (esta forma de segregación provoca el endurecimiento del material), además de que la presencia de los átomos de soluto impiden la movilidad de los límites de grano y retardan la recristalización [90]. Los átomos sustitucionales de los elementos microaleantes pueden interactuar con los átomos de C ó N presentes para formar enlaces y a la vez compuestos que impiden la movilidad de las dislocaciones, haciendo que el reacomodo de las dislocaciones y la formación de subgranos se dificulte, lo cual produce retardo en la nucleación y recristalización [90]. Tales adiciones de soluto, pueden producir una



disminución de la EFA, reduciendo la posibilidad de deslizamientos cruzados de dislocaciones, haciendo más complicada la recuperación dinámica [90]. Estas interacciones átomo-dislocación y átomo-límite de grano pueden ser analizadas en términos de los efectos del diámetro atómico y de las diferencias de la estructura electrónica entre el Fe (γ) y los elementos de aleación. El efecto del tamaño se debe a la dilatación de la red por la adición de los elementos de sustitución que tienen un diámetro atómico más grande que el del Fe: es el caso del Nb, V y Al. Aunque ha sido demostrado que el Nb tiene un efecto endurecedor mucho más importante que el Al [91], analizando sus diámetros y características [92] se comprueba que el Al y el Nb tienen casi la misma diferencia en diámetro atómico con el Fe, lo cual significa que, aunque el efecto del diámetro atómico juega un papel importante en el endurecimiento de aceros, no es suficiente para explicar el efecto de los elementos de microaleación sobre la recristalización.

En general el límite de solubilidad en el acero líquido o en austenita del elemento microaleante (M) y del elemento intersticial (I) (C ó N) se expresa mediante la siguiente relación:

$$\log[(M)(I)] = -\frac{A}{T} + B \quad (7)$$

donde M es % en peso del microaleante en solución, I es % en peso de C o de N en solución, y A y B coeficientes que dependen del microaleante. La Figura 1.20 permite comparar someramente la evolución con la temperatura de los productos de solubilidad, $K_S = (M)(I)$, en la austenita de aleaciones Fe-C de algunos carburos y nitruros. Se trata de una apreciación semi-cuantitativa, ya que los productos de solubilidad pueden ser sensiblemente diferentes según las referencias de donde sean tomadas, en parte a causa de las dificultades de experimentación y, sobre todo, a causa de las interacciones termodinámicas entre los diferentes elementos, las cuales varían según los aceros considerados, y que no son tomadas en cuenta por los productos de solubilidad. Algunas ecuaciones típicas de solubilidad para carburos y nitruros aparecen en la Tabla 1-II.

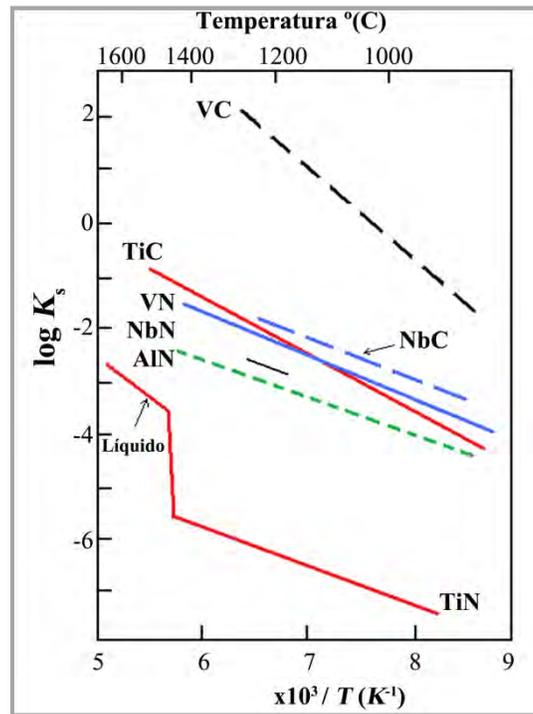


Figura 1.20. Productos de solubilidad de algunos nitruros y carburos de la austenita [93].

A partir del modelo propuesto por Abrahamson [94] sobre la recristalización estática de la ferrita, varios autores lo han aplicado exitosamente al estudio de la fase austenita [10, 95-97]. Ellos mostraron que la influencia de una adición de soluto sobre la recristalización depende esencialmente del número de electrones s , p , y d de la capa exterior del elemento en estado fundamental. A partir de estos resultados se observó que el Nb tiene un efecto mucho más importante sobre la recristalización dinámica y el endurecimiento que el Al y el V. Esto se explica si se considera que el límite elástico a alta temperatura corresponde al inicio de la recuperación dinámica y que es esta misma recuperación quien precede y controla la recristalización dinámica, ya que la recuperación dinámica precede del movimiento y acumulación de dislocaciones hasta que en algunos puntos la densidad alcanza un valor crítico que conduce a la nucleación de un nuevo grano.



Tabla 1-II. Ecuaciones típicas de solubilidad para algunos carburos y nitruros de los elementos microaleantes en austenita no aleada de bajo C [93].

Carburos / Nitruros	Ecuación.
TiN	$\log[Ti][N] = -\frac{8000}{T} + 032$
TiC	$\log[Ti][C] = -\frac{10475}{T} + 533$
NbN	$\log[Nb][N] = -\frac{10230}{T} + 404$
NbC	$\log[Nb][C] = -\frac{6770}{T} + 226$
VN	$\log[V][N] = -\frac{7840}{T} + 302$
VC	$\log[V][C] = -\frac{9500}{T} + 672$
AlN	$\log[Al][N] = -\frac{6770}{T} + 103$

1.5.5.2. Efecto de la precipitación de los elementos microaleantes sobre los mecanismos de deformación en caliente.

Los elementos microaleantes como el Al, B, Nb, V y Ti poseen una fuerte tendencia a formar precipitados estables de carburos y nitruros. Esa precipitación es controlada por dos factores [90]: (i) La sobresaturación, y (ii) La difusividad de los elementos. La primera provee la energía necesaria y en este caso, determina la energía libre del sistema. La difusividad depende fuertemente de la temperatura y si el material está o no recristalizado. Dos de los factores más importantes que influyen las propiedades de los materiales son el tamaño y la distribución de los precipitados. Cuando las partículas son grandes y están muy espaciadas, generan una distorsión local de la red durante la deformación, la cual produce sitios adecuados para la nucleación de nuevos granos. El aumento resultante en la densidad de dislocaciones locales promueve entonces el proceso de recristalización. Cuando los precipitados son finos y dispersos, estos pueden retardar la recristalización por diferentes mecanismos, creando una fuerza de arrastre en los límites de grano móviles y esto inhibe la migración de límites de grano durante su crecimiento [98]. Por otro lado,



anclan las dislocaciones dificultando su reacomodo a subgranos o límites móviles de ángulo grande [99]. Estos mecanismos pueden suceder durante la recrystalización dinámica, la estática o ser inducidos por la misma deformación.

Se sabe que la deformación plástica y la recrystalización dinámica son dos mecanismos que adelantan apreciablemente la precipitación de carburos, nitruros y carbonitruros de los elementos microaleantes. Un método empleado para determinar la cinética de precipitación ha sido desarrollado por Jonas *et al.* [97, 100 -101] sobre aceros microaleados con Nb, el cual consiste en que durante un ensayo de compresión a temperatura y velocidad de deformación constantes, se grafica la dependencia de la máxima deformación de pico (ε_p) y el valor de la deformación alcanzada en el estado estable (ε_{ss}) con la velocidad de deformación a cada temperatura de ensayo. Para determinar las denominadas curvas PTT (precipitación-temperatura-tiempo) se pueden comparar las curvas anteriores con la curva correspondiente al acero de referencia donde no hay ninguna precipitación. Se puede así determinar el tiempo de inicio y final de la misma. Los tiempos de inicio y final de la precipitación se pueden deducir de las fórmulas siguientes:

$$t_i = \frac{\varepsilon_p^i}{\dot{\varepsilon}_i} \quad (8)$$

$$t_f = \frac{\varepsilon_p^f}{\dot{\varepsilon}_f} \quad (9)$$

Existe cierta discusión en la literatura respecto a cual mecanismo es el más efectivo en el retraso de la recrystalización dinámica, si el efecto soluto [10] o el efecto precipitado [102]. Para resolver tal cuestión es muy útil acudir a la superposición entre gráficos Recrystalización-Temperatura-Tiempo (RTT) obtenidos a una velocidad de deformación dada y gráficos Precipitación-Temperatura-Tiempo (PTT). La conclusión de este análisis es que ambos efectos producen retraso en la recrystalización, pero es necesario un retraso muy grande debido al efecto de soluto que asegure la superposición de las curvas PTT y RTT para inhibir totalmente la recrystalización dinámica, posteriormente la recrystalización meta-dinámica o incluso la recrystalización estática.



En condiciones de ausencia de los efectos provocados por los elementos de aleación o de microaleación, el comportamiento de la ε_p frente a la velocidad de deformación es el representado en la Figura 1.21, donde se aprecia que la deformación crítica necesaria para obtener recristalización dinámica va disminuyendo a medida que la velocidad de deformación decrece, en condiciones isotérmicas y con tamaño de grano inicial similar. Por efecto de los elementos en solución sólida, la curva inferior sufre una traslación hacia valores de deformación mayor. Cuando además de lo anterior, el elemento añadido es capaz de precipitar junto con la deformación concurrente se produce un retardo adicional, de modo que se requieren mayores deformaciones para alcanzar un estado de recristalización. Cuando la precipitación se completa los precipitados tienden a crecer, y con ello se disminuye su efecto de anclaje sobre el movimiento de los límites de grano, por ello desaparece el aumento de deformación necesario y eso produce los escalones intermedios mostrados en la curva superior de la Figura 1.21.

Cuando aumentan los contenidos de Mn y Si se producen mecanismos de endurecimiento del acero. Sin embargo, algunos resultados [103] cuestionan el hecho de que ambos elementos desarrollen un papel similar en lo que a mecanismos de ablandamiento respecta, y de hecho algunos análisis apuntan a que juegan papeles contrarios. En aceros microaleados, el Mn puede producir un retardo sobre el inicio de la recristalización dinámica, apoyado por los carburos y nitruros de los elementos microaleantes, mientras que el Si produce el efecto contrario [104]. Por otro lado, tampoco está claro el efecto que tienen sobre la recristalización estática, ya que tanto el Mn como el Si pueden afectar la actividad del C. El C es necesario en la formación de carburos precipitados, los cuales pueden modificar las temperaturas de precipitación de los compuestos formados por los microaleantes.

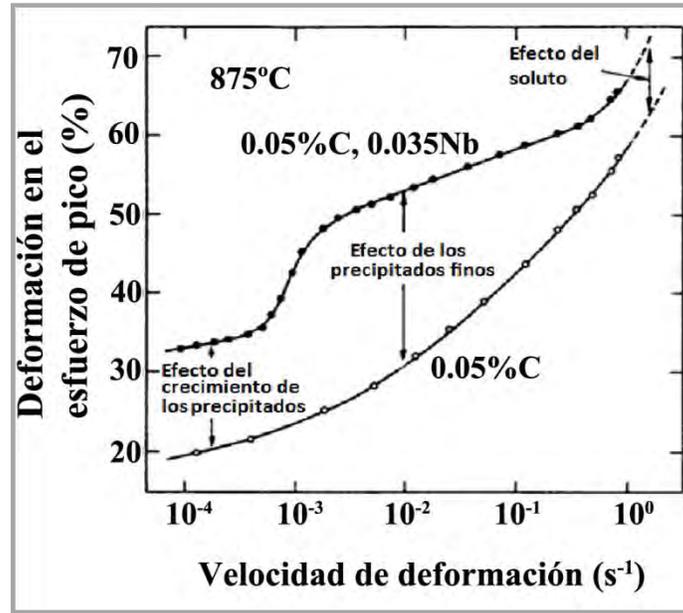


Figura 1.21. Efecto del soluto y los precipitados sobre la deformación necesaria para la recrystalización dinámica [105].

1.5.5.3. Carbono.

El C afecta el comportamiento en caliente de los aceros austeníticos dependiendo de su facilidad de difusión en la red cristalina y su interacción con otros átomos (elementos intersticiales y/o sustitucionales) y/o dislocaciones. El C se presenta en la matriz como solución sólida y/o en forma de precipitados. Martins *et al.* [106] han encontrado que los aceros austeníticos con mayor contenido de C presentan un mayor endurecimiento durante el conformado en frío y al mismo tiempo que la recrystalización estática es más lenta. El efecto de dicho elemento durante el conformado en caliente es más complicado que en el conformado en frío. Esta diferencia viene dada por los procesos que se activan durante el conformado en caliente y su interacción con la presencia del C. Algunos investigadores [107-109] han demostrado que el aumento de C aumenta el valor del esfuerzo de pico (σ_p) y el esfuerzo de fluencia (σ_y), pero no afecta al esfuerzo de estado estable (σ_{ss}). Esto se debe a que el C disminuye la movilidad de dislocaciones y aumenta la fricción de la red cristalina. Adicionalmente, concluyeron que no es posible limitar el estudio del efecto del C únicamente a los valores de σ_p y σ_{ss} , ya que su efecto puede afectar incluso los mecanismos



de endurecimiento y ablandamiento activos al deformar a alta temperatura. Collinson *et al.* [110] han concluido en otro trabajo que la adición de C puede actuar aumentando o disminuyendo el esfuerzo de fluencia, las velocidades de endurecimiento por deformación, las velocidad de deformación ensayadas, la EFA y la cantidad necesaria de deformación para comenzar con la recristalización dinámica. Además de que, aparece una menor energía de activación y aumenta la deformación correspondiente al esfuerzo de pico en condiciones de ensayo a bajas temperaturas y elevadas velocidades de deformación. Robbin *et al.* [111] han determinado que este comportamiento se asocia al aumento del coeficiente de autodifusión del hierro en la fase austenita.

Por otro lado, Jaipal *et al.* [112] han investigado el efecto del C sobre el esfuerzo de fluencia y la recristalización dinámica en aceros al carbono y han determinado que incrementando el contenido del mismo no se aprecia un aumento importante en la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}). En otros estudios [113-114] se ha concluido que el inicio de la recristalización dinámica se vuelve insensible a las condiciones de deformación en aceros con contenidos de C relativamente altos. En cuanto a endurecimiento por deformación y recuperación, con bajos contenidos de C los términos de endurecimiento poseen una muy ligera dependencia de las condiciones de deformación (velocidad de deformación y temperatura). Por el contrario, la recuperación exhibe un comportamiento opuesto, es decir, con porcentajes elevados de C los fenómenos de recuperación se vuelven menos sensibles a las condiciones de deformación. Así mismo, la velocidad de recristalización es reducida por el efecto de soluto en orden creciente de efectividad por los elementos C, Ni, Mn, Si y P. Por último, las adiciones de C pueden causar una caída de hasta un orden de magnitud en el tiempo requerido para alcanzar el 50% de fracción recristalizada bajo ciertas condiciones de deformación [115].

1.5.5.4. Nitrógeno.

El N retrasa la formación de los carburos al disminuir la difusión del C. Al igual que el C, el efecto del N durante el conformado en caliente es más complejo que en el



conformado en frío. La diferencia está dada por los procesos que se activan durante el conformado en caliente y su interacción con la presencia del C [116]. Pocos estudios se han realizado sobre la influencia del N en la ductilidad en caliente. Se ha demostrado que contenidos mayores de 0.005% en peso de N libre aumenta la ductilidad en caliente en el rango de 700 a 1100°C después de un tratamiento de solubilización a 1300°C [117]. Ouchi *et al.* [118] han obtenido conclusiones similares, sin embargo el efecto del N libre en su estudio ha sido difícil de estimar debido a que poseen altos contenidos de Al, que al combinarse con N forma AlN. Tendo *et al.* [119], en su trabajo sobre aceros austeníticos con diferentes porcentajes de N han mostrado que el aumento del mismo aumenta el esfuerzo de fluencia durante ensayos de compresión en caliente, y que la dureza de las probetas deformadas en caliente aumenta de una forma lineal con el aumento de N. Dicho aumento de dureza, es más importante que en el caso de probetas tratadas solo térmicamente, las cuales se ven afectadas en la recristalización estática.

Esta comparación permite concluir que la adición de N favorece el endurecimiento durante la compresión en caliente, además de que con altas temperaturas de deformación similares al proceso industrial de laminación en caliente, el incremento del esfuerzo de fluencia es debido al efecto del N sobre el deslizamiento de dislocaciones y el endurecimiento por deformación. La presencia del N retrasa la formación de los carburos al disminuir la difusión del C. A altas temperaturas, donde la difusión de átomos es más considerable, el efecto de la recuperación dinámica debe ser tomado en cuenta, sabiendo que ablanda el acero y disminuye el esfuerzo de fluencia. Como conclusión, se puede explicar el efecto del N en el aumento del esfuerzo de fluencia porque favorece el endurecimiento mediante el deslizamiento planar de dislocaciones, y porque limita el efecto de la recuperación dinámica a causa del orden de corto alcance que posee.

1.5.5.5. Aluminio.

El Al retarda la recristalización de la austenita en parte por la precipitación del AlN. Dependiendo del lugar donde se formen los precipitados de AlN puede tener diferentes consecuencias sobre el comportamiento en caliente de los aceros. Cuando se ubican en los



límites de los granos austeníticos pueden provocar fragilización o disminución en la conformabilidad [120]. Por otro lado, cuando se localizan como partículas finas en las dislocaciones, pueden retardar tanto la nucleación de nuevos granos, así como su subsecuente crecimiento. Previamente, Hamada *et al.* [78] han determinado que aumentando el contenido de Al en los aceros TWIP se consigue un desplazamiento positivo para el valor de la $\epsilon_{\text{máx}}$ de 0.17 a 0.28, lo que significa un retardo en el inicio de la recrystalización dinámica.

1.5.5.6. Silicio.

Serajzadeh *et al.* [121] han analizado el efecto del Si sobre la recrystalización de la austenita y han determinado que éste induce un incremento en la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}), lo cual provoca el retraso de la recrystalización dinámica y por lo tanto un aumento en el σ_p . Adicionalmente, observaron que el Si produce velocidades menores de recuperación debido al efecto que causa a disminuir la EFA de la austenita.

1.5.5.7. Niobio.

El Nb se considera como un microaleante altamente efectivo sobre el control de la laminación, ya que retarda notablemente la recrystalización de la austenita debido al efecto de soluto, y a la fuerte tendencia a formar carbonitruros precipitados [95, 100, 122]. El comportamiento de retardo de la recrystalización cambia drásticamente cuando el Nb forma precipitados. Park *et al.* [123] han determinado que el tiempo final de precipitación del Nb(C, N) durante la permanencia isotérmica puede predecirse empleando un modelo basado en la cinética de reacción, la nucleación clásica y la teoría de crecimiento. Dicho modelo permite predecir los aspectos de precipitación mediante la determinación de las curvas de precipitación por enfriamiento continuo (del inglés, Continuous Cooling Precipitation, CCP), determinando con gran precisión el inicio y fin de la precipitación y el crecimiento de partículas. Durante las dos últimas décadas, varias investigaciones [95, 101, 124-127] han mostrado que la precipitación de Nb(C, N) en austenita deformada exhibe una



cinética de precipitación con una curva tipo “C”, y que dicha precipitación sucede principalmente en las dislocaciones y/o en subestructuras dislocadas [101, 128].

Bywater *et al.* [129] basándose en un estudio de ensayos de tracción de dos aceros inoxidables austeníticos han estudiado el efecto del Nb, mostrando que la ductilidad de los dos aceros es similar en un intervalo de temperatura desde 900 hasta 1100°C con una clara diferencia en tamaño de grano. Los mismos autores resumen el efecto de Nb en endurecer los aceros e impedir la recrystalización y promover la fisuración intergranular. Tendo *et al.* [119] han demostrado que al añadir Nb se retrasa fuertemente la recrystalización estática debido a la formación de precipitados finos de NbN en las dislocaciones. Así, la adición del Nb se considera una forma eficaz para el control del ablandamiento durante la laminación de chapas o láminas después de un enfriamiento acelerado.

Los tratamientos térmicos realizados a los aceros microaleados con Nb antes de la deformación en caliente juegan un rol importante sobre la ductilidad, puesto que se ha encontrado que enfriamientos rápidos desde la temperatura de solubilización de los carbonitruros (1300°C) y a la temperatura de ensayo producen una fina y densa precipitación en comparación al enfriamiento lento. Esto produce una disminución en la ductilidad en caliente debido a que las partículas finas producen un mayor anclaje de los límites de grano [120, 130]. El AlN genera una disminución en la ductilidad debido al aumento en la formación de Nb(C, N), mientras que éste último es benéfico para la ductilidad debido al engrosamiento que produce de los precipitados. Algunos investigadores atribuyen la baja ductilidad a la precipitación dinámica [130-131], mientras que otros a la influencia de ambos tipos de precipitación [118]. El efecto de los carbonitruros de Nb en la ductilidad en caliente depende también de la composición química de los precipitados [118]. A niveles constantes de Nb se detectó que aumentando el N se reduce marcadamente la ductilidad. Bajos niveles de N promueven la formación de partículas del tipo NbC, mientras que para altas concentraciones de N, produce la precipitación de NbC_{0.60}N_{0.25}. La mejor ductilidad observada con los precipitados formados fue asociada a una baja velocidad de precipitación en la austenita, permitiendo una menor fracción de volumen de precipitados mucho más estables [118]. El efecto del Nb en aceros



deformados en caliente es similar al del Al, casi en el mismo rango de temperatura. En aceros donde el Nb y Al están presentes, se ha observado que sucede una interacción con el aumento de Al soluble, haciendo que disminuya el tamaño promedio de las partículas y el espaciamiento entre partículas de Nb(C, N), consecuentemente se produce una disminución de la ductilidad [130].

1.5.5.8. Vanadio.

El V puede formar V_4C_3 y V(C, N). Hannerz [132] ha revelado que la ductilidad en caliente decae drásticamente con el aumento de la concentración de V en el rango de temperatura de 700 a 950°C, pero si el nivel de V es menor a 0.07% en peso, la ductilidad del acero es similar a los aceros al C. Coleman *et al.* [133] han detectado que la adición de Al a los aceros microaleados con V mejora la ductilidad en caliente. La formación del AlN reduce la precipitación de VN y disminuye la ductilidad en caliente del acero por el efecto de las partículas AlN sobre el anclaje de los límites de grano [133]. El V posee una menor influencia sobre el retardo de la recristalización dinámica en comparación al Nb. Primeramente, su influencia en solución es más débil que la del Nb [95], pero además, la gran solubilidad del VN en la austenita hace que éste nitruro sea totalmente soluble a temperaturas comunes de recalentamiento [134]. Por estas razones, el V no podría contribuir mucho al refinamiento de grano austenítico con niveles altos de N.

1.5.5.9. Titanio.

Se ha establecido que el Ti restablece la ductilidad [120, 130, 135], lo cual puede deberse a la precipitación preferencial de TiN, previniendo la formación del AlN. El TiN precipita uniformemente en la austenita y es menos perjudicial para la ductilidad que el AlN que nuclea en los límites de grano de la austenita. Hay una probable alternativa de que esta mejora no esté relacionada con la prevención de la precipitación del AlN, sino con el refinamiento de grano austenítico producido por las partículas de TiN [136]. Por otro lado, la reducción del Ti y el C aumenta la fracción recristalizada durante los procesos de la recristalización post-dinámica según han concluido Kratochvíl *et al.* [137], mientras en el



ablandamiento durante los procesos dinámicos la presencia de los precipitados Ti(C, N) bloquea el movimiento de las dislocaciones, obligándoles a moverse en escalada para alcanzar los límites de granos. La adición de Ti (<0.02% en peso) permite la precipitación de partículas estables de TiN durante la solidificación, lo cual previene el crecimiento de grano austenítico en las etapas de recalentamiento en el rango de 1200 a 1300°C [138]. A mayores concentraciones de Ti (0.1 a 0.2% en peso), la precipitación de TiC es más evidente y retarda la recristalización dinámica [138].

La cinética de precipitación del Ti(C, N) en austenita deformada ha sido analizada por Akben *et al.* [97] usando diferentes métodos mecánicos. Sin embargo, las limitaciones de los métodos empleados impidieron determinar con claridad el progreso detallado de la precipitación. La investigación permitió determinar que durante la relajación de esfuerzos, la dependencia del tiempo con respecto al tamaño promedio de las partículas puede dividirse en tres etapas. En la etapa I, los precipitados nuclean en las dislocaciones y crecen de acuerdo a una predicción parabólica. En la etapa II, como resultado de la saturación de los sitios de nucleación, el crecimiento de las partículas solo tiene lugar en ausencia de la nucleación. En la etapa III, comienza un envejecimiento de Ostwald posterior al final de la precipitación. Este proceso es probable que sea controlado por la difusión del Ti en la matriz. Además, no se observó una distribución homogénea de partículas, lo cual indica que los precipitados nuclean en las dislocaciones o en subestructuras dislocadas. Finalmente, muchos de los precipitados de Ti(C, N) formados durante la relajación de esfuerzos adoptan una morfología cúbica. Esto indica que existe una orientación específica entre las partículas y la matriz.

1.6. La modelación matemática del comportamiento en caliente de los aceros TWIP.

El modelo más simple y que más se ha usado para describir el comportamiento de fluencia en caliente de los aceros, es el que relaciona el parámetro de Zener-Hollomon (Z) [139], con el esfuerzo de fluencia (σ_y):



$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A \cdot \sigma_p^n = f(\sigma) \quad (10)$$

En la Ecuación (10), el parámetro de Zener-Hollomon (Z) representa la velocidad de deformación compensada por la temperatura, Q es la energía de activación para la autodifusión del Fe en la austenita, R la constante de los gases ideales ($8.314 \frac{J}{mol}$) y T la temperatura absoluta de ensayo (K). Después de una serie de simplificaciones matemáticas, se obtiene la siguiente expresión:

$$Q = R \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma_p} \right]_T \left[\frac{\partial \ln \sigma_p}{\partial (1/T)} \right]_{\dot{\epsilon}} = RnS \quad (11)$$

donde n es la pendiente promedio de las curvas $\ln \dot{\epsilon}$ vs. $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ a diferentes temperaturas y S es la pendiente promedio de las curvas $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ vs. $(\frac{1000}{T})$ a diferentes velocidades de deformación. S refleja la dependencia de la temperatura con el esfuerzo pico. Se ha determinado que existe una relación lineal entre $\ln \dot{\epsilon}$ y $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ cuando la T permanece constante (condición isotérmica), y el $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ es lineal con $(\frac{1000}{T})$ cuando $\dot{\epsilon}$ permanece constante, respectivamente. De esta manera, los valores de n y S se pueden determinar mediante el análisis por regresión lineal y de ahí se puede determinar el valor de Q . Haciendo uso de este procedimiento para aceros TWIP, Li *et al.* [80] han determinado que $Q = 405.95$ kJ/mol en el caso de un acero TWIP Fe-25Mn-3Si-3Al, y que la energía de activación para la deformación en caliente es un parámetro del acero que sirve como indicador del grado de dificultad para la deformación plástica. Este valor es muy cercano a otro reportado en un estudio previo [140] para un acero inoxidable 304 (400kJ/mol), pero mucho mayor que para un acero bajo carbono [78] (340 kJ/mol). Hamada *et al.* [78] han reportado valores de 397 kJ/mol para un Fe-25Mn-3Al y de 405 kJ/mol para un Fe-25Mn-6Al.

Tegart y Sellars [138, 141] han demostrado a partir de los modelos propuestos por otros investigadores [142 - 143], y usando la función de seno hiperbólico sugerida por



Garofalo [144], que la deformación en caliente debe ser considerada como un proceso activado térmicamente. Dicho comportamiento, puede ser descrito por las ecuaciones de velocidad de deformación similares a las empleadas en los estudios de creep. Basado en esos trabajos, el parámetro Z puede relacionarse con el esfuerzo de fluencia de diferentes maneras [145]:

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = f(\sigma) = A' \cdot \sigma^{n'} \quad (12)$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = f(\sigma) = A'' \cdot \exp(\beta\sigma) \quad (13)$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = f(\sigma) = A \cdot [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (14)$$

donde A, A', A'', n, n', β y $\alpha (\approx \beta/n')$ son conocidas como las constantes aparentes del material. El multiplicador del esfuerzo α es una constante ajustable que lleva los valores del término $\alpha\sigma$ a un rango correcto de paralelismo y linealidad entre las curvas $\ln \dot{\varepsilon}$ vs. $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ [142]. Algunos autores [103] consideran a α como el valor del esfuerzo inverso al cual la ecuación exponencial (12) se desvía, con lo cual se marca el cambio del comportamiento potencial a exponencial. Esta ley aplica preferentemente para condiciones de esfuerzos bajos. Contrario a esto, la Ecuación (13), permite el empleo en condiciones de esfuerzos altos. Sin embargo, la ley de senos hiperbólicos de la Ecuación (14) puede emplearse para rangos muy amplios de esfuerzos y velocidades de deformación. Relacionándola con el parámetro Z , la Ecuación (14) se puede presentar como:

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot [\sinh(\alpha\sigma)]^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (15)$$

Cabrera *et al.* [103] han demostrado que cuando se considera la dependencia del módulo de Young (E) y el coeficiente de autodifusión de la austenita (D) en función de la temperatura, se puede considerar un exponente de creep constante $n=5$ y el valor de la



energía para la autodifusión del Fe en la austenita (Q_{sd}) para obtener un valor de esfuerzo de flujo apropiado que describa los mecanismos de deformación. Esto último es apropiado siempre que los mecanismos de deformación dominantes sean el deslizamiento y escalada de dislocaciones. De acuerdo a esto, la relación que describe este comportamiento es:

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = B \cdot \left[\sinh \left(\frac{\alpha' \sigma}{E(T)} \right) \right]^5 \quad (16)$$

donde $D(T) = D_0 \cdot \exp(-Q_{sd}/RT)$ (con D_0 una constante pre-exponencial) y $E(T)$ describe la dependencia del módulo de Young con la temperatura. La Ecuación (16) permite describir completamente el comportamiento en un amplio intervalo de esfuerzos y además tiene una clara interpretación física. A altas temperaturas, los materiales muestran plasticidad dependiente de la velocidad de deformación. Las constantes de esta ecuación suelen considerarse como “aparentes” porque el estado microestructural inicial no se toma en consideración.

1.7. La energía de activación aparente necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}).

La energía de activación aparente necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}) es una constante dependiente de la composición química y la microestructura, la cual tiene una gran influencia sobre el comportamiento a la deformación en caliente de los aceros. Este valor resulta muy útil porque se puede relacionar con el estudio de la cinética de la recrystalización dinámica y de las curvas $\sigma-\epsilon$ verdaderas obtenidas a velocidad de deformación constante. Para determinar su valor es posible relacionarla con el valor del esfuerzo pico ($\sigma = \sigma_p$) de la Ecuación (15), la cual permite determinar la máxima resistencia a la deformación dependiente de la velocidad de deformación corregida por la temperatura. Esta relación fue desarrollada originalmente para la descripción matemática de la velocidad de deformación correspondiente al esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) y, por lo tanto, es posible considerar tanto el valor de σ_p , como el de σ_{ss} . Sin embargo, el esfuerzo de pico se aplica más a menudo porque los valores del esfuerzo de estado estable son menos



accesibles para una amplia gama de velocidades de deformación y temperaturas. La descripción para el cálculo de las constantes y variables involucradas ha sido propuesta por Sellars y McTegart [146], la cual se puede solucionar mediante un método gráfico utilizando el análisis de regresión lineal múltiple.

Los mecanismos de deformación de los materiales policristalinos a elevadas temperaturas se basan en el movimiento de dislocaciones, en el deslizamiento de los límites de grano y a la fluencia difusional. Estos tres mecanismos se pueden considerar independientes entre sí, activados térmicamente y controlados por la difusión atómica. Cada mecanismo de deformación tiene valores específicos tanto de n que es el exponente de esfuerzo al relacionarlo con la velocidad de deformación, como de la energía de activación Q la cual es constante en un cierto intervalo de temperaturas [147]. La fluencia por el movimiento de dislocaciones se asocia a valores de n mayores de 5 y a energías de activación iguales a las que se corresponden con la autodifusión a través de la red. Cuando el mecanismo dominante es el deslizamiento de los límites de grano, entonces el valor de n es 2 y la energía de activación corresponde con la de movilidad de los límites de grano. Por último, la fluencia difusional presenta un valor de n igual a 1, pudiendo ser la energía de activación igual a cualquiera de las anteriores [147].

En la literatura científica [79 -80, 148 -149] se pueden encontrar datos suficientes sobre la energía de activación aparente para la deformación en caliente de diversos materiales, o de la energía de activación a la fluencia durante la deformación superplástica de aceros de segunda y tercera generación. El problema con la comparación de los resultados existentes consiste en las condiciones de ensayo aplicadas por los diferentes autores, por ejemplo, durante ensayos de torsión o tracción, cuando existen diferentes velocidades de deformación, tamaño de grano inicial, los rangos de las temperaturas aplicadas, etc. Por lo anterior, resulta importante estimar los valores de Q_{HW} para cada caso de estudio, a fin de poder predecir con mayor exactitud el comportamiento de fluencia en caliente de los aceros TWIP microaleados.



Capítulo 2 Desarrollo experimental.

El presente trabajo de investigación se dividió en diez etapas experimentales, tal como se muestra en el diagrama de flujo de la Figura 2.1, las cuales se describen detalladamente en el presente capítulo:

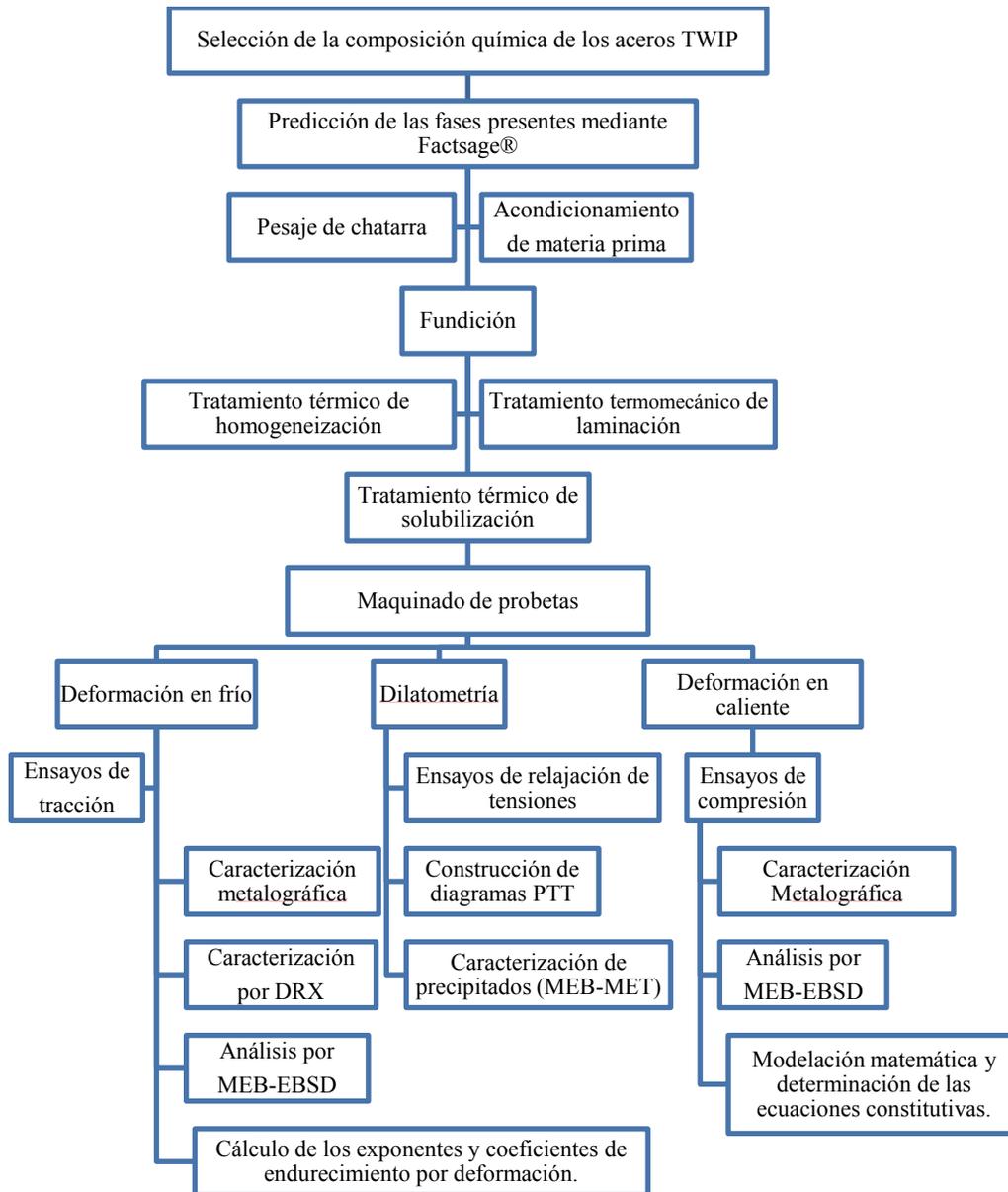


Figura 2.1. Diagrama de flujo del desarrollo experimental de la presente investigación.



2.1. Fabricación de los aceros TWIP microaleados.

2.1.1. Predicción de las fases presentes en los aceros TWIP.

Esta etapa se realizó empleando el software Fact-Sage 6.0®, el cual consta de bases de datos, cálculo y manipulación de los módulos para diversos materiales metálicos. Fact-Sage® permitió predecir las condiciones de las fases presentes y los componentes en equilibrio como carburos y carbonitruros en un intervalo de temperatura de 600°C a 1600°C para la composición química final obtenida de cada acero TWIP analizado.

2.1.2. Cálculo de carga para la fabricación de los aceros TWIP.

Para la fabricación de los aceros TWIP se empleó chatarra con muy bajo contenido de C (<0.031% en peso), con alta calidad y pureza. Para este proyecto, el Sorel® fue empleado como la fuente proveedora de C. Con ello se evitó la adición de grafito, el cual se pierde en mayor cantidad en el baño fundido. Además, el grafito posee una menor capacidad de dilución a temperatura elevada, con lo que se corre el riesgo de perderlo en la escoria.

Tabla 2-I. Resumen del cálculo de carga para cada colada de fabricación de los aceros TWIP microaleados.

Aleantes para la colada normal.		Microaleantes.	
Chatarra (Fe) bajo C.	14.11 kg	Fe-V	0.05 kg
Mn	5.51 kg	Fe-Nb	0.09 kg
Sorel®(C)	2.86 kg	Fe-Ti	0.14 kg
Si	0.37 kg	B	0.003 kg
Al	0.39 kg		
TOTAL	23.23 kg	+	Microaleante

Debido a que el horno empleado posee una capacidad de 25 kg por cada una de las coladas, se obtuvieron dos lingotes de aproximadamente 10.5 kg cada uno. La Tabla 2-I, muestra el balance de carga de los elementos aleantes y microaleantes para cada una de las



fusiones. Cabe mencionar que la composición base de referencia a alcanzar en los cinco aceros TWIP fue de Fe-20Mn-0.45C-1.5Al-1.5Si, y 0.2% en peso de cada microaleante (B, Nb, V y Ti).

2.1.3. Fundición de los aceros TWIP.

Las etapas de preparación de la carga (adecuación, pesaje de chatarra, elementos aleantes y microaleantes), fabricación de las lingoteras, del sistema de mazarotas y fusión del acero para obtener los aceros TWIP microaleados se hizo en el Laboratorio de Fundición del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (IIM-UMSNH). La fusión se hizo en un horno de inducción abierto con capacidad para 25 kg, suficiente para obtener los lingotes necesarios para el desarrollo de la investigación. Se obtuvieron dos lingotes de 6.4 cm x 7.6 cm x 22 cm (10.5 kg) por cada uno de los aceros TWIP considerados en el presente estudio, uno de referencia sin microaleante (TW-NM) y cuatro microaleados por separado con B (TW-B), Nb (TW-Nb), V (TW-V) y Ti (TW-Ti), respectivamente.

La metodología de fabricación de las cinco aleaciones fue la misma: los tiempos en el aumento de la potencia del horno, la secuencia de adición de los elementos de aleación, mediciones de temperatura y procedimientos de vaciado con la intención de que todas las variables permanecieran iguales. La única variante fue la forma de adicionar los microaleantes, los cuales se colocaron en la olla justo antes de vaciar a las lingoteras para asegurar la mayor retención de éstos en el baño líquido. La forma de adición del B, Nb y V fue en forma de granos finos empaquetados en una envoltura metálica de papel de aluminio. La adición de Ti se hizo también en forma de granos finos pero en un encapsulado metálico fabricado con lámina de acero al carbono calibre 22 para asegurar su retención hasta el fondo de la olla.



2.1.4. Análisis de la composición química de los aceros TWIP.

A fin de conocer los porcentajes presentes de los elementos aleantes y microaleantes en los aceros fabricados, se realizaron análisis químicos preliminares en los espectrómetros de chispa de dos importantes empresas acereras nacionales: Fundidora Morelia S.A. de C.V. (Michoacán) y DeAcero planta Acería Celaya (Guanajuato). Sin embargo, debido a los altos contenidos de Mn, Al, Si y que los equipos en cuestión no contaban con las curvas de ajuste para realizar una detección adecuada, no fue posible tomar como aceptables dichas mediciones.

La composición química exacta se obtuvo por diversas técnicas de análisis para alcanzar una mayor certidumbre en los resultados. El C se determinó mediante Espectroscopia Infrarroja (IRS), el contenido de B y Nb fue analizado mediante Espectroscopia Óptica de Emisión de Chispa (S-OES), los elementos Mn, Al, Ti y V se determinaron por Espectroscopia de Emisión Atómica por Inducción de Plasma Acoplada (ICP-AES), el contenido de Si se analizó por Análisis Gravimétrico y finalmente el N se obtuvo por Conductividad Térmica (T-C). Los procedimientos mencionados se realizaron en el centro tecnológico del área metalúrgica y de materiales “Inasmet-Tecnalia” en San Sebastián, España.

2.2. Tratamiento térmico y termomecánico.

2.2.1. Tratamiento térmico de homogeneización.

El tratamiento térmico de homogeneización, se realizó en un horno de resistencias Barnstead Lab-line®, Modelo: 3608-5; 120 V, 5 A, 50/60 Hz, 600 W, a 1200°C. Las dimensiones de las probetas empleadas fueron de 2.5 cm x 2.5 cm x 0.6 cm, las cuales se colocaron en caja de recocido para minimizar los efectos decarburantes de la atmósfera regular. Los tratamientos se diseñaron con una velocidad de calentamiento de 6 °C/min y diferentes tiempos de permanencia (60, 180, 300 y 360 min.) a fin de poder evaluar el grado de homogeneización alcanzado.



2.2.2. Tratamiento termomecánico de laminación en caliente.

De los lingotes obtenidos para cada acero se extrajeron probetas de 7.5 mm x 6 cm x 2.5 cm y de 7.5 mm x 2 cm x 2.5 cm, las cuales se recalentaron a 1200°C en el mismo horno empleado en el procedimiento de homogeneizado. Cada muestra se recubrió con una película de Zirconio y todas se colocaron en caja de recocido para minimizar la decarburación. El tratamiento termomecánico se realizó en el Laboratorio de Deformaciones Plásticas del IIM-UMSNH en un laminador reversible T.J. Pigott-Engineers®, con capacidad de anchos de 40 cm, Mod. 6559102 y carga de 50 t, hasta conseguir un 60% de reducción, aproximadamente entre 16 y 18 pasadas en cada caso. Cada lingote se laminó en el rango de temperaturas entre 1100° y 850°C. Esta etapa tuvo como finalidad eliminar la estructura dendrítica proveniente de la solidificación, así como desaparecer la segregación de los elementos aleantes como el Mn. Al término de la laminación, las probetas se sometieron a un relevado de esfuerzos a 450°C por cuatro horas.

2.2.3. Tratamiento térmico de solubilización.

Con la intención de refinar los granos austeníticos altamente deformados provenientes del tratamiento termomecánico se efectuó el tratamiento térmico de recocido de solubilización a los aceros TWIP. Se evaluó el efecto de la solubilización de los elementos microaleantes y el crecimiento de grano austenítico a cuatro temperaturas: 1100, 1150, 1200 y 1250°C. Se empleó una velocidad de calentamiento de 6 °C/min y un tiempo de permanencia de 1 h por cada 2.54 cm (1 plg) de sección en un horno tubular de alta temperatura Hobersal® ST-16 con atmósfera inerte de Argón. La temperatura seleccionada para estandarizar el grano de partida de los cuatro aceros fue de 1200°C. Los tratamientos térmicos de solubilización se realizaron en el Laboratorio de Deformación en Caliente del CMEM-ETSEIB de la Universitat Politècnica de Catalunya (España).



2.3. Maquinado de probetas.

Después de la solubilización, las muestras fueron maquinadas empleando la técnica de electroerosión por hilo (del inglés, Wire Electric Discharge Machining, WEDM) en una máquina ONA AX3®, Figura 2.2. El método resulta útil por la facilidad para obtener piezas de formas complejas con alta precisión en materiales muy duros o particularmente delicados, con la menor afectación térmica y sin introducir esfuerzos residuales. El procedimiento se realizó en el Centro Tecnológico de Manresa (CTM), España.

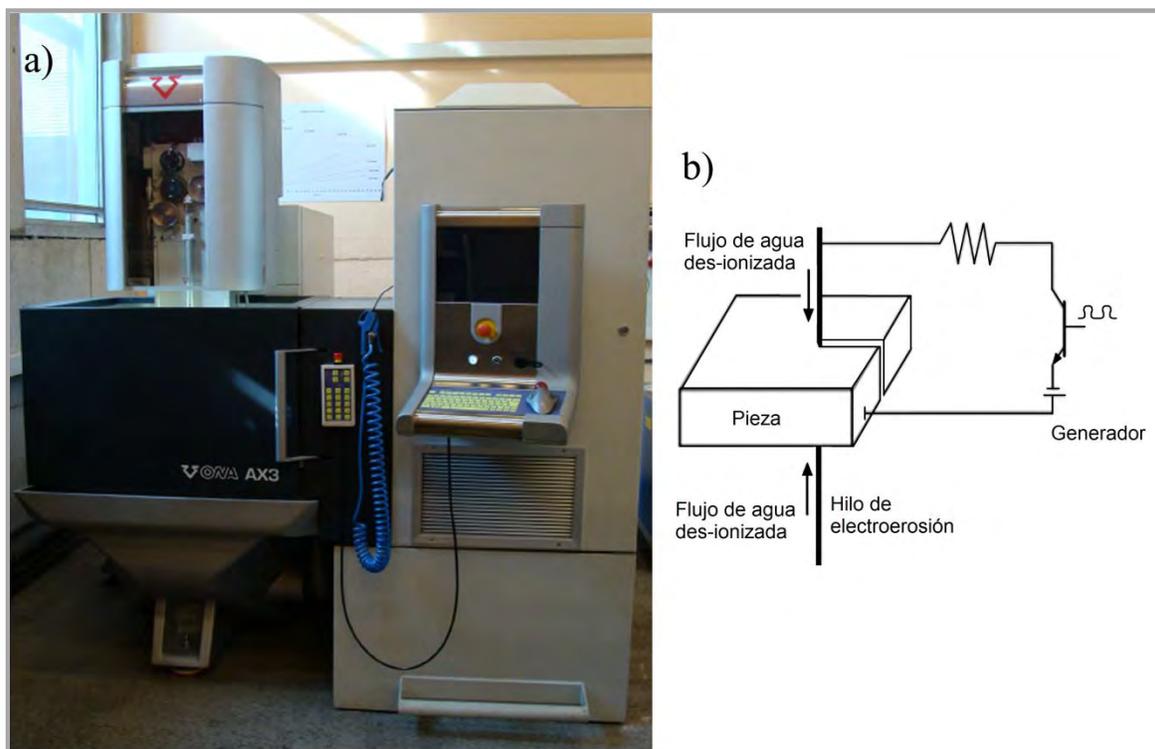


Figura 2.2. a) Equipo de WEDM, ONA AX3® de CTM, España, b) Principio físico del WEDM.

El total de las muestras maquinadas fueron las siguientes:

- 1) 70 probetas cilíndricas de 10 x 5 mm (Relación $h/d=2$) para determinar las curvas PTT mediante relajación de esfuerzos con ensayos de dilatometría, Figura 2.3(a).
- 2) 70 probetas cilíndricas de 11.4 x 7.6 mm (Relación $h/d=1.5$) para determinar las condiciones de deformación en caliente, Figura 2.3(b).
- 3) 10 probetas planas para tracción uniaxial de sección reducida ASTM-E8, Figura 2.3(c) [150].

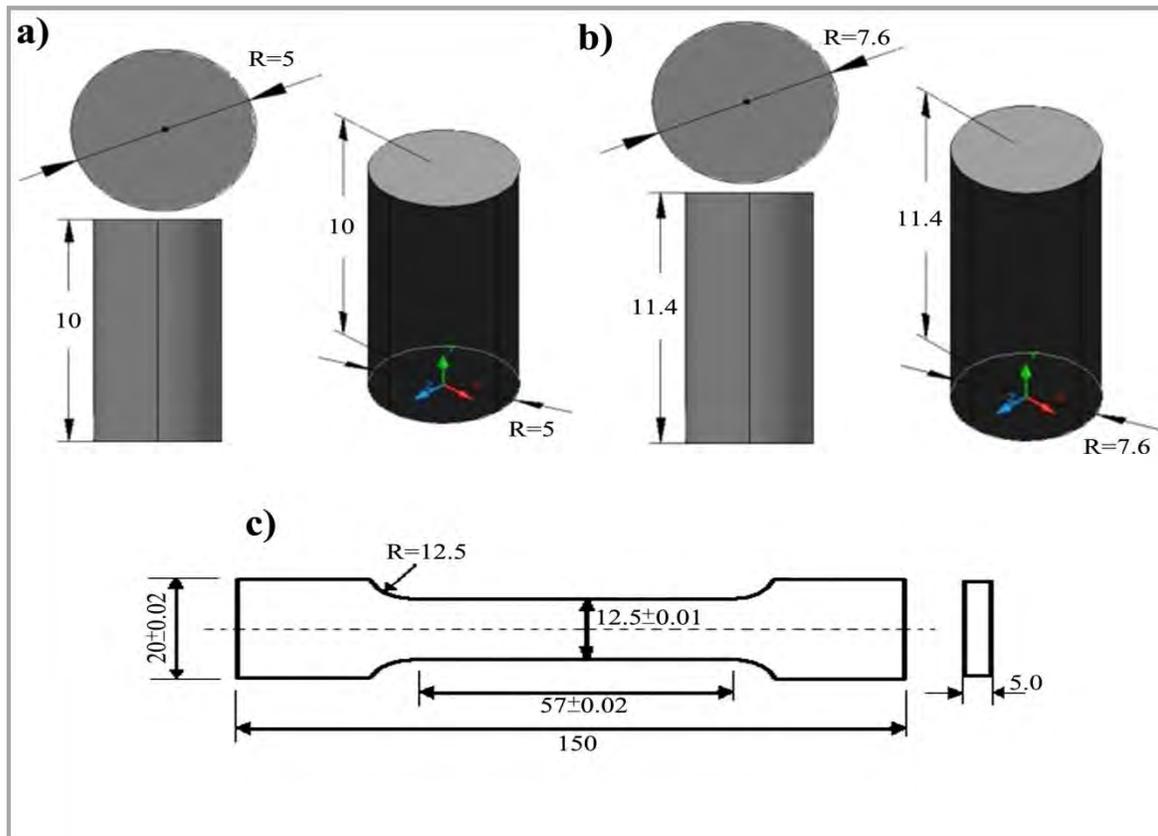


Figura 2.3. Probeta para ensayos de: a) Dilatometría, b) Compresión en caliente y c) Tracción en frío de sección reducida ASTM E8 [150].

2.4. El ensayo de tracción uniaxial en frío.

Las probetas planas de sección reducida fueron sometidas a un ensayo estándar de tracción uniaxial en una máquina de ensayos universal INSTRON®-5585H con celda de carga 100 kN a velocidad constante del cabezal móvil de 10^{-1} s^{-1} hasta la fractura. El procedimiento empleado para los ensayos se apegó a lo estipulado en la norma ASTM-E8 [150] para ensayos de tracción. El procesamiento de las curvas y la adquisición de los resultados relevantes del ensayo se realizó mediante el software INSTRON Bluehill Testing Software®. Adicionalmente, los datos de la etapa de deformación plástica uniforme se procesaron con el software Origin 8.0®, los cuales fueron suavizados y ajustados empleando el método de regresión lineal por promedios adyacentes. De esta etapa se determinaron los valores del coeficiente (k) y el exponente de endurecimiento (n) por



deformación, empleando el método de Hollomon y el método Diferencial de Crussard-Jaoul (C-J) mediante ajustes lineales de mínimos cuadrados (Anexo A.1).

2.5. El ensayo de compresión uniaxial en caliente.

Las probetas cilíndricas (7.4 x 11.2 mm), se sometieron a ensayos de compresión uniaxial en una máquina INSTRON® 4507 con celda de carga 100 kN equipada con un horno cilíndrico de radiación ChambIR®, modelo E4 Infrared Heating System, con la posibilidad de emplear atmósferas inertes. La máquina universal INSTRON cuenta con mordazas cilíndricas fabricadas con una aleación base molibdeno TZM® (0.5% Ti, 0.1% Zr y el resto de Mo) resistente a temperaturas elevadas. El procedimiento de ensayo consistió en colocar cada probeta centrada sobre la mordaza inferior del equipo, empleando como lubricante entre probeta y mordazas laminillas de Tántalo de 50 μm de espesor y ambas se recubrieron con una capa de Nitruro de Boro, a fin de minimizar los efectos de la fricción y el posible efecto de abarrilamiento en las muestras. Todo el sistema se aisló dentro de un tubo de cuarzo transparente sellado en sus extremos con lana de vidrio. En el tubo se introdujo un flujo de argón para crear la atmósfera inerte y el control de la temperatura se realizó mediante un termopar tipo “K”. Las muestras previamente solubilizadas (1200°C durante 20 minutos) se llevaron hasta las temperaturas de ensayo de 900, 1000 y 1100°C con velocidad de calentamiento de 10 °C/s donde se mantuvieron durante 15 minutos. Inmediatamente después se les aplicó una carga con cuatro velocidades constantes de deformación (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} y 10^{-4} s⁻¹) hasta alcanzar una deformación de $\epsilon=0.8$. Mediante un dispositivo acoplado a la máquina, las muestras se templaron inmediatamente (<0.5 s) en agua a temperatura ambiente al concluir cada ensayo.

El procesamiento matemático de los resultados obtenidos del ensayo de compresión fue realizado mediante el software Origin 8.0®, con el que se graficaron las curvas de fluencia en caliente esfuerzo verdadero vs. deformación verdadera. De cada curva se determinaron los valores del esfuerzo pico (σ_p), deformación pico (ϵ_p) y el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}). Posteriormente, se calcularon las fracciones de recristalización (X) para



determinar las curvas sigmoidales (X vs. t). Finalmente, se estimaron los parámetros de Zener-Hollomon (Z) y se graficaron los diagramas Z vs. σ_p para cada condición ensayada.

2.6. Los ensayos de relajación de esfuerzos por dilatometría para la obtención de los diagramas PTT.

Los ensayos se realizaron en un dilatómetro marca Bahr® modelo DIL 805A/D mostrado en la Figura 2.4, con rango de trabajo de -160°C a 1500°C , velocidad de calentamiento máxima de $4000\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, velocidad de enfriamiento máxima de $2500\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, velocidad de deformación de 0.01 a $125\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ y capaz de emplear atmósfera inerte, vacío o aire. La adquisición de los datos se hizo mediante el software DIL805 WinTA 10.0® de la marca BAHR Thermoanalyse GmbH®. El procesamiento y análisis de los datos adquiridos se hizo mediante el software Origin 8.0®, donde se pudo determinar el inicio (P_s) y fin (P_f) de la precipitación empleando el método de las tangentes [151]. El método considera el punto de inicio de la precipitación (P_s) el sitio donde se localiza la desviación de la tendencia del ablandamiento en el ensayo, y el fin de la precipitación (P_f) donde se retoma de nuevo la tendencia de ablandamiento (Anexo A.2).

El ciclo térmico de los ensayos de relajación de esfuerzos, se diseñó bajo el siguiente esquema: (i) Calentar las probetas hasta 1200°C para buscar solubilizar la mayor cantidad de precipitados, (ii) Se estableció un tiempo de permanencia de 5 minutos para homogeneizar la temperatura en toda la muestra, (iii) Se llevó la pieza hasta la temperatura de trabajo con una velocidad de enfriamiento de $50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, (iv) Se dio un tiempo de permanencia de 2 minutos para homogeneizar a la temperatura de ensayo, (v) Se aplicó una deformación mínima del 0.5% a una velocidad de deformación de 0.1 s^{-1} , para inducir la precipitación en el material, (vi) Posterior a estos pasos, se mantuvo la carga durante 60 a 120 minutos dependiendo de la temperatura de ensayo para determinar la relajación de esfuerzos, (vii) Una vez concluido el tiempo de ensayo, la probeta se templó a razón de $50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ hasta alcanzar la temperatura ambiente.

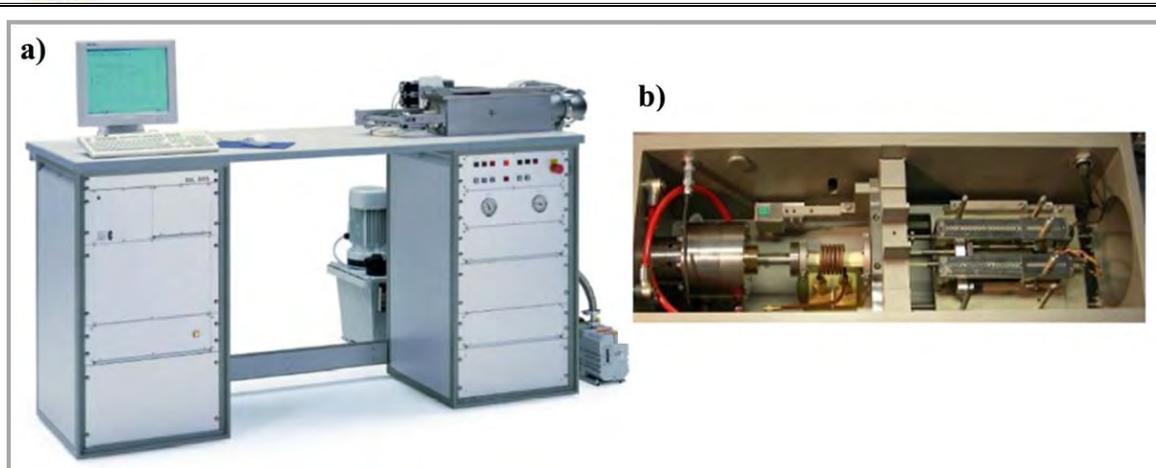


Figura 2.4. a) Dilatómetro Bahr® DIL 805 A/D, y b) Cámara de ensayos.

2.7. La técnica de difracción de electrones retro-dispersados (MEB-EBSD).

Los análisis por MEB-EBSD se realizaron en un microscopio electrónico barrido de emisión de campo (MEB de emisión de campo) Carl Zeiss® Gemini Ultra Plus equipado con detector de energía dispersiva de rayos-X y EBSD. De cada una de las muestras deformadas en caliente se analizó una superficie de 1 mm x 1 mm con pasos de 4 μm , lo que permitió obtener mallados de 250 x 200 píxeles. El procesamiento de los datos obtenidos se realizó con ayuda del software Channel 5® (HKL Technology®) para determinar: tamaño de grano austenítico (TGA), contraste de banda (CB), límites de grano (LG), sitios coincidentes de red (SCR), fracción recristalizada (FR), figuras inversas de polos (FIP) y las funciones de distribución de orientaciones (FDO), “texturas” (Anexo A.3).

2.8. Preparación metalográfica.

El análisis de las microestructuras provenientes de las diferentes etapas de la investigación se realizó mediante microscopía óptica (MO) y algunas otras se complementaron con microscopía de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET). Sin embargo, el ataque químico para las diferentes condiciones requirió de modificar algunas variables como se describe a continuación:



- a) En todos los casos se emplearon las técnicas convencionales de desbaste con lija de SiC de diferentes granulometrías según la Federación Europea de Productores de Abrasivos (FEPA): 180 (69 μm), 220 (58 μm), 320 (29.2 \pm 1.5 μm), 400 (17.3 \pm 1 μm), 600 (9.3 \pm 1 μm), 800 (6.5 \pm 1 μm), 1200 (3.0 \pm 0.5 μm) y 2500 (1 \pm 0.3 μm).
- b) El procedimiento de pulido se realizó en paño Microcloth® con pastas de diamante de 9, 6, 3, 1 y 0.25 μm . Es importante mencionar que durante el pulido es necesario controlar la velocidad media del plato con el paño y ejercer una presión adecuada sobre la muestra. El movimiento de pulido se realizó haciendo giros suaves sobre la muestra para evitar el rayado y las llamadas “colas de cometa”.
- c) Para revelar la estructura dendrítica se empleó una solución de Nital al 10% de concentración (Nital-10) a temperatura ambiente y tiempos de inmersión de hasta 2 min. El enjuague se hizo con agua destilada, etanol y secado con aire caliente. Sin embargo, se requirió un segundo repulido en paño con pasta de diamante de 0.25 μm durante cinco minutos. Posteriormente, se re-atacó el acero con la misma solución de Nital-10 durante 1 min. Adicionalmente se realizaron mapeos de composiciones y perfiles de concentración de elementos para determinar los grados de segregación de los elementos aleantes y microaleantes. Dicho análisis se realizó en un microscopio electrónico de barrido JEOL® (modelo: JSM-6400, con magnificaciones: 300,000X y resoluciones de 4nm a 35 kV y 8mm Wd) del IIM-UMSNH.
- d) La condición de homogeneizado se hizo bajo el mismo procedimiento para la condición de colada.
- e) Para la condición de laminado, se empleó un ataque químico con la solución de Nital-10 en caliente (40°C), con tiempos de inmersión de 40 a 50 s.
- f) Para la condición de solubilización, el desbaste y pulido requirieron más control de los parámetros, como son la velocidad del disco del equipo (<250 rpm), la presión ejercida manualmente sobre la muestra (carga moderada) y los movimientos transmitidos a la muestra. Fue necesario repetir el procedimiento de pulido y ataque con Nital-5 en caliente (70°C) por inmersión hasta en tres ocasiones, donde el tiempo de inmersión en cada caso no debió exceder los 90 s. A fin de revelar adecuadamente la microestructura.



- g) Para la condición de deformación en frío y caliente, el ataque químico se hizo con Nital-10 a temperatura ambiente y tiempos de inmersión de 60 segundos, enjuague a chorro directo de agua destilada y secadas con un flujo de aire tibio.
- h) Para las muestras deformadas en caliente que se caracterizaron mediante MEB de emisión de campo con EBSD, se requirió en la etapa final de pulido emplear una solución de sílica coloidal con granulometría de $0.05 \mu\text{m}$ durante 1 h a velocidad y presión constantes (200 rpm - 150 N/m^2). Esta etapa no requirió ataque químico.
- i) A fin de verificar las fases presentes en las condiciones de colada, solubilización y deformación en frío, se realizaron análisis de difracción de rayos-X empleando radiación $\text{CuK}\alpha$ con velocidades de muestreo de $0.02 \text{ }^\circ\text{s}^{-1}$ en el rango 2θ de 30° a 120° .
- j) Las muestras empleadas en los ensayos de relajación de esfuerzos por dilatometría para la determinación de las curvas PTT, se prepararon para ser analizadas por MET. Se empleó la técnica de réplica de carbono a fin de poder extraer los precipitados presentes en cada acero TWIP. La preparación se hizo con las técnicas de desbaste y pulido descritas en los incisos (a) y (b). Al término de éstas etapas, las muestras fueron atacadas con Nital-5 durante 60 s, con la intención de remover material de la matriz para dejar expuestos los precipitados. Se hizo un depósito de C de 5 a $10 \mu\text{m}$ sobre las superficies en un vaporizador. En la superficie de la muestra se realizó un mallado de 3 mm de lado con un cortador afilado y a continuación se procedió a realizar un segundo ataque con Nital-10 durante 90 s. Inmediatamente después, la muestra se sumergió en agua destilada, cuidando de que el ángulo de entrada de la muestra al recipiente con agua fuera de 45° , a fin de que la tensión superficial separara las capas de carbono y extrajera las partículas precipitadas. Las capas de C flotando en el agua fueron recogidas con rejillas de Cu de 3 mm de diámetro para muestras de MET, se secaron y llevaron al microscopio para su análisis.

2.9. Los ensayos de dureza.

Los valores de macrodureza de las muestras en las diferentes etapas, se obtuvieron en un microdurómetro Struers® Duramin-5 empleando la escala Vickers con una carga de 10 kgf (HV10). Se hicieron diez indentaciones en cada muestra para obtener un valor



promedio. En dichos ensayos se consideraron los criterios estipulados por la norma ASTM E384 [152].

2.10. La energía de activación para la deformación en caliente (Q_{HW}).

La estimación de la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}) de los aceros TWIP se hizo empleando las metodologías previamente propuestas en la literatura técnico-científica. Se calculó empleando la metodología propuesta por Sellars y McTegart [146], la cual se basa en el ajuste de una ecuación de seno hiperbólico para el esfuerzo de pico según se describe en el Anexo A.4. Los resultados fueron comparados con los obtenidos por otros autores en aceros con alto contenido de Mn.

2.11. La modelación matemática del comportamiento de fluencia en caliente.

La modelación matemática se hizo tomando en consideración las tres etapas características de las curvas de fluencia en caliente esfuerzo-deformación verdaderas (Anexo A.5). La etapa I se relacionó con la evolución de la densidad de dislocaciones generadas durante la deformación en caliente. El modelo empleado se basa en el balance entre las dislocaciones generadas y las almacenadas, incluyendo aquellas que se redistribuyen y se aniquilan en el proceso (mecanismo de recuperación dinámica). El modelo incluyó dos términos característicos para el endurecimiento ($(\alpha'b)2U$) y para el ablandamiento (Ω). Ambos parámetros fueron determinados empleando el modelo de Estrin, Mecking y Bergström [153 - 154] como una función del parámetro de Zener-Hollomon (Z).

La etapa II que inicia desde el esfuerzo de pico hasta el primer valor del esfuerzo de estado estable y representa el progreso de la recristalización dinámica, se modeló empleando la ecuación propuesta por Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami (KJMA) [155-159]. La ecuación supone que el mecanismo de ablandamiento es proporcional a la fracción del volumen recristalizado (X). La ecuación de Avrami establece una dependencia entre los valores n , k y $t_{50\%}$. Para calcular esos parámetros fue necesario aplicar un doble logaritmo, y



obtener la relación $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{(1-X)}\right)\right)$ vs. $\ln\left(\frac{\varepsilon-\varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right)$ tomando en cuenta los valores experimentales entre σ_p y σ_{ss} .

Finalmente, la etapa III que predice el comportamiento de estado estable y el esfuerzo de pico se modeló usando el modelo de Sellars y Tegart [160], el cual fue corregido por Cabrera *et al.* [103] como una función del Módulo de Young dependiente de la temperatura. La modelación de esta etapa relacionó el esfuerzo de pico (σ_p) y el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) con la temperatura y la velocidad de deformación. En este procedimiento se introdujeron los valores de la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}) según se describió en el apartado 2.10, la cual también fue requerida para las etapas de la modelización.



Capítulo 3 Resultados y discusión.

3.1. Fabricación de los aceros TWIP microaleados.

Los cinco aceros TWIP (Fe-C-Mn-Al-Si) microaleados con B, Nb, V, Ti y el de referencia sin microaleaar arrojaron las composiciones químicas indicadas en la Tabla 3-I. De los valores se aprecia que la composición base entre los cinco elementos de aleación (Fe-C-Mn-Al-Si) es muy cercana y para el caso de los microaleantes se muestra el grado de retención en orden creciente B, Nb, V y Ti que se consiguió en el horno de inducción abierto, tomando en consideración que la composición estimada del microaleante fue de 0.2% en peso.

Tabla 3-I. Composición química final de los aceros TWIP (% en peso).

Acero TWIP	Elementos (% en peso)									
	C	Mn	Al	Si	B	Nb	V	Ti	N	Fe
TW-NM	0.41	21.2	1.5	1.5	-----	-----	-----	-----	0.012	Bal.
TW-B	0.43	22.4	1.5	1.4	0.011	-----	-----	-----	0.019	Bal.
TW-Nb	0.40	22.4	1.6	1.4	-----	0.06	-----	-----	0.015	Bal.
TW-V	0.43	22.5	1.6	1.4	-----	-----	0.12	-----	0.013	Bal.
TW-Ti	0.40	22.3	1.6	1.4	-----	-----	-----	0.18	0.007	Bal.

3.2. Predicción de fases presentes en los aceros TWIP microaleados.

Una vez obtenida la composición química real de los cinco aceros TWIP fabricados, se procedió a obtener las isopletras (líneas que unen puntos de igual valor en un mapa temático, en este caso de composición química) para cada uno de ellos. La Figura 3.1 compila los compuestos precipitados presentes para los cinco aceros. La temperatura de líquidus (1400°C) es la misma para los cinco aceros, sin embargo la línea de sólidos para el caso del TW-B se desplaza a una temperatura menor entre 1180 y 1200°C, lo cual produce una ampliación de la zona bifásica a temperatura elevada haciendo que su temperatura de conformado disminuya. Se aprecia la formación de carburo de Fe, cementita (Fe₃C) a 780°C. Para el caso del acero TW-B, se predice la formación de BN solo en un pequeño intervalo de temperatura entre 1050 y 1150°C. Por debajo de éste rango sucede la



formación del boruro tipo Fe_2B , haciéndose estable por debajo de $700^\circ C$. En el acero TW-Nb se predice la formación de NbC , a partir de $1310^\circ C$ en la zona sólido-líquido, y por debajo de la temperatura de sólidos ($\sim 1280^\circ C$) comienza la precipitación de esos carburos en estado sólido hasta hacerse estables abajo de $1000^\circ C$.

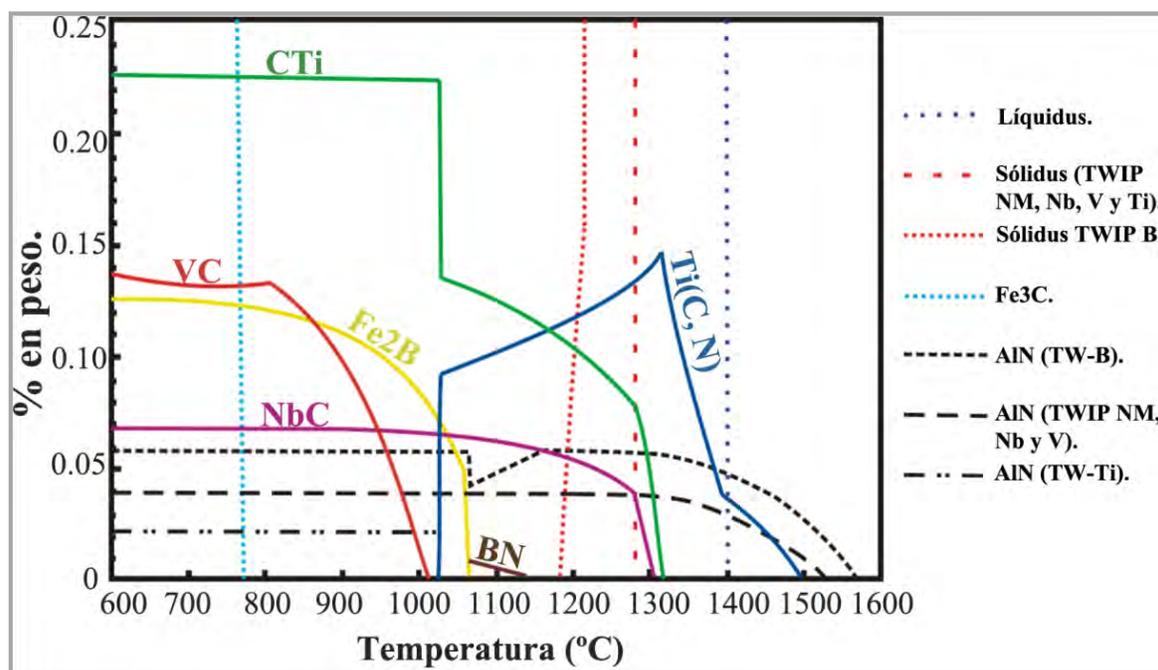


Figura 3.1. Diagramas predictivos de los compuestos precipitados presentes para los aceros TWIP (Fe-0.4C-20Mn-1.5Al-1.5Si) microaleados con 0.011B, 0.06Nb, 0.12V y 0.18Ti % en peso.

Para el acero TW-V se predice la formación de VC, a partir de $\sim 1020^\circ C$. Esta aleación permite un rango de temperatura considerablemente amplio para solubilizar o en caso contrario precipitar al VC, comenzando desde $810^\circ C$ y terminando a $1020^\circ C$, muy por debajo de la temperatura de sólidos ($\sim 1280^\circ C$). En el acero TW-Ti, se pudo apreciar que existe la formación de $Ti(C, N)$ desde el estado líquido por encima de $1500^\circ C$ y a medida que el acero se enfría aumenta su contenido linealmente hasta la temperatura de $\sim 1329^\circ C$, a partir de ahí comienza a descender el contenido del carbonitruro dando comienzo a su vez a la formación de TiC . Aproximadamente a $1180^\circ C$ aparece el punto de equilibrio entre la cantidad presente de TiC y $Ti(C, N)$, aproximadamente en 0.12 % en peso. A $1030^\circ C$ el $Ti(C, N)$ disuelve súbitamente dando paso a la presencia de AIN , enriqueciendo el TiC y



haciéndolo estable a partir de esa temperatura. La temperatura de trabajo ideal para equilibrar la presencia de los carburos y carbonitruros de Ti está dada a 1180°C. Por arriba de esta temperatura y antes de llegar a la temperatura de sólidos (~1285°C) hay un aumento en el Ti(C, N) y una disminución simultánea de TiC.

Lo más notable de las isopletras obtenidas es que la presencia del AlN proviene desde el estado líquido debido a que se tiene gran captación y afinidad por el N presente en la atmósfera. En el caso del acero TW-B se aprecia una mayor afinidad por el N, alcanzando 0.06 % en peso de AlN justo por debajo de la temperatura de sólidos. Para el caso de los aceros TW-NM, TW-Nb y TW-V la afinidad por el N disminuye ligeramente alcanzando 0.04 % en peso, mientras que para el TW-Ti, presenta la menor captación con 0.025 % en peso de AlN. Estos diagramas permitieron predecir las fases y compuestos generados durante la fabricación y procesamiento de los aceros TWIP, así como estimar las temperaturas a las cuales los elementos microaleantes precipitan o disuelven.

3.3. Condición de colada de los aceros TWIP.

De manera general los cinco aceros TWIP exhiben el mismo patrón de solidificación con las tres zonas típicas de solidificación: chill, columnar y de granos equiaxiales. La Figura 3.2, muestra las zonas columnares que fueron caracterizadas de las mismas regiones de los lingotes de cada acero TWIP. El acero TW-NM de la Figura 3.2(a) muestra varias orientaciones de las dendritas, así como heterogeneidades en los tamaños de las dendritas primarias de esta zona columnar. El acero TW-B de la Figura 3.2(b) muestra una gran cantidad de inclusiones tipo óxido distribuidas aleatoriamente en la matriz y dendritas primarias de tamaño considerablemente grande (~1950 μm), según se corrobora en la Figura 3.2(f). Las variaciones en el tamaño de las dendritas en algunas regiones de la zona columnar son debidas a la dirección de la extracción de calor, la cual es preferentemente orientada hacia las paredes del molde, a la segregación de los solutos (elementos aleantes y microaleantes) hacia las fronteras dendríticas y a la velocidad de enfriamiento presente en la zona columnar, ya que al aumentar ésta, se incrementa el grado de subenfriamiento y a su vez se produce un refinamiento en el tamaño de grano dendrítico.



En los aceros microaleados con Nb, V y Ti de las Figuras. 3.2(c, d y e), se aprecian estructuras más refinadas, es decir, con longitudes de los ejes primarios dendríticos menores al del acero TW-NM, siendo la más significativa la del TW-Nb con longitudes promedios de los brazos de $\sim 25 \mu\text{m}$.

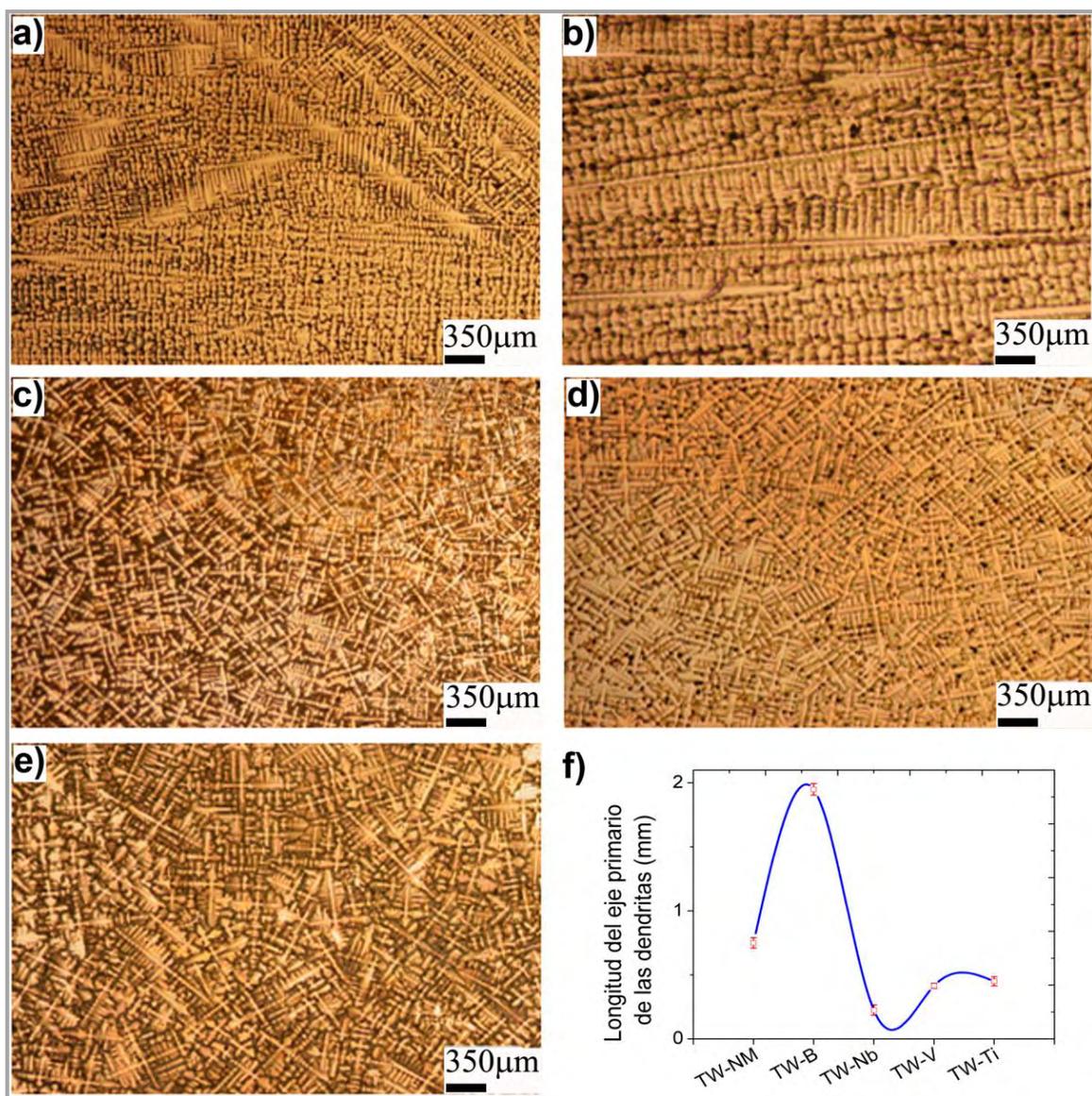


Figura 3.2. Microestructuras en condición de colada de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti y f) Tamaños de los ejes dendríticos primarios de la zona columnar.



Sasaki *et al.* [161] han reportado que la formación de estructuras dendríticas equiaxiales debido a los elementos microaleantes es ocasionada por la ampliación de la región de sobre-enfriamiento constitucional debido a la segregación de solutos hacia las dendritas primarias y debido a la acción de las partículas finas actuando como sitios de nucleación para las dendritas equiaxiales. Por otro lado, los altos gradientes térmicos en la interfase sólida-líquida producen fuertes movimientos convectivos del líquido hacia el sólido, lo cual produce un mayor refinamiento.

La Figura 3.3(a) muestra los mapas de segregación obtenidos en MEB de los aceros TWIP, los cuales indican que los elementos aleantes presentes se encuentran segregados alrededor de las ramas principales de las dendritas debido al rechazo de soluto durante el enfriamiento. En la Figura 3.3(d) se aprecia una segregación positiva del Mn hacia las zonas austeníticas localizadas en la región interdendrítica. En estas mismas zonas se encuentra más segregado el C, junto con la presencia del Al y Si, como se muestra en las Figuras 3.3(c, e y f). En la Figura 3.3(e) se aprecia al Al (zonas verde claro) distribuido más aleatoriamente en las zonas interdendríticas en comparación al Si (zonas azules) de la Figura 3.3(f), esto a pesar de que ambos tienen coeficientes de partición o distribución cercanos a 0.9 [162].

Mayr *et al.* [163] han indicado que en el sistema Mn-Al, el aumento de Al produce una patrón de solidificación primario al interior de los brazos dendríticos. De la Figura 3.3(e) se observa que el Al se localiza como partículas precipitadas con tamaños aproximados de 2–10 μm . La segregación del Mn, Al y Si, así como el subsecuente crecimiento de partículas coherentes en la matriz ocurre en su mayoría en zonas con mayor concentración de Al y C. Es importante remarcar que este tipo de segregación podría ser modificada pero no eliminada totalmente durante el tratamiento termomecánico.

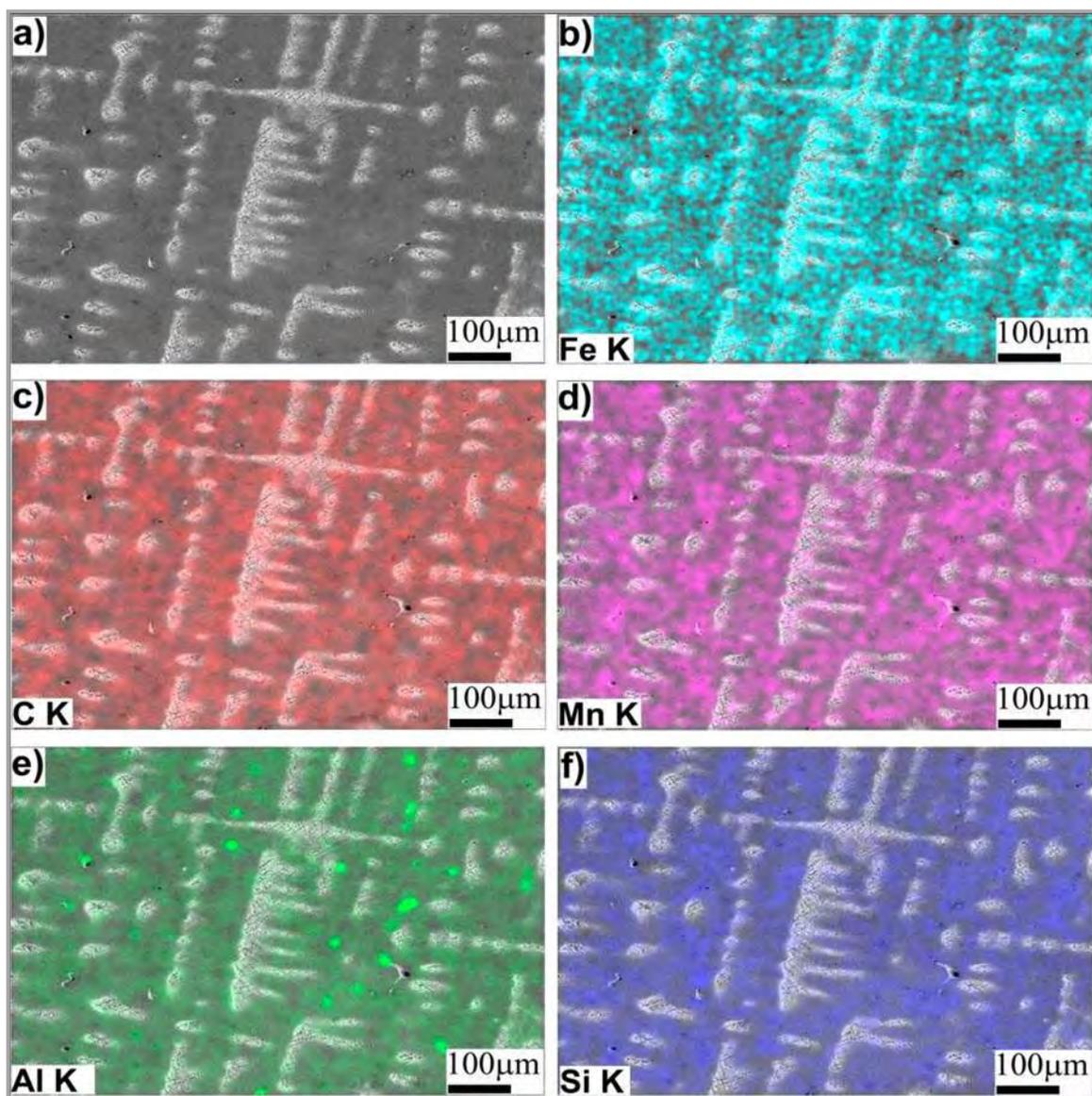


Figura 3.3. Mapas de segregación (MS) de los aceros TWIP en condición de colada: a) Patrón de solidificación del acero TW-NM, b) MS del Fe, c) MS del C, d) MS del Mn, e) MS del Al y f) MS del Si.

Los elementos microaleantes detectados en los mapas de segregación de la Figura 3.4 se encuentran segregados en las regiones interdendríticas y algunas como partículas precipitadas dispersas, las cuales se encuentran también en forma de carburos debido a la gran afinidad con el C. Las segregaciones de B [161, 164], Fig. 3.4(a), NbC [165-167], Fig. 3.4(b), VC [168-172], Fig. 3.4(c), y TiC ó Ti(C, N) [161, 164, 173 - 174], Fig. 3.4(d), localizadas en las zonas inter-dendríticas pueden actuar como sitios de recrystalización y



anclar los límites de grano, previniendo el crecimiento durante el recalentamiento o el tratamiento termomecánico. Las Figuras 3.4(b y c) muestran las partículas precipitadas obtenidas de NbC y VC, con tamaños aproximados de 1–2 μm para el NbC y de 3–5 μm para el VC.

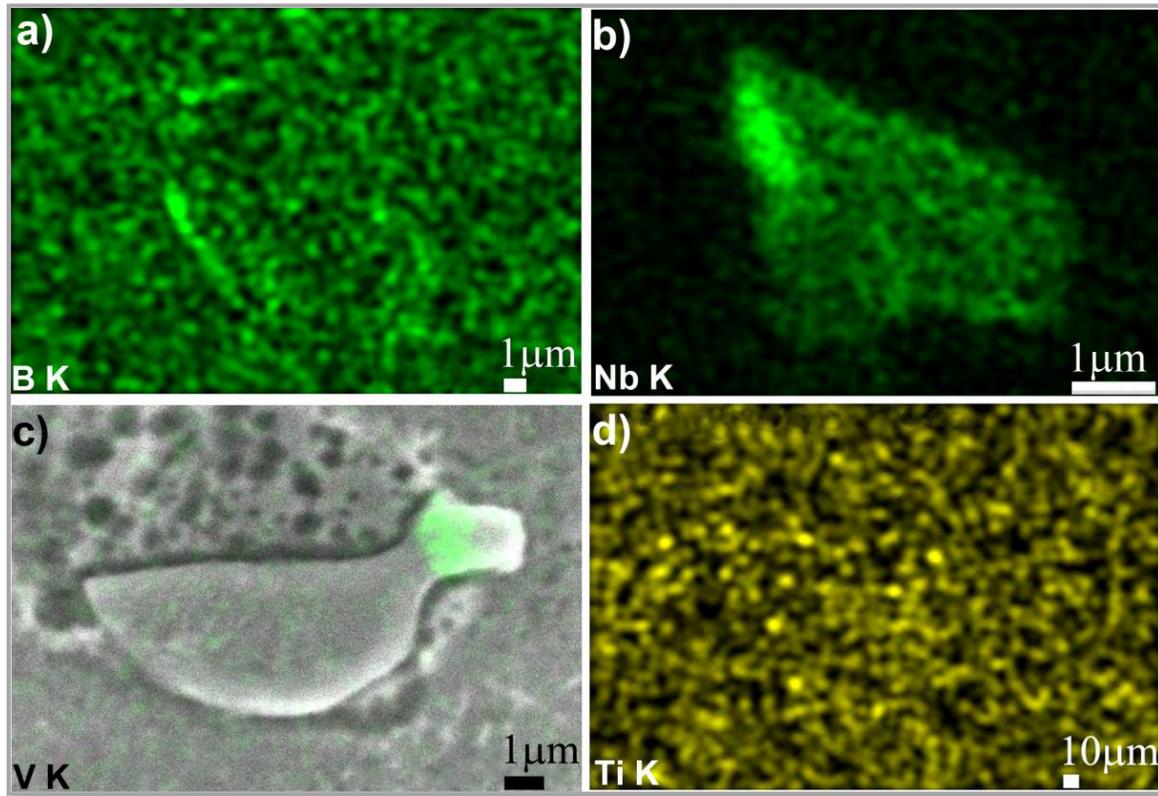


Figura 3.4. Mapas de segregación de los aceros TWIP en condición de colada: a) Acero TW-B, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.

3.4. El tratamiento térmico de homogeneización.

El tratamiento térmico de homogeneización produjo microestructuras diferentes en cada uno de los aceros TWIP microaleados. Para el acero TW-NM se obtuvo un tamaño de grano heterogéneo y límites de grano irregulares (escalonados), como se muestra en la Figura 3.5(a), donde se aprecian granos alargados remanentes del patrón de solidificación dendrítico, causado además por la baja difusividad del Mn en el Fe.



Para poder obtener un mayor grado de homogeneización es necesario prolongar el tiempo de permanencia durante el tratamiento térmico a fin de disolver las heterogeneidades químicas y segregación causadas por el Mn, Al y Si. La Figura 3.5(b) muestra la microestructura homogeneizada del acero TW-B con un tamaño de grano promedio de 275 μm , menor al tamaño de grano del acero TW-NM con 425 μm . Lo anterior indica que la presencia del B disminuyó el crecimiento de grano austenítico en tales condiciones de homogeneizado, *i.e.* las partículas segregadas de B localizadas en las regiones interdendríticas fueron efectivas al anclar los límites de grano durante el tratamiento térmico.

El acero TW-Nb de la Figura 3.5(c) muestra el menor tamaño de grano homogeneizado (105 μm) del grupo de aceros, lo cual evidencia el claro efecto que producen los precipitados de Nb sobre el anclaje de los límites de grano. En trabajos previos, Haddrill *et al.* [167] y Hee *et al.* [166] han determinado que la precipitación densa de partículas de NbC y Nb(C, N) en la matriz austenítica ocurre durante el tratamiento térmico a alta temperatura, favorecida por la presencia de los defectos cristalinos (vacancias y dislocaciones), pero cuando existe coherencia entre los precipitados y la matriz austenítica puede ocasionar que no exista precipitación en la matriz sin la ayuda de tales defectos [175]. Kim *et al.* [6] han concluido que el Nb es más efectivo que el V sobre el efecto de endurecimiento por precipitación durante la laminación en caliente.

El tamaño de grano homogeneizado conseguido para el acero TW-V fue de 244 μm , como se aprecia en la Figura 3.5(f). Sin embargo, en partículas finas estables de VC al aumentar su energía límite en las interfases se puede producir su inestabilidad [176]. Como resultado, las partículas finas precipitadas son disueltas cuando se efectúa el tratamiento de homogeneizado, lo cual produce una disminución en la saturación de las partículas de VC en la matriz austenítica recristalizada, permitiendo el aumento del tamaño de grano austenítico [172]. Lo anterior se corrobora con las predicciones de formación de compuestos de la Figura 3.1, donde se aprecia que las partículas de VC se disuelven por arriba de 1000°C.

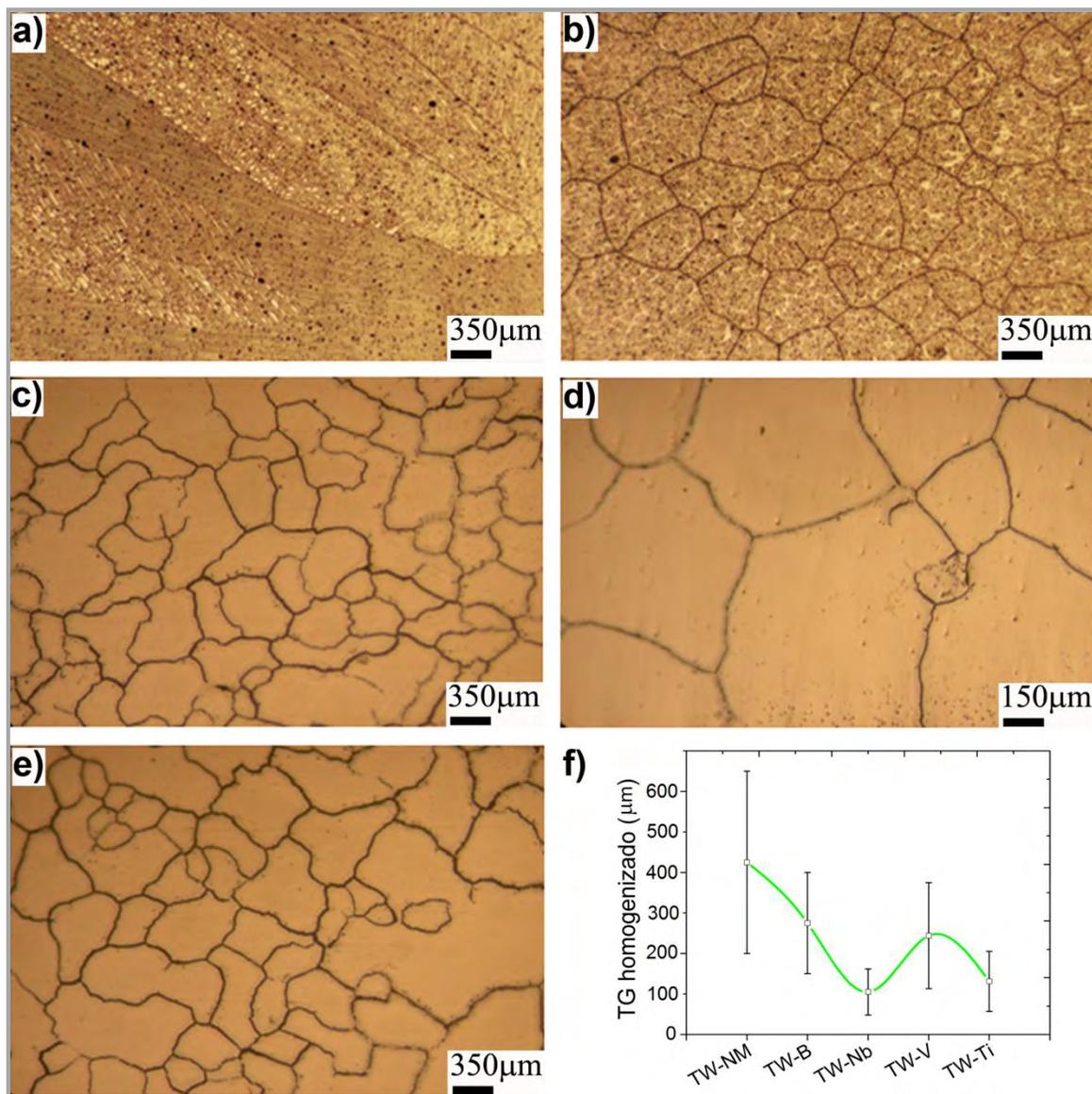


Figura 3.5. Microestructuras de los aceros TWIP en condición de homogeneizado a 1200°C durante 5 h: a) Acero TW–NM, b) Acero TW–B, c) Acero TW–Nb, d) Acero TW–V, e) Acero TW–Ti, y f) Tamaño de grano austenítico promedio.

Para el caso del acero TW-Ti, existe la presencia de partículas precipitadas de TiC y Ti(C, N), las cuales son las responsables del anclaje de los límites de grano, tal como se muestra en la Figura 3.1. Por otro lado, la migración de nuevos granos recristalizados es inhibida por las partículas precipitadas localizadas en las posiciones inter-dendríticas de la estructura de colada, retardando el crecimiento de grano aún con tiempos de permanencia prolongados o a elevadas temperaturas, tal como lo han reportado Sasaki *et al.* [164].



Adicionalmente, los altos contenidos de Ti en el acero TWIP permiten un mayor refinamiento de grano. Sin embargo, las concentraciones altas de carburos pueden modificar las secuencias de apilamiento atómico y aumentar los defectos volumétricos, lo que produce un aumento en la EFA del acero TWIP. Finalmente, se concluye que los mejores refinamientos en la condición de homogeneizado se consiguen ante la presencia de Ti y Nb, aunque no se debe descartar el efecto que ocasiona la presencia de partículas de AlN en la matriz austenítica como un posible refinador adicional del tamaño de grano. Sin embargo, esta apreciación es la misma para los cinco aceros fabricados, ya que la composición química base, las condiciones de fabricación y el procesamiento fueron los mismos.

3.5. El tratamiento termomecánico de laminación.

Durante la etapa de laminación en caliente, cada uno de los aceros TWIP también presentó diferente comportamiento a la deformación. El más crítico fue el acero TWIP-B cuya adherencia al rodillo de laminación se hizo presente desde la octava de quince pasadas aplicadas. En pasadas posteriores resultó más complicado recuperar la planicidad de las piezas, aún cuando se giraba y/o volteaba la pieza para no regresarla en la misma dirección, lo cual es un indicativo de la alta ductilidad en caliente que proporciona el B presente en la matriz austenítica en el intervalo de temperatura empleado (1150-850°C). El acero TWIP-NM mostró un comportamiento parecido aunque en menor grado. Sin embargo los aceros microaleados con Nb, V y Ti, básicamente no presentaron dificultad de procesamiento ni excesiva ductilidad durante su laminación. Las micrografías de la Figura 3.6 muestran las condiciones microestructurales obtenidas después de la laminación para los cinco aceros TWIP. En las micrografías se aprecian granos columnares heterogéneos y excesivamente crecidos rodeados de líneas de granos de austenita más finos conglomerados (efecto de collar) que indican el sentido de laminación, además de que se alcanzan a apreciar las líneas de segregación que también se orientan en dirección de la laminación. En el caso del acero TW-B se aprecian granos heterogéneos y alargados en dirección de la laminación, además de que se hace evidente el efecto de collar de granos nuevos recristalizados



alrededor de éstos. Lo anterior es un claro indicio de que la presencia de los microaleantes en mayor o menor medida favorece la recristalización dinámica durante el laminado de los aceros TWIP para el intervalo de temperaturas empleado (1150 a 850°C).

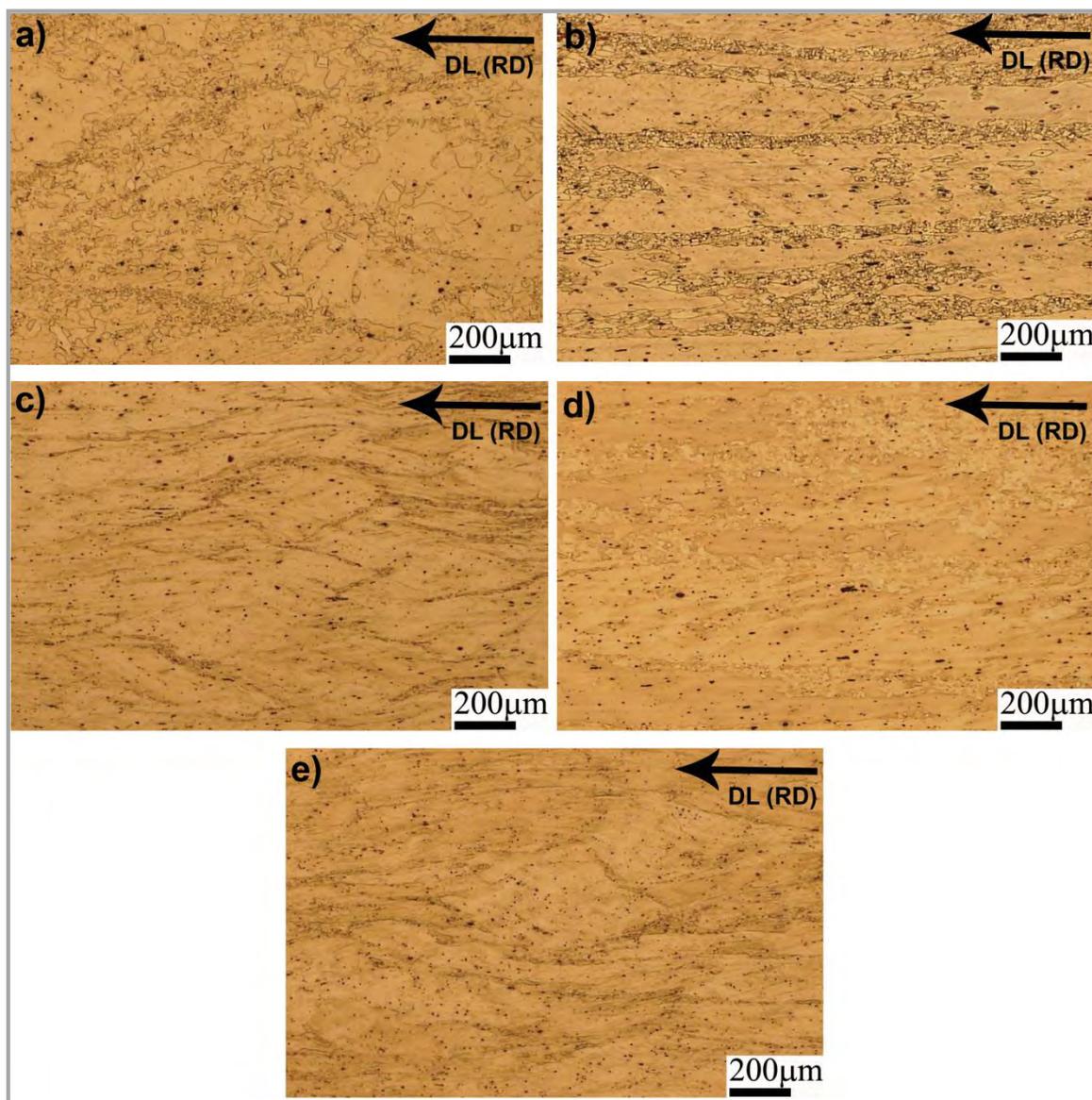


Figura 3.6. Micrografías de los aceros TWIP en condición de laminado, enfriadas en aire a T_{amb} y con relevado de esfuerzos a 450°C por 4h: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-Nb y e) Acero TW-Ti.



3.6. El tratamiento térmico de solubilización.

El tratamiento térmico de solubilización se realizó a cuatro temperaturas (1100, 1150, 1200 y 1250°C) a fin de evaluar el grado de solubilización y homogeneización posible en los aceros TWIP microaleados. Adicionalmente, sirvió para estimar el comportamiento de crecimiento de grano austenítico como una función de la temperatura. La estimación de estas temperaturas se hizo de acuerdo al análisis predictivo de los compuestos precipitados que podían existir con la composición química final de estos aceros. Según se analizó en la Figura 3.1 del presente capítulo, en este intervalo de temperatura los precipitados de los aceros TW-B, TW-Nb y TW-V alcanzan una solubilidad completa, no así el acero TW-Ti cuyos carburos y carbonitruros están presentes desde el estado líquido, junto con el AlN para todos los aceros analizados.

Del recocido de solubilización se obtuvieron las micrografías de la Figura 3.7. En ellas se aprecian granos austeníticos más homogéneos para cada uno de los aceros. El efecto de refinamiento aportado por la presencia de los elementos microaleantes se hace más evidente al analizar los tamaños de grano graficados en la Figura 3.7(f).

Sin embargo, de lo anterior se desprende que el acero TW-B fue el que menor restricción tuvo en el crecimiento de grano, mostrando un crecimiento prácticamente lineal en el intervalo de temperaturas analizado. Según los diagramas predictivos de Fact-Sage® de la Figura 3.1, la línea de sólidos para el TW-B se recorre hacia la izquierda (~1180°C), lo cual hace llevarlo hasta una zona sólido-líquida durante el recocido. De manera contundente se aprecia que el Ti produce el mayor refinamiento del grano austenítico, al mantener hasta la temperatura de 1250°C los tamaños de grano menores. A partir de esta temperatura la proporción de crecimiento se iguala con los aceros TW-NM y TW-B. A 1250°C el tamaño de grano del acero TW-Ti prácticamente se iguala con los de los aceros TW-Nb y TW-V. Para los aceros TW-NM, TW-Nb y TW-V se aprecia una clara meseta o “plateau” en el intervalo de temperaturas de 1150 a 1200°C, lo cual es un indicativo de la restricción al crecimiento de grano que producen los compuestos precipitados AlN, NbC y



VC. En todos los aceros de la Figura 3.7, se nota la presencia de maclas de recocido generadas durante la recrystalización en la etapa de solubilización.

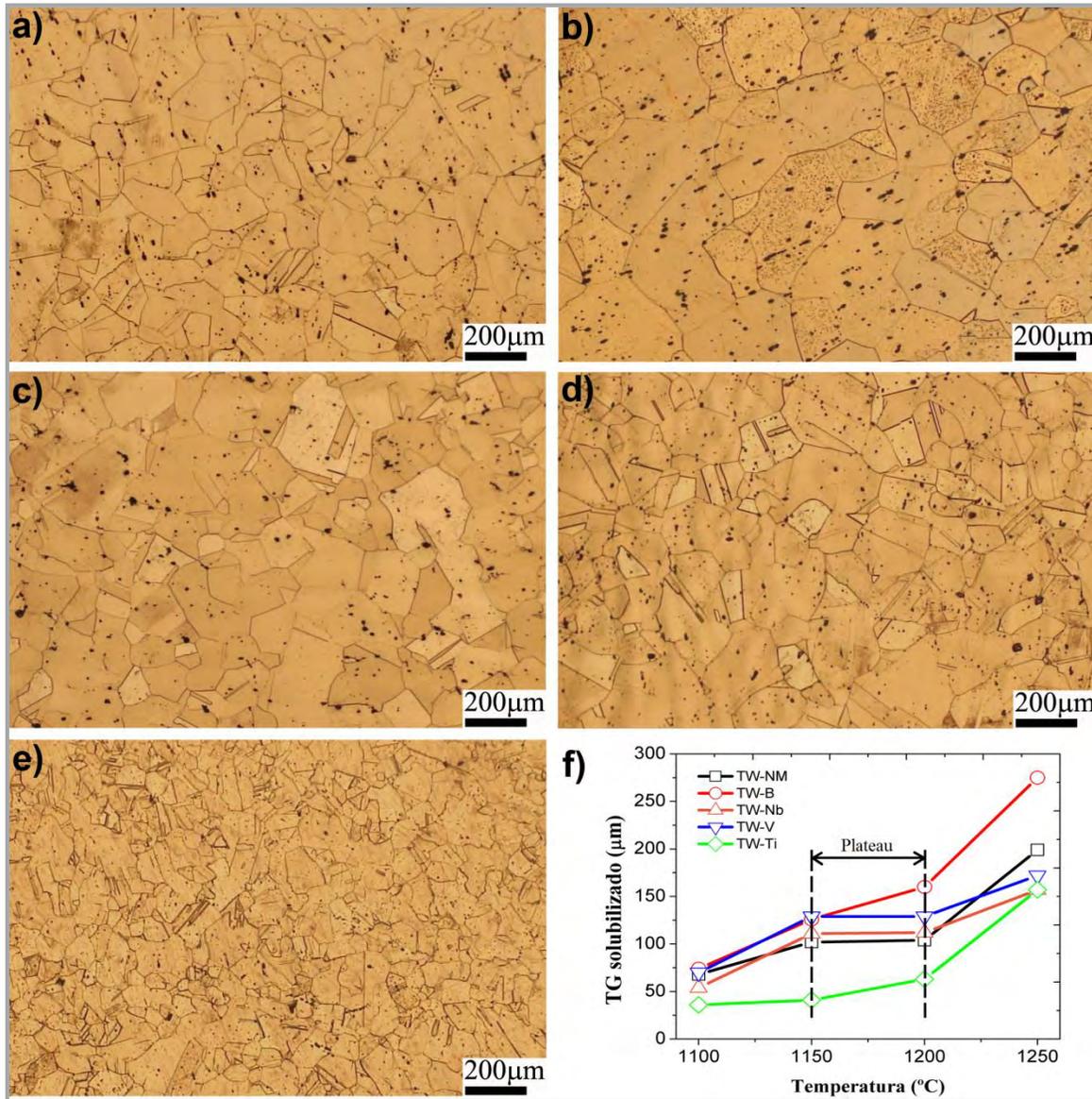


Figura 3.7. Micrografías de los aceros TWIP en condición de solubilización a 1200°C y permanencia de 1 h por cada 25.4 mm (1 plg): a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti y f) Tamaño de grano austenítico solubilizado a 1100, 1150, 1200 y 1250°C.



3.7. La deformación en frío de los aceros TWIP.

De acuerdo a los ensayos de tracción uniaxial realizados a temperatura ambiente de los aceros TWIP analizados en condición de solubilización, se obtuvieron las curvas σ_i vs. ε_i ingenieriles, Figura 3.8(a), y las curvas σ_i vs. ε_i verdaderas, Figura 3.8(b). De las curvas se aprecia que los aceros TW-NM y TW-V presentan la mayor resistencia a la tracción ingenieril ($\sigma_i \sim 800$ MPa) y verdadera ($\sigma_i \sim 1400$ MPa), seguidos por el TW-Nb y TW-Ti ($\sigma_i \sim 750$ y $\sigma_i \sim 1300$ MPa), y finalmente el TW-B ($\sigma_i \sim 700$ y $\sigma_i \sim 1100$ MPa) como un caso disperso por la disminución en ductilidad en frío que produce sobre la estructura austenítica. Sin embargo, a pesar de que el B disminuyó la ductilidad del acero TWIP a temperatura ambiente, fue posible alcanzar el 50% de deformación ingenieril (0.4 deformación verdadera). Es remarcable la máxima elongación alcanzada por los aceros TW-NM y TW-V cercana al 80% en la ruptura.

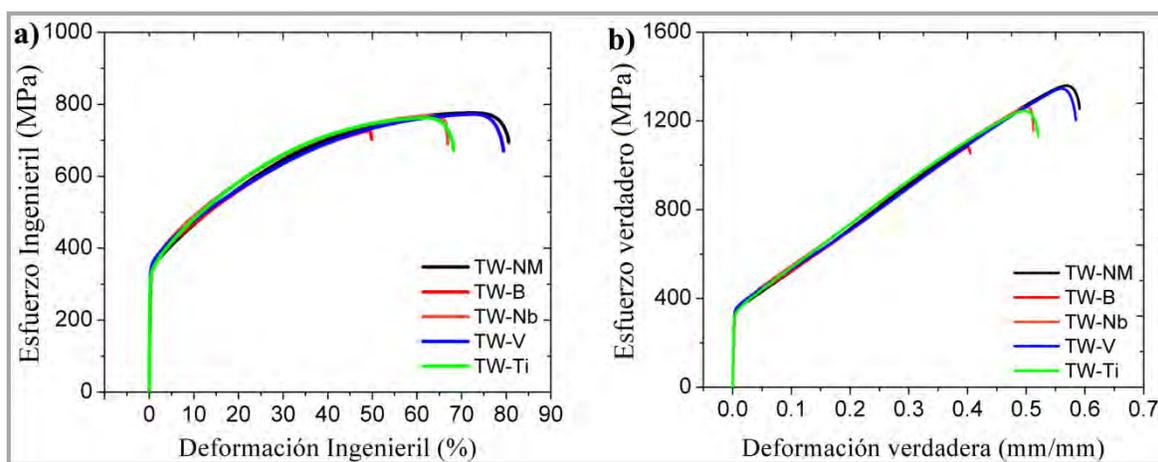


Figura 3.8. a) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles y b) Curvas esfuerzo-deformación verdaderas, de los aceros TWIP microaleados.

3.7.1. El exponente (n) y el coeficiente (k) de endurecimiento por deformación.

Otro aspecto importante durante la etapa de deformación en frío, es la estimación del exponente (n) y coeficiente de resistencia (k) al endurecimiento por deformación, los cuales permiten medir el grado de conformabilidad de un acero especialmente en forma de chapa o lámina a temperatura ambiente. Para tal efecto se emplearon dos métodos de aproximación para obtener dichos valores, el de Hollomon (n_H , k_H) y el Diferencial de



Crussard-Jaoul (n_{C-J} , k_{C-J}) (Anexo A.1). Los valores obtenidos por ambos métodos se resumen en la Tabla 3-II. De forma general, se puede asumir que el modelo de Hollomon permite obtener un buen ajuste de los datos experimentales. Sin embargo, el modelo Diferencial C-J es más sensible a los cambios de pendiente en la zona de deformación plástica uniforme de la curva $\sigma-\varepsilon$ verdaderos, permitiendo una mejor aproximación de los efectos físicos o interacción entre los mecanismos de deformación activos. Lo anterior permitió detectar dos etapas de endurecimiento por deformación en los aceros TWIP, tal como se muestra en los resultados de la Tabla 3-II. Los valores de n_H se ubican en el rango de 0.38 a 0.46 y los valores de n_{C-J} toman valores de 1.03 a 1.08 en una primera etapa de endurecimiento y de 0.61 a 0.92 para la segunda. Algunos investigadores [4, 31, 71-72, 177-180] han podido demostrar que la formación de maclas durante la deformación genera un incremento considerable en el endurecimiento del acero, el cual se debe a la disminución en las distancias libres para el deslizamiento de dislocaciones debido a que los límites de macla actúan como barreras.

Tabla 3-II. Exponente de endurecimiento (n) y Coeficiente de Resistencia (k) al endurecimiento por deformación determinados por los modelos de Hollomon y Diferencial de Crussard-Jaoul (C-J) para los aceros TWIP bajo estudio.

Acero TWIP	Intervalo de deformación uniforme verdadera.	Hollomon.		Intervalo de deformación uniforme verdadera.	Diferencial C-J.		
		n_H	k_H (MPa)		n_{C-J}	k_{C-J} (MPa)	σ_0 (MPa)
NM	0.02-0.52	0.46	1609.6	0.02-0.23	1.08	2093.1	348.7
				0.23-0.52	0.61	2010.0	-56.8
B	0.01-0.38	0.38	1373.6	0.01-0.28	1.08	1980.5	359.2
				0.28-0.38	0.92	1905.3	268.6
Nb	0.02-0.47	0.46	1621.5	0.02-0.20	1.05	2048.9	363.1
				0.20-0.47	0.72	1857.3	148.5
V	0.02-0.50	0.45	1593.6	0.02-0.27	1.10	2046.9	368.6
				0.27-0.50	0.71	1964.7	68.3
Ti	0.01-0.46	0.43	1555.6	0.01-0.15	1.03	2054.0	346.4
				0.15-0.46	0.74	1792.6	186.2

Adicionalmente, esta información es acorde al resultado obtenido mediante el modelo Diferencial C-J, donde se muestran dos etapas significativas del endurecimiento por deformación de los aceros TWIP. El endurecimiento por maclado evoluciona junto con la



deformación en cuatro etapas: (i) Al inicio de la deformación plástica, el deslizamiento de dislocaciones es el mecanismo dominante y n tiende a disminuir; (ii) Una vez alcanzado el esfuerzo necesario para iniciar el mecanismo de maclado, se multiplican las maclas primarias con orientaciones similares que generan un aumento en el valor de n ; (iii) A valores de esfuerzo mayor, se forman maclas secundarias que interceptan a las primarias incrementando el endurecimiento (n). Cuando el maclado secundario ocurre mientras el maclado primario se encuentra activo, ambos mecanismos se interfieren ocasionando una disminución gradual del valor de n [74, 181]; y (iv) El endurecimiento de las maclas primarias inhibe la formación de nuevas maclas produciendo también una disminución de n . Dini *et al.* [74] han analizado y correlacionado con las etapas descritas, los valores de n instantáneo a diferentes porcentajes de deformación en función del tamaño de grano austenítico, concluyendo que n aumenta ($n = 0.206$ a 0.665) a medida que aumentan tanto el tamaño de grano, como el porcentaje de deformación. Adicionalmente, concluyeron que el modelo Diferencial C-J, describe de una mejor manera el endurecimiento por deformación que se produce en los aceros TWIP, puesto que es más sensible a los cambios de pendiente que definen las cuatro etapas de endurecimiento por maclado.

La Figura 3.9 muestra la micrografía del acero TWIP sin microaleante (TW-NM) posterior al ensayo de tracción uniaxial hasta la fractura. Para los aceros TWIP microaleados se observaron microestructuras similares, a diferencia del tamaño de grano austenítico, que en todos casos fue el obtenido del tratamiento térmico de solubilización. Las maclas de recocido mostradas en la Figura 3.9(A) son aisladas y poseen un ancho o separación entre límites considerablemente mayor en comparación a las maclas de deformación, cuya población es más densa al interior de cada grano.

Las maclas de recocido actúan como límites de grano adicionales bloqueando la propagación de las maclas de deformación, y a su vez, crean zonas con diferente orientación de maclado dentro de los granos deformados (región A de la Figura 3.9). Por otro lado, algunos granos muestran diferentes sistemas de maclado activos (región B de la Figura 3.9), tal y como han reportado Soulamy *et al.* [182]. El contraste en colores de



blanco a gris, y las zonas más oscuras de la Figura 3.9 se deben a la evolución de las texturas durante la deformación en frío. Finalmente, existen algunas zonas blancas, las cuales corresponden a austenita libre de maclas (región C en la Figura 3.9).

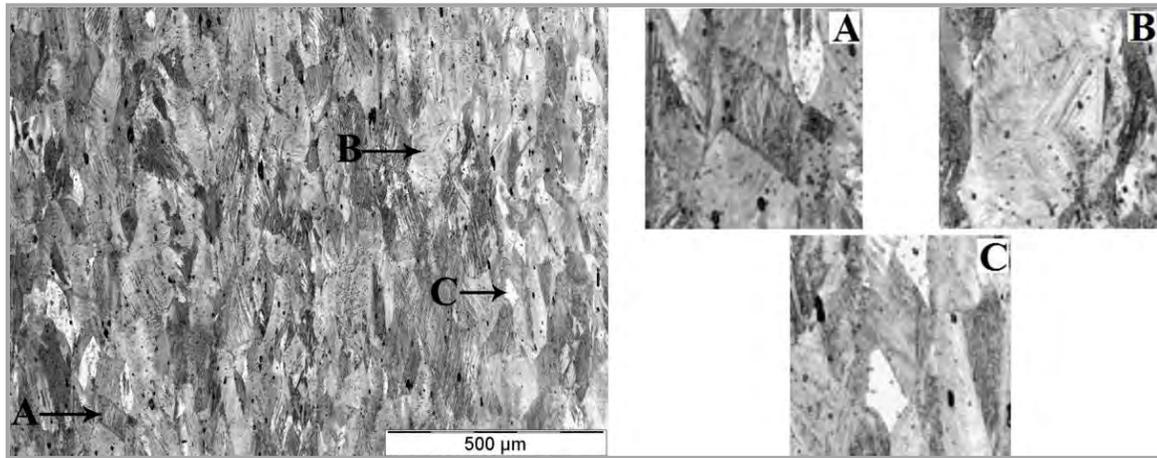


Figura 3.9. Microestructura deformada en frío del acero TWIP sin microaleantar; región “A” maclas remanentes del recocido, región “B” sistemas de maclado en un grano austenítico y región “C” zonas de austenita libre de maclas.

La separación de las maclas se cuantificó por separado en un análisis de MEB-EBSD, obteniéndose un valor promedio de 0.5 μm , tal como se aprecia en la Figura 3.10. Los tamaños de grano deformados alcanzan valores de 20 hasta 250 μm , y al igual que en la Figura 3.9 se aprecian dos o más sistemas de deslizamiento activos (SA) al interior de los granos austeníticos, principalmente en aquellos de mayor tamaño. En zonas cercanas a los límites de grano o en aquellas donde se da la convergencia de maclas con diferentes orientaciones, se aprecian sitios coincidentes de red (SCR) (CSL, Coincident Site Lattice por sus siglas en inglés): Σ -3 (líneas rojas, “maclas”), Σ -9 (líneas azules) y Σ -27 (líneas amarillas), estos dos últimos con una evidente proporción baja.

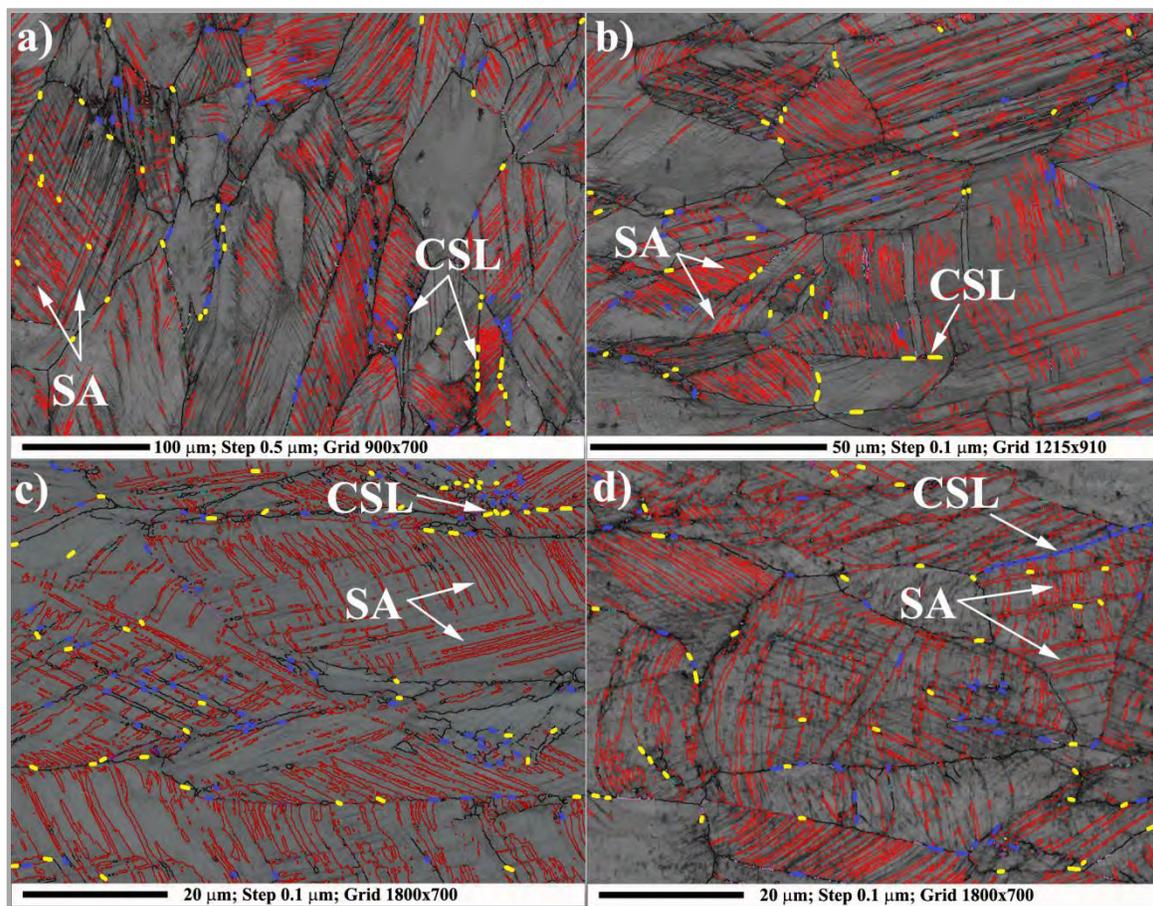


Figura 3.10. Micrografías de MEB-EBSD de los aceros TWIP deformados en frío: a) Acero TW-B, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.

3.7.2. Análisis de la ductilidad en frío de los aceros TWIP.

En los análisis fractográficos se determina la ductilidad de un material mediante la existencia de cavidades (dimples) de varios tamaños. Crowther y Mintz [183] reportaron que las cavidades mayores se forman a partir de grietas intergranulares, las cuales surgen en la etapa inicial de la deformación debido al deslizamiento de los límites de grano. Subsecuentemente, esas grietas distorsionan en huecos alargados hasta alcanzar la falla, la cual ocurre debido a la estricción de dichas cavidades.

De las mismas probetas deformadas en frío hasta la fractura, se hizo el análisis fractográfico pertinente de la Figura 3.11, donde se aprecia que cada acero TWIP presentó diferentes patrones de fractura, ya que los hoyuelos o cavidades (“Dimples” por su



denominación en inglés) en cada caso son diferentes. El mecanismo de fractura dominante en estos aceros austeníticos sucede cuando el deslizamiento de dislocaciones es bloqueado por los límites de maclas formadas durante la deformación, las microcavidades nuclean en los límites de maclas deformadas y en los espacios vacíos resultantes de la disolución de los precipitados. Las microcavidades crecen por coalescencia con otras cercanas y su separación o ruptura se favorece por la concentración de esfuerzos durante la deformación. Este mecanismo es claramente apreciado en el acero TW-NM de la Figura 3.11(a) y en menor medida para los aceros TW-V y TW-Ti, de las Figuras 3.11(d y e) respectivamente.

En las superficies de fractura presentadas en las Figuras 3.11(a y b) se aprecian gran cantidad de cavidades, las cuales se asume que en su momento alojaron las partículas precipitadas, ya que algunas de estas partículas aún permanecen al interior de dichas cavidades. Las partículas que se pudieron detectar son de AlN y TiC en su mayoría, tal como se muestra en los EDS de la Figura 3.11(f), ya que en muchos casos debido a la profundidad a la cual se encontraban las partículas el haz de electrones no se pudo introducir en las cavidades y los elementos presentes en la matriz interfirieron en los análisis. Por esta razón, a pesar de las morfologías y tamaños diversos que presentaron las partículas, no se puede asumir que las partículas fueran VC, NbC o BC. En el acero TW-B de la Figura 3.11(b), la presencia de cavidades es muy escasa y se distingue que la propagación de la fractura es a través de grietas transgranulares e intergranulares. Adicionalmente, en estas grietas se aprecian escalones de deslizamiento en las caras de los granos (facetas, las cuales son asociadas a su baja resistencia mecánica, tal como se mostró en sus respectivas curvas σ - ϵ de la Figura 3.8). Una fractura similar se observa en la Figura 3.11(c) del acero TW-Nb, donde se aprecia un comportamiento principalmente dúctil con algunas características de fragilidad, caracterizada por separaciones intergranulares y grandes cavidades. Por otro lado, en el caso del acero TW-NM y TW-V, Figuras 3.11(a y d), se aprecia que el tipo de fractura fue principalmente dúctil con hoyuelos pequeños y grandes en zonas cercanas a las cavidades. Finalmente, para el caso del acero TW-Ti, se aprecia una fractura dúctil en la Figura 3.11(e), donde el tamaño de los hoyuelos es el más pequeño de los aceros analizados.

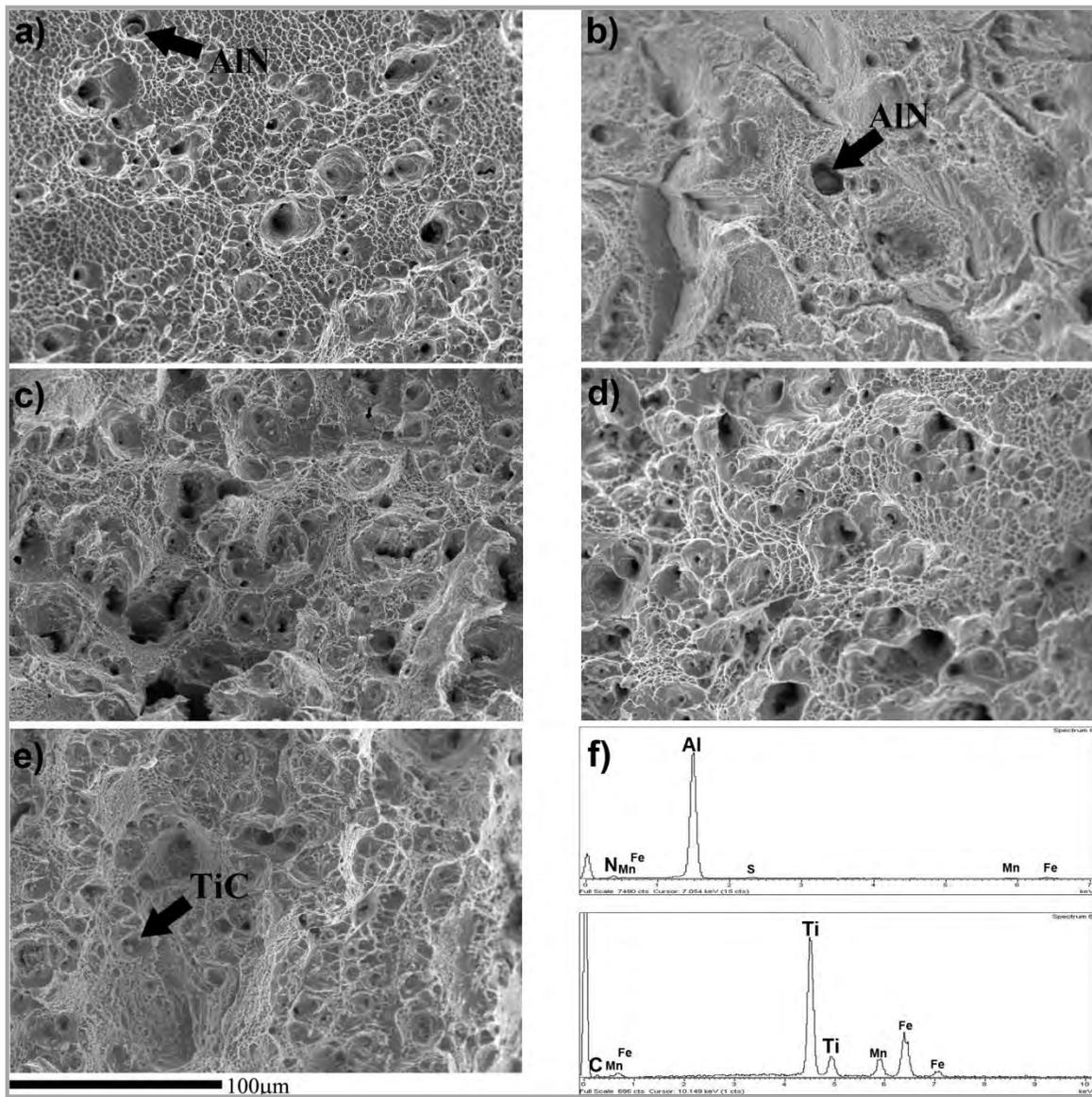


Figura 3.11. Fractografías de los aceros TWIP deformados en frío: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V, e) Acero TW-Ti y f) EDS del AlN y TiC.

3.8. Análisis de las microestructuras de los aceros TWIP analizados mediante difracción de rayos-X.

Un aspecto importante que se buscó controlar en el presente trabajo de investigación, fue mantener mediante la composición química la fase austenítica en todas las etapas del procesamiento de los aceros. Esto se consiguió favorablemente con la disminución del Mn y el aumento de C presente en solución sólida, los cuales sustituyeron



el efecto gammágeno que se consigue con altos contenidos de Mn en los aceros TWIP. En las Figuras 3.12(a y b) se muestran, respectivamente, los patrones de difracción de rayos-X para los aceros TWIP en condición de colada y de homogeneizado. En la Figura 3.12(a) los picos más altos corresponden al plano cristalino $\gamma(200)$ con $2\theta=50.5^\circ$ perteneciente a una estructura austenítica fcc en los aceros TW-Ti, TW-V y TW-Nb. Para los aceros TW-B y TW-NM, los picos en ese mismo ángulo $2\theta=50.5^\circ$ son más débiles, aunque los picos a $2\theta=74^\circ$ de un plano $\gamma(220)$ poseen una mayor intensidad. Para los cinco aceros, se registran también estructuras fcc localizadas en ángulos de $2\theta=43.5^\circ$, 90.5° y 117° . Se aprecia una débil traza de la fase martensita- ϵ en $2\theta=45.5^\circ$ para el acero TW-Ti. En este caso, la presencia de la martensita remarca el rechazo de soluto (Ti) de la estructura dendrítica, producido durante el enfriamiento.

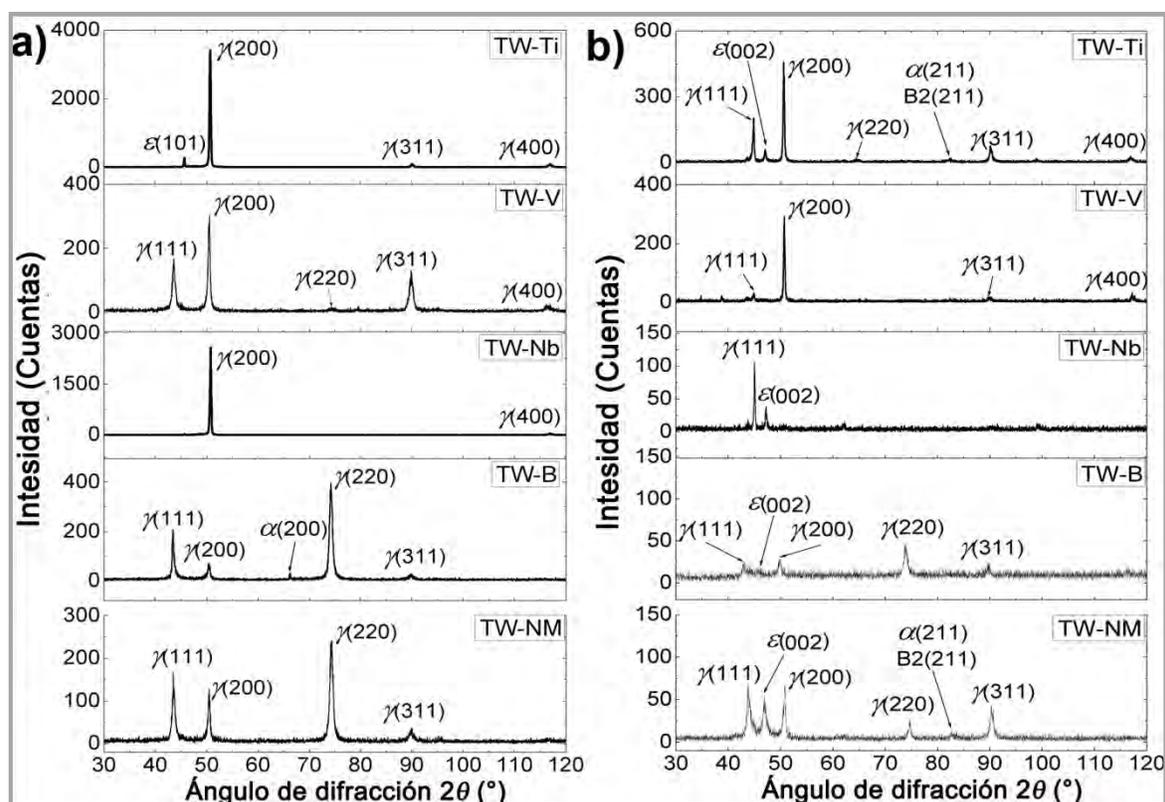


Figura 3.12. Patrones de difracción de rayos-X de los aceros TWIP en condición de: a) Colada y b) Homogeneización.



La Figura 3.12(b) muestra el difractograma de los aceros TWIP en condición de homogeneizado, donde se corrobora nuevamente la presencia de la microestructura fcc $\gamma(200)$ a $2\theta \approx 50.5^\circ$ para los aceros TW-Ti y TW-V. En los aceros TW-NM, TW-B y TW-Nb, la transformación $\gamma_{(fcc \text{ austenita})} \rightarrow \epsilon_{(hcp \text{ martensita})}$ a $2\theta = 47^\circ$ es más evidente en comparación con la condición de colada, sustentada por la disminución de la EFA debido a la presencia del Si [184], y a una sensibilidad gradual al envejecimiento producido durante el tratamiento térmico [185]. Existe una presencia muy discreta de estructuras bcc de tipo α y B2 a $2\theta = 83^\circ$ en los aceros TW-NM y TW-Ti por las segregación de soluto en los límites de grano, tal como lo han reportado Acelrad *et al.* [186].

La Figura 3.13, muestra los patrones de difracción de rayos-X en condición de solubilización (antes de la deformación), así como después de la deformación en frío. Como se aprecia en la Figura 3.13(a) antes de la deformación plástica la fase presente dominante es la austenita fcc en sus diferentes familias cristalinas. Existe solo una pequeña fracción de martensita- ϵ hcp, la cual es común para aceros que presentan efecto TRIP o TRIP-TWIP cuando la austenita no se encuentra completamente estabilizada durante el tratamiento térmico de solubilización [187].

Después de la deformación en frío hasta alcanzar la fractura, Figura 3.13(b), existe un ascenso en la intensidad de los picos de la fase fcc para los aceros TW-Ti y TW-V. Por otro lado, la presencia de la martensita- ϵ proveniente de la solubilización desapareció en esta etapa de estudio, este efecto puede ser atribuido a la reorientación cristalina causada por la formación de maclas y la generación de texturas [188]. Por lo anterior, se puede concluir que la composición química de los aceros analizados permitió estabilizar de manera suficientemente adecuada la presencia de la austenita fcc durante todas y cada una de las etapas de procesamiento de los aceros.

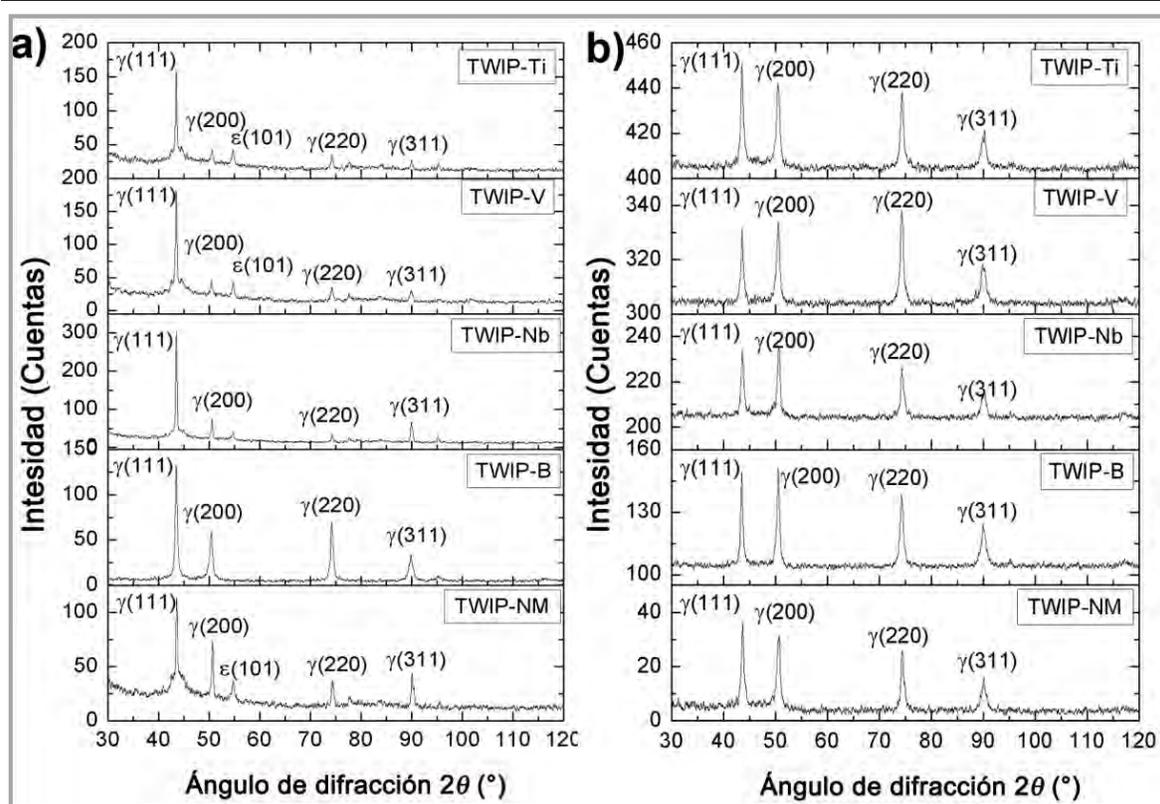


Figura 3.13. Patrones de difracción de rayos-X de los aceros TWIP en condición de: a) Solubilización y b) Deformación en frío.

3.9. Los ensayos de relajación de esfuerzos para la obtención de los diagramas PTT de los aceros TWIP.

Los ensayos de relajación de esfuerzos mediante dilatometría permitieron obtener los diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) de los aceros TWIP microaleados. Tal como se describe en el Anexo A.2 por el método de las tangentes, a fin de poder determinar el tiempo de inicio y final de la precipitación de los compuestos formados debido a la presencia de los elementos C, Al, N, Nb, V y Ti, los cuales, como ya se ha indicado pueden tener un papel importante durante la deformación en caliente. Aplicando de manera sistemática el método a cada curva se determinaron los tiempos de inicio y fin de la precipitación para cada temperatura de ensayo (700, 800, 900, 1000 y 1100°C), los cuales se encuentran compilados en las curvas semi-logarítmicas temperatura vs. tiempo de la Figura 3.14. Es importante mencionar que a partir de esta etapa, ya no fue posible seguir



trabajando con el acero TWIP microaleado con B (TW-B), debido a que durante el maquinado de las probetas para dilatometría y deformación en caliente se detectaron poros y cavidades en las muestras de hasta 2 mm longitud. Lo anterior se relaciona con la aparición de boruros metálicos del tipo Fe_2B en este acero (Figura 3.1), los cuales tienen bajo punto de fusión ocasionando que durante su recalentamiento se formen zonas líquidas que ablandan el acero. Esto también se puede relacionar con la morfología de su fractura y con la presencia de grandes cavidades, representativas de las zonas donde se localizaban los boruros Fe_2B , como se aprecia en la Figura 3.11(b).

En la Figura 3.14(a) se aprecia que el inicio de la precipitación para el acero TW-NM (línea negra) tiene la forma clásica de “C”, no así para el fin de la precipitación (línea roja) donde se muestra un ligero retraso a $1000^{\circ}C$, mientras que a $1100^{\circ}C$ termina en un tiempo más corto. A temperaturas menores de $800^{\circ}C$ se aprecia también un ligero retraso en la finalización de la precipitación. Para este acero, se considera que el AlN es el que está precipitando, al menos la fracción que se alcanzó a solubilizar a $1200^{\circ}C$, ya que su presencia está determinada desde el estado líquido ($\sim 1550^{\circ}C$), según se relaciona con la Figura 3.1. Para este acero, la nariz de la curva se encuentra a $900^{\circ}C$, lo cual es un indicativo que a esta temperatura la precipitación del AlN se adelanta.

En el caso del TW-Nb, se aprecia que a $800^{\circ}C$ se produce un ligero retraso en el inicio y el fin de precipitación, Figura 3.14(b), indicando la presencia de una nueva fase precipitada. En el diagrama de equilibrio se identifica la presencia del AlN desde el estado líquido, igual que como el acero sin microalea, y por debajo de la línea de sólidos ($\sim 1280^{\circ}C$) sucede la precipitación del NbC, el cual termina de precipitar por debajo de $1100^{\circ}C$, ver Figura 3.1. El diagrama muestra las condiciones de precipitación de una fracción de precipitados que se consiguió solubilizar cuando se elevó la temperatura a $1200^{\circ}C$. Para estas condiciones del acero TW-Nb, la nariz del diagrama PTT se localiza entre 900 y $1000^{\circ}C$.

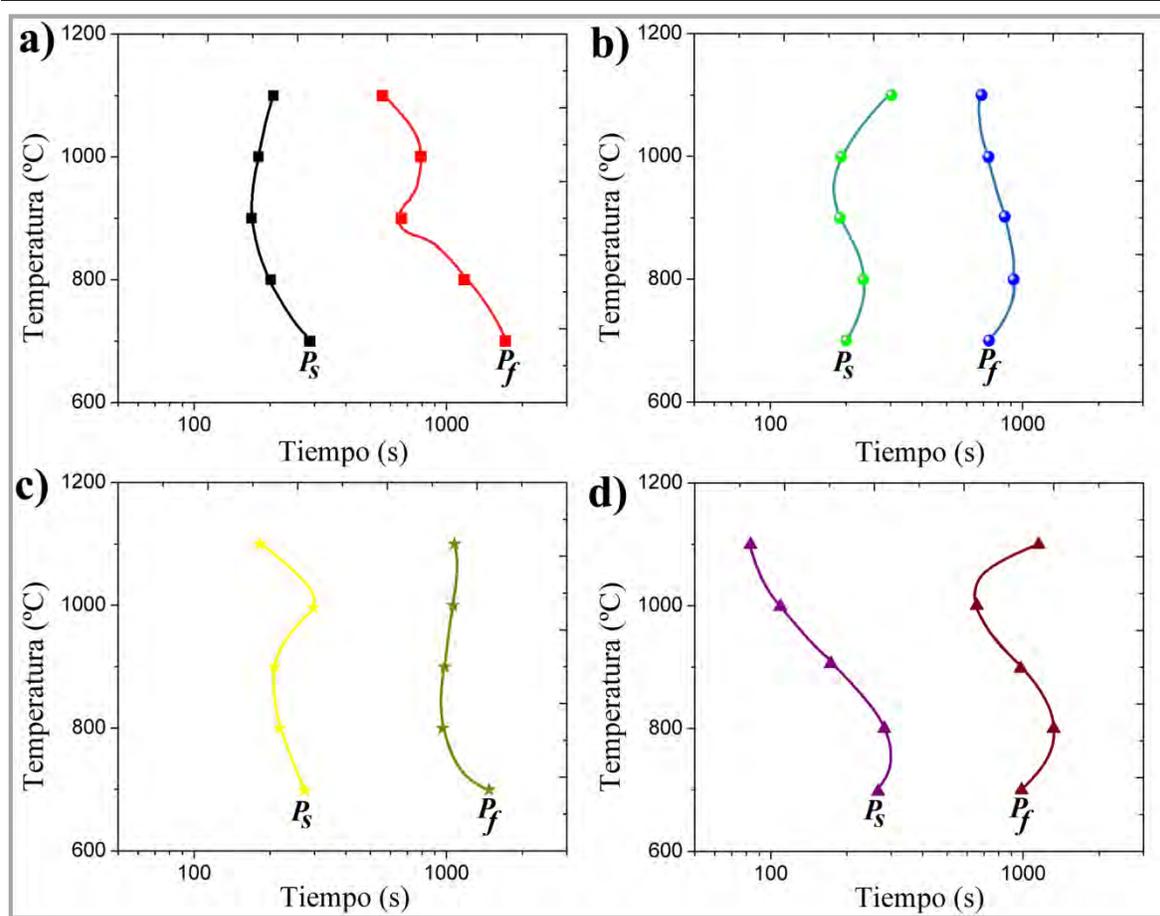


Figura 3.14. Líneas de inicio (P_s) y fin (P_f) de precipitación en los diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.

Para el TW-V, la Figura 3.1 mostró también la presencia del AlN desde el estado líquido. A partir de 1020°C inicia la precipitación de VN, lo cual se hace patente en la curva PTT, Figura 3.14(c), donde aproximadamente a 1000°C se nota un pequeño retraso en el inicio de la precipitación. Finalmente, para el TW-Ti, la formación del Ti(C, N) sucede desde el estado líquido, y a partir de la zona sólido-líquido aparece el TiC, Figura 3.1. Sin embargo, es a 960°C donde se completa la precipitación de TiC y AlN. Lo anterior significa que a temperaturas mayores de 1000°C el compuesto más estable presente es el acero TW-Ti es el Ti(C, N), mientras que a bajas temperaturas lo es el TiC. En la curva PTT de la Figura 3.14(d), se aprecia un retardo en el inicio de la precipitación a 800°C. Para las cinco temperaturas analizadas (700, 800, 900, 1000 y 1100°C) no se pudo detectar el valor preciso para la nariz de la curva, la cual podría localizarse a temperaturas superiores a



1100°C. La nariz de la curva PTT indica la condición de temperatura y tiempo necesarios para conseguir las condiciones termodinámicas apropiadas para que el elemento en cuestión precipite.

De los resultados anteriores se puede establecer que la precipitación dominante corresponde a la presencia de AlN, la cual se ve ciertamente alterada por la presencia de los elementos microaleantes en cada uno de los aceros TWIP. La nariz de la curva, y en general la cinética de precipitación, dependen de variables externas como la deformación, la velocidad de deformación y la temperatura, además de variables internas como el tamaño de grano y la composición química. El valor de la temperatura de la nariz (T_N) del diagrama PTT, que es la temperatura en que la precipitación ocurre en un periodo mínimo, se incrementa con el contenido de microaleante, siendo mayores los valores de T_N en aceros con Nb comparados con los aceros con V, según lo han determinado Quispe *et al.* [189]. Y esto se corrobora en los resultados obtenidos en el presente trabajo, donde la nariz del TW-Nb se ubica en ~950°C y la nariz del TW-V en ~850°C, Figuras 3.14(b y c).

Por otro lado, merece destacar que los tiempos de precipitación se encuentran del orden de los 100 s, excepto para el acero TW-Ti, donde a altas temperaturas la precipitación es mucho más rápida. Sin embargo, es importante destacar que las temperaturas empleadas durante el tratamiento de solubilización (1100, 1150, 1200 y 1250°C) no fueron suficientes para disolver todos los precipitados, especialmente aquellos de AlN. De tal manera que, los diagramas PTT mostrados corresponden principalmente al AlN disuelto, y al resto de los elementos microaleantes también disueltos. Adicionalmente, es importante mencionar que el efecto del AlN se presenta de manera sistemática en los cuatro aceros analizados mediante dilatometría, y las diferencias mostradas durante la precipitación son atribuidas a la presencia de los microaleantes en cada acero TWIP.



3.9.1. Las partículas precipitadas en los aceros TWIP.

A partir de los resultados obtenidos en los ensayos de relajación de esfuerzos, se hizo posible la detección de las partículas precipitadas en los aceros TWIP microaleados. En la Figura 3.15(a) se muestra que tal y como se pronostica en los diagramas de Fact-Sage® (Figura 3.1), existe la presencia del AlN desde el estado líquido para los cinco aceros, así como los carburos correspondientes al elemento microaleante presente en cada acero TWIP, Figuras 3.15(b, c y d).

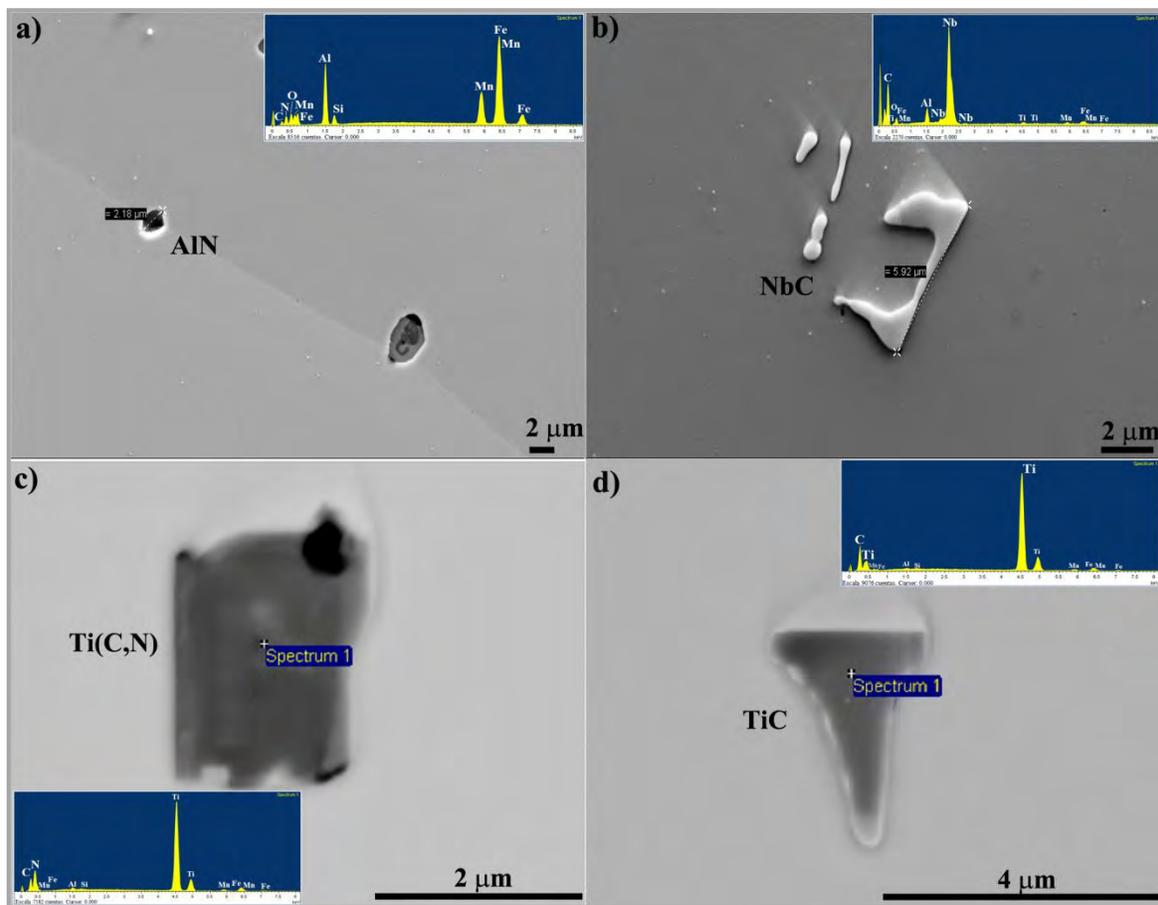


Figura 3.15. Partículas precipitadas detectadas por MEB: a) AlN presente en los cinco aceros TWIP, b) NbC en el acero TW-Nb, c) Ti(C, N) y d) TiC presentes en el acero TW-Ti.

La precipitación de los carburos presentes se vio favorecida y acelerada por la deformación previa del 5% aplicada durante los ensayos de relajación de esfuerzos, pero



todavía lo es más si la deformación es continua y concurrente con la precipitación. Ello se debe a la densa nucleación de precipitados en las dislocaciones, mientras que en el caso de la precipitación en aceros recocidos tiene lugar en los límites de grano. En este caso, la deformación concurrente con la precipitación aumenta, así como la velocidad de crecimiento de los precipitados al aumentar la difusividad de los microaleantes. La cinética de formación de los precipitados depende de las variables del proceso y la composición química del acero. Se sabe además, que la formación de los precipitados ocurre de manera incoherente en la fase austenítica inducida por la deformación plástica [15]. El tamaño de la mayoría de los precipitados mostrados en la Figura 3.16, es del orden de las micras y en el caso del V de nanómetros, Figura 3.16(f). Las morfologías dominantes detectadas fueron de tipo cúbicas o redondeadas, localizadas a lo largo de la matriz y los límites de grano de la austenita.

De acuerdo a la composición química de los aceros fabricados y los diagramas de Fact-Sage®, los precipitados más estables termodinámicamente que se mantuvieron sin disolver fueron el BC (Figura 3.16(d)), NbC (Figura 3.16(e)), VC (Figura 3.16(f)), TiC (Figura 3.16(g)) y Ti(C, N) (Figuras 3.16(h, e i)). La precipitación inducida por la deformación produjo partículas cuyos tamaños varían entre nanómetros y micras con diferentes morfologías y presencia (distribución). La presencia o cantidad de partículas precipitadas es muy relativa a la cantidad real de partículas detectadas por el método de réplica en cada caso, donde el procedimiento depende de que estas hayan sido adheridas a la película de carbono y posteriormente hayan sido extraídas del material. Por esta razón, se opta por asumir que una “escasa” presencia significa de 1 a 3 partículas detectadas en todo el campo de la rejilla, una “moderada” presencia de 5 a 10 partículas y una “abundante” presencia más de 10 partículas detectadas en la rejilla. El resumen de los resultados se presenta en la Tabla 3-III.

Las partículas de forma poliédrica alcanzaron los tamaños más grandes. Las partículas redondeadas se encontraron en escasa cantidad como los VC, ya que en su mayoría, la presencia del V es en solución sólida. Aquellas partículas cuya localización es en la matriz y no en los límites de grano y debido al tamaño que alcanzaron, sugieren que



fueron formados a temperaturas altas nucleando y creciendo alrededor de partículas ya existentes como óxidos o sulfuros, ya que en algunos casos en los espectros obtenidos por EDX en MEB y MET de las partículas, se detectaron trazas de S y Mn en su interior, así como de C (proveniente de la réplica) y del elemento microaleante respectivo.

Tabla 3-III. Precipitados detectados en los aceros TWIP y sus características.

Precipitado.	Morfología.	Tamaño aproximado.	Presencia.	Localización.
AlN	Cubica. Poliédrica.	400 nm – 3 μ m	Abundante.	Matriz y límite de grano.
BC, B ₄ C ó BN*	Poliédrica	0.5 μ m – 1 μ m	Moderada.	Matriz.
NbC	Poliédrica. Vermicular. Redonda.	0.2 μ m – 6 μ m	Moderada.	Matriz.
VC	Redonda.	100 nm - 200 nm	Escasa.	Matriz.
TiC	Ovalados. Poliédrica.	0.5 μ m – 3 μ m	Abundante.	Matriz y límite de grano.
Ti(C, N)	Poliédrica. Cubica. Redonda.	1 μ m – 3 μ m	Abundante.	Matriz y límite de grano.

* La presencia de estos precipitados, así como su distribución en el acero TWIP microaleado con B debe ser estudiada con mayor profundidad, a fin de corroborar con mayor precisión su naturaleza.

La baja temperatura de formación del precipitado inducido por la deformación produjo un tamaño de partícula pequeña, ya que la cinética de crecimiento es más lenta [15]. Esto explica el por qué aparecen mayormente partículas muy finas de formas poliédricas y/o cubicas [15]. En los análisis de EDX obtenidos, aparecen picos de Fe debido al volumen de interacción del haz de electrones con la muestra. Adicionalmente, la concentración empleada en el reactivo de ataque (Nital 10) permite la disolución del Fe de la matriz y lo deposita en la réplica. La localización de muchas de estas partículas a lo largo de los límites de grano es una característica más de la precipitación inducida por la deformación y también es responsable de que los límites de grano no se hayan desplazado (crecimiento de grano) promoviendo un afino de grano en la microestructura final de los aceros TWIP.

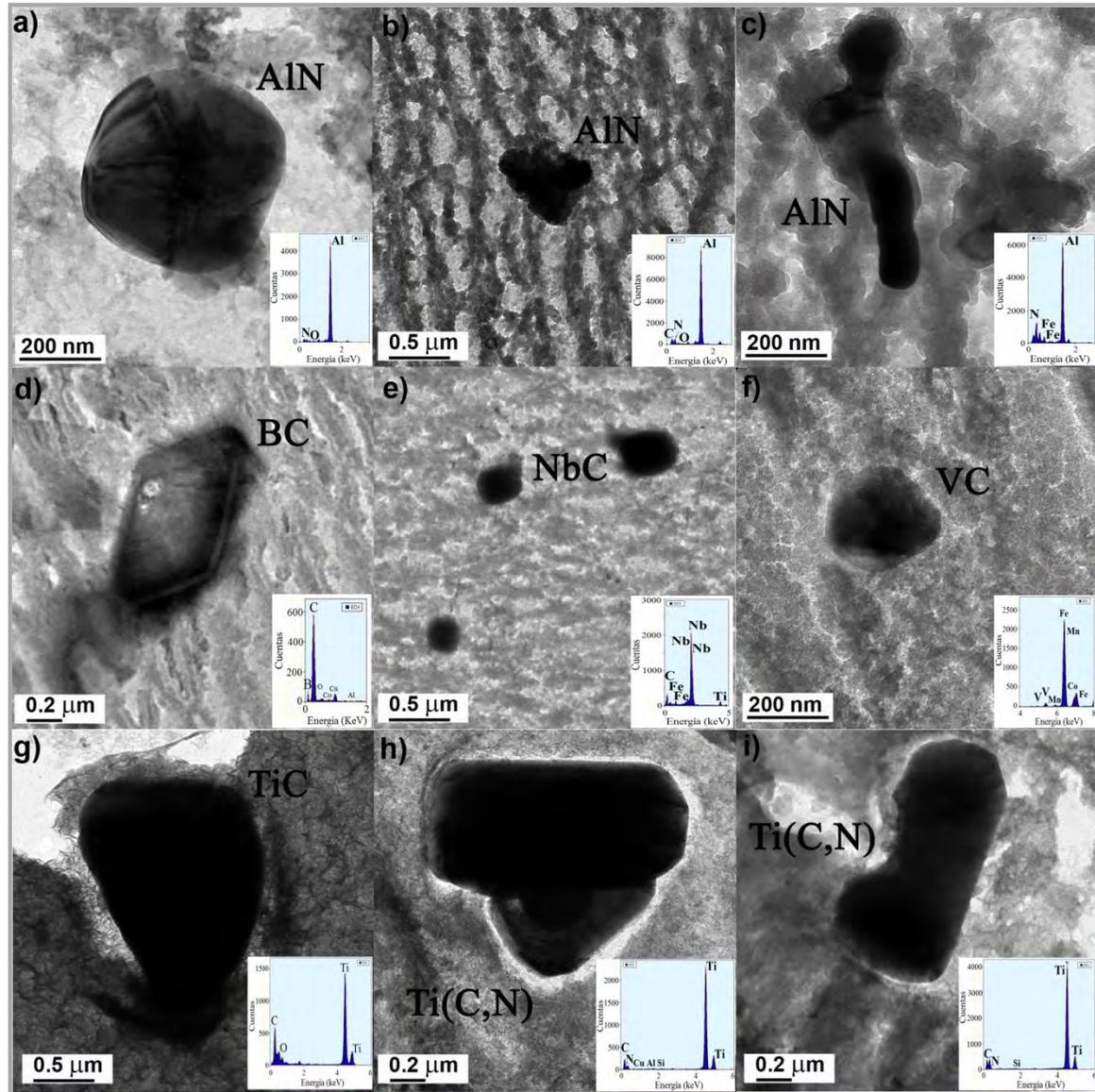


Figura 3.16. Partículas precipitadas de: a) AlN, b) AlN, c) AlN, d) BC, e) NbC, f) VC, g) TiC, h) Ti(C,N) e i) Ti(C, N); detectadas mediante la técnica de réplica de carbono en MET en los aceros TWIP.

3.10. El comportamiento de fluencia en caliente de los aceros TWIP microaleados.

De los ensayos de compresión efectuados a los cuatro aceros TWIP, a tres temperaturas (900, 1000 y 1100°C) y cuatro velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} s $^{-1}$) se obtuvieron las curvas de fluencia en caliente mostradas en la Figura 3.17.



En el caso de una baja velocidad de deformación y baja temperatura, como se aprecia en las Figuras 3.17(a y b), no se detecta un efecto importante de la composición química sobre el comportamiento de fluencia en caliente, es decir, los valores de σ_p y ε_p son similares en todos los aceros. A 1100°C y con la menor velocidad de deformación (10^{-4} s^{-1}) se aprecian valores de σ_p mayores en los aceros microaleados en comparación al acero sin microalea, pero con una reducción en el valor de ε_p . En esta condición el acero TW-NM muestra el menor valor de σ_p .

En las Figuras 3.17(a, d, g y j) se aprecia un aumento poco significativo de σ_p en los aceros microaleados deformados a 900°C. De acuerdo a los análisis termodinámicos hechos en Fact-Sage® de la Figura 3.1, las partículas precipitadas presentes a las relativas bajas temperaturas no parecen tener una gran influencia sobre el comportamiento de fluencia en caliente de estos aceros. Sin embargo, pueden interferir en cierta forma con los mecanismos de deformación. La disminución del esfuerzo de fluencia debido a la alta temperatura y la baja velocidad de deformación está relacionada con el progreso de la recrystalización dinámica y la cantidad de deformación aplicada durante la deformación en caliente [85]. Dobrzanski *et al.* [81] han reportado el aumento de σ_p y ε_p debido a la disminución de la temperatura de deformación de 1050 a 950°C en aceros TWIP (27Mn-4Si-2Al-Nb-Ti).

Los valores relativamente bajos reportados de σ_p proveen las condiciones adecuadas para refinar la microestructura austenítica debido a la recrystalización dinámica activa durante las operaciones de deformación en caliente con temperaturas mayores a 950°C [81]. El proceso de recuperación antes de alcanzar la deformación crítica (ε_c) es principalmente recuperación dinámica [15, 190], mientras que después de la deformación pico (ε_p) el mecanismo dominante es la recrystalización dinámica. A bajas velocidades de deformación, la secuencia típica del esfuerzo pico seguido por el comportamiento de estado estable en la curva de fluencia indica que la recrystalización dinámica es el mecanismo dominante de recuperación.



Debido a la baja EFA de los aceros austeníticos con alto contenido de Mn, la cinética de la recuperación dinámica es lenta, y por eso aumenta la posibilidad de que la recristalización dinámica sea el mecanismo de recuperación dominante durante la deformación en caliente. En este caso, a medida que la velocidad de deformación aumenta hasta 10^{-1} s^{-1} , las curvas de fluencia muestran un pico más pronunciado, seguido por una zona de estado estable reducida, tal como se aprecia en las Figuras 3.17(j, k y l). Es importante mencionar que el efecto TWIP es producido cuando la EFA se localiza entre 20 y 40 mJ/m [8], condición que no está disponible a alta temperatura. Por ese motivo, el mecanismo de deformación dominante en tal condición es el deslizamiento de dislocaciones y no existe endurecimiento por deformación asociado al efecto de maclado.

Los diagramas predictivos de fases realizados con Fact-Sage® tienen la intención de entender el comportamiento de los aceros TWIP a altas y bajas temperaturas, y relacionarlas con las fases presentes en su microestructura, lo cual ha permitido determinar que la cinética de recristalización no tiene el mismo efecto en los aceros TWIP analizados debido a la naturaleza de cada microaleante empleado, los cuales impiden la completa recristalización, principalmente a bajas temperaturas. La composición química base produjo un comportamiento muy similar en los cuatro aceros. Sin embargo, la presencia de las partículas precipitadas de los elementos microaleantes con sus diferentes porcentajes en peso, morfologías y distribuciones modifican el comportamiento de fluencia en caliente. Es bien sabido que en aceros microaleados, cuando la velocidad de deformación es baja puede ocurrir la precipitación dinámica. Sin embargo, el aumento en el contenido de Mn tiende a retardar su inicio [95]. Por otro lado, el aumento del contenido de C modifica el inicio de la recristalización dinámica [190] tal como sucede para los aceros TWIP analizados.

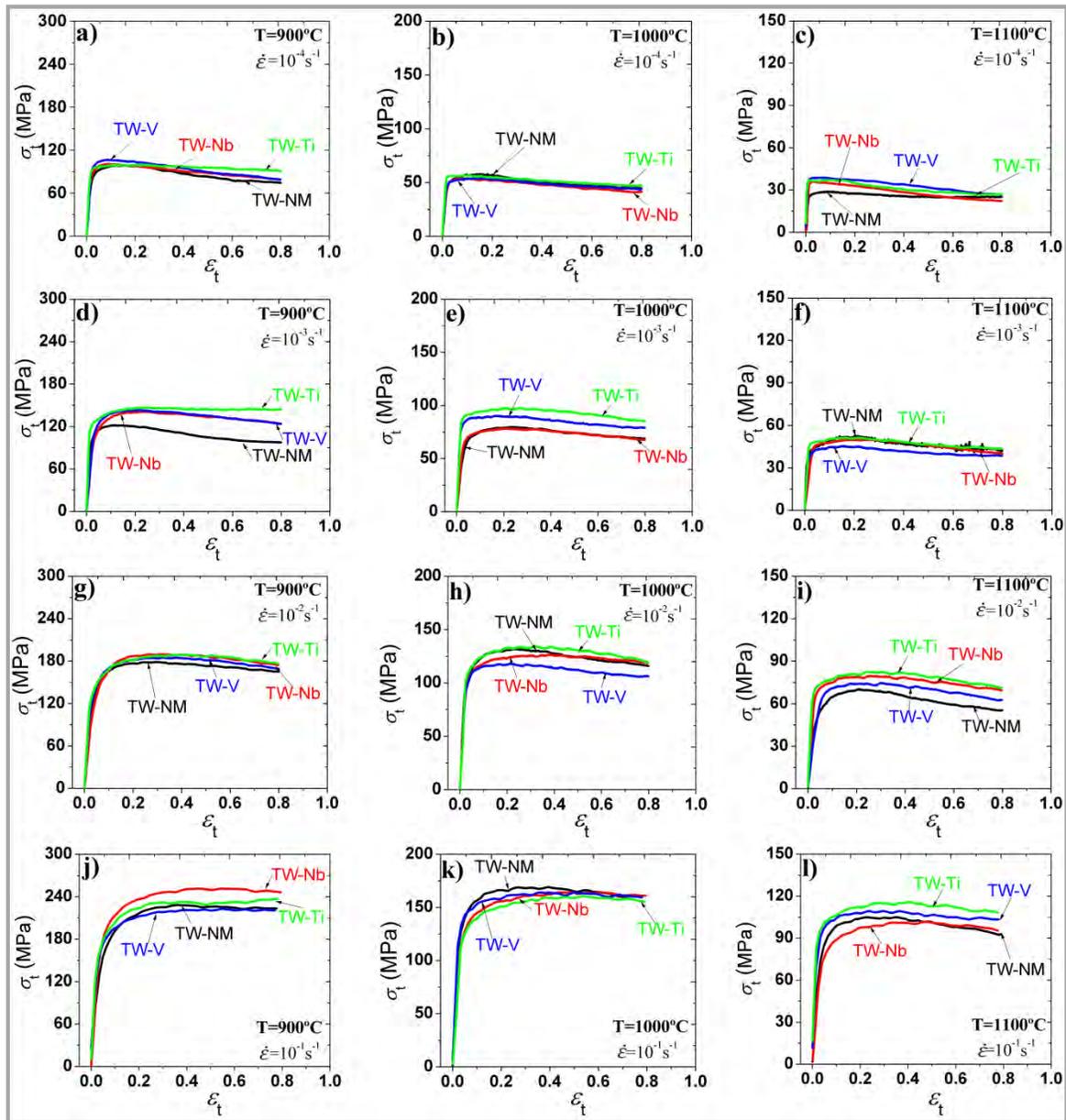


Figura 3.17. Curvas de fluencia en caliente a tres temperaturas (900, 1000 y 1100°C) y cuatro velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} s $^{-1}$) de los aceros TWIP.

Para todas las condiciones de los aceros analizados se obtuvo el mismo comportamiento de pico simple, en el cual existe la misma dependencia del esfuerzo pico (σ_p) y de la deformación pico (ε_p) con respecto de la velocidad de deformación ($\dot{\varepsilon}$) y de la temperatura (T), *e.g.* los valores de σ_p y ε_p tienden a aumentar cuando la velocidad de deformación aumenta y la temperatura disminuye. Lo anterior se muestra en la Figura 3.18 donde se muestra la correlación entre el esfuerzo y la deformación de pico con respecto al



parámetro de Zener-Hollomon (Z). En la Figura 3.18(a) se aprecia como los elementos microaleantes producen un aumento poco significativo en el valor de σ_p . El efecto más importante se aprecia para los aceros TW-Ti y TW-V, particularmente a valores bajos de Z . En la Figura 3.18(b) se aprecia como el V modifica la ductilidad en caliente del acero TWIP al disminuir los valores de ε_p , con lo que se acelera la recrystalización dinámica.

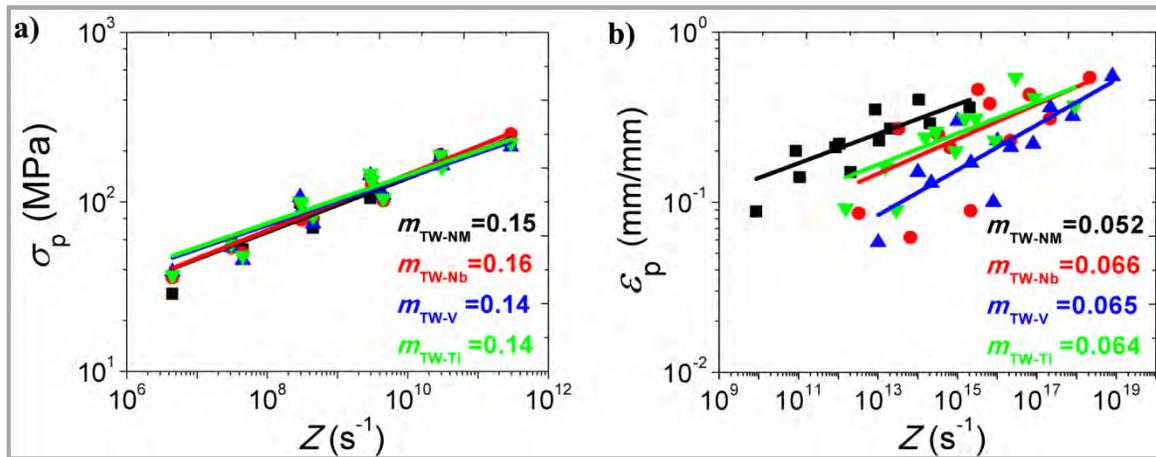


Figura 3.18. Dependencia de: a) el esfuerzo pico (σ_p) y b) la deformación pico (ε_p), con respecto al parámetro de Zener-Hollomon (Z) de los aceros TWIP analizados considerando la energía de activación necesaria para la autodifusión de γ -Fe ($Q_{sd}=280$ kJ/mol).

3.11. La energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}).

Una estimación adecuada del valor de la energía de activación requerida para la deformación (Q_{HW}) permite obtener mejores predicciones del comportamiento en caliente de los aceros TWIP, además de lograrse mejores ajustes durante la etapa de la modelación matemática que predice dichos comportamientos. Es posible determinar los valores de Q_{HW} empleando diversos métodos, los cuales en algunos casos presentan pequeñas desviaciones del comportamiento real, tal y como se describió en la metodología de cálculo en el Anexo A.4 [79-80, 148-149, 160]. Las estimaciones se basan en ecuaciones del tipo Arrhenius, las cuales suponen que la microestructura permanece constante durante el fenómeno de la deformación, de tal manera que dicha energía recibe en nombre de “Energía de Activación Aparente” [103].



En algunos aceros la energía de activación para generar la termofluencia se iguala con la energía requerida para la autodifusión de la austenita (280 kJ/mol del Fe en Fe- γ), lo cual permite asegurar que los mecanismos de deslizamiento cruzado y escalamiento de dislocaciones son los mecanismos dominantes durante dicha deformación [80, 191]. No obstante, en aceros como los TWIP que presentan etapas de recrystalización dinámica, resulta complicado asociar esa energía de activación con un mecanismo de deformación dominante, ya que generalmente se localiza 20% arriba del valor de autodifusión y alcanza valores todavía mayores para lograr la migración de los límites de grano [192]. Lo anterior se sustenta en que el tamaño de grano y su morfología se modifica durante el procesamiento a T y $\dot{\epsilon}$ elevadas, por tal motivo la energía de activación se considera “aparente” [103, 145]. Adicionalmente, se produce la interacción entre los precipitados y los elementos en solución sólida.

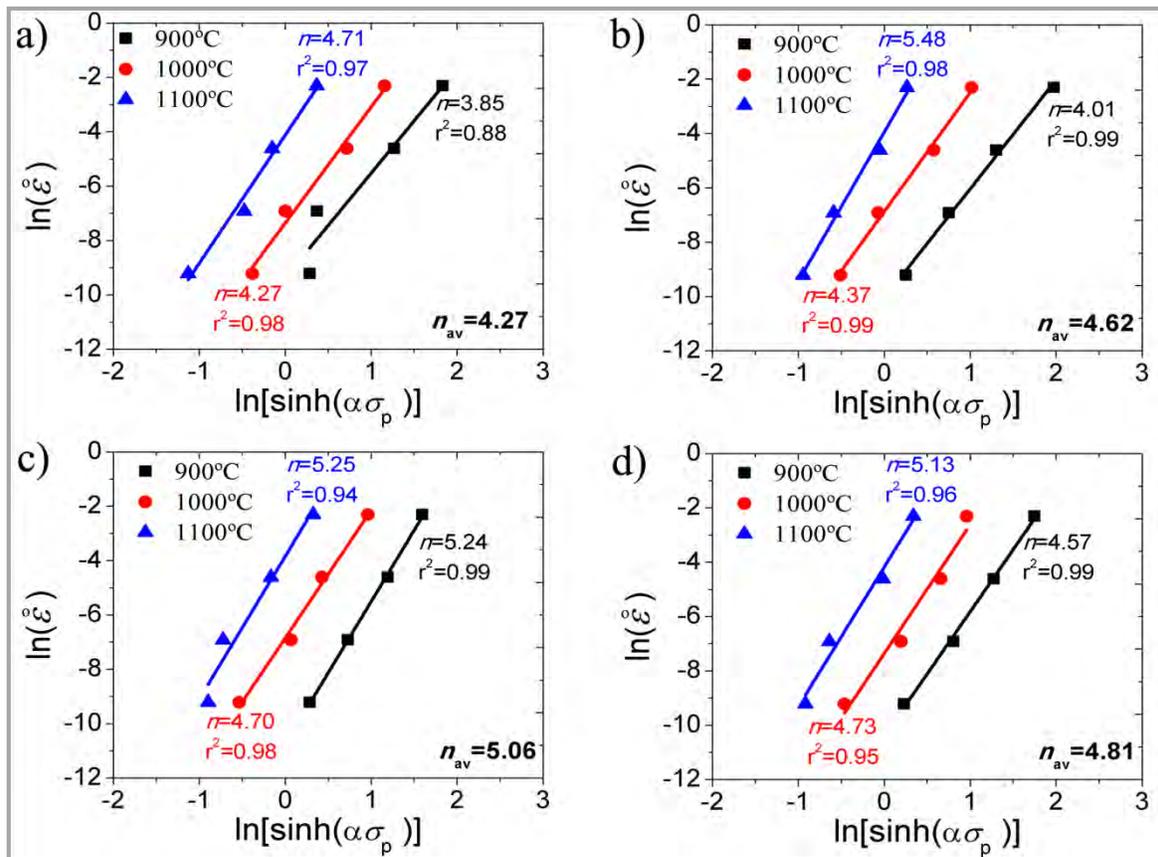


Figura 3.19. Cálculo de n_{av} empleando las curvas $\ln\dot{\epsilon}$ vs. $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.



De la metodología descrita en el Anexo A.4 para la estimación de la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}), se considera la ecuación A.15 la cual incluye el producto de la constante R de los gases ideales y los términos promedios n_{av} y S_{av} . La Figura 3.19 muestra las estimaciones del parámetro n_{av} para los cuatro aceros TWIP analizados. En la figura se muestra que el valor de n_{av} aumenta en función de la temperatura de ensayo, y que los valores más altos corresponden a las curvas de los aceros TW-V ($n_{av} = 5.06$) y TW-Ti ($n_{av} = 4.81$).

Por otro lado, los valores calculados de S_{av} en la Figura 3.20 muestran que el valor más alto corresponde al acero TW-Nb ($S_{av} = 11.29$), Figura 3.20(b). Este valor puede asociarse directamente con el máximo valor alcanzado de energía de activación para el mismo acero, el cual se obtiene del producto entre R , n_{av} y S_{av} . Los valores calculados de Q_{HW} para los cuatro aceros analizados se muestran en la Tabla 3-IV.

El valor de Q_{HW} del acero TW-NM muestra un valor muy cercano al que han determinado Hamada *et al.* [78] para un acero TWIP Fe-25Mn. Es importante mencionar que los valores que se consiguieron para los aceros TWIP microaleados de este trabajo de investigación se ubicaron entre 425 y 446 kJ/mol, tal como se aprecia en la Tabla 3-IV. Adicionalmente, Suikkanen *et al.* [193] han concluido que algunos elementos de aleación como el Al incrementan también los valores de Q_{HW} formando partículas precipitadas que favorecen el endurecimiento. Sin embargo, en algunas ocasiones la presencia tan elevada de Mn puede enmascarar el efecto que provee el mismo Al [78]. Otros elementos como el C no producen un efecto significativo sobre la modificación de la Q_{HW} debido al carácter intersticial sobre la difusión atómica [103, 142, 145], el cual tiende a disminuir el esfuerzo pico (σ_p) a temperaturas elevadas disminuyendo así la Q_{HW} [194 -195].

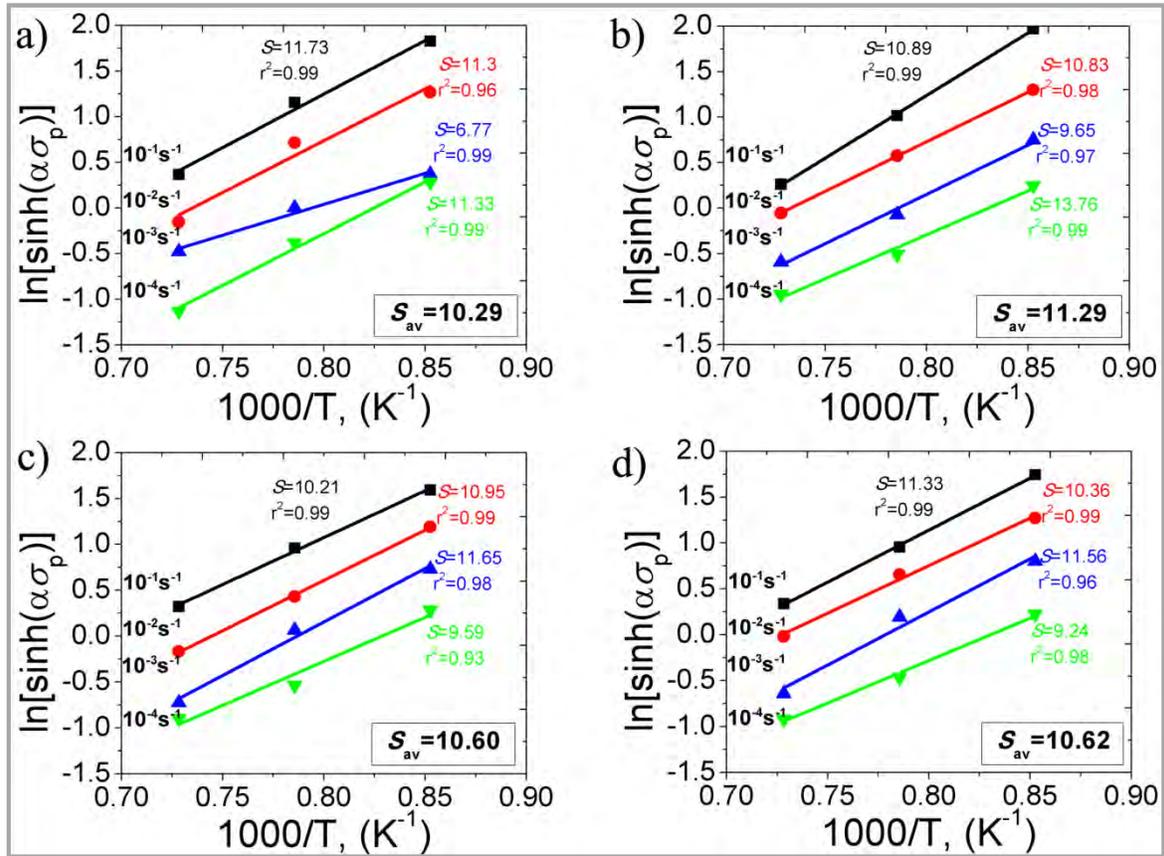


Figura 3.20. Cálculos de S_{av} considerando las curvas $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ vs. $\left(\frac{1000}{T}\right)$ de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-Nb, c) Acero TW-V y d) Acero TW-Ti.

Tabla 3-IV. Constantes calculadas para los aceros TWIP microaleados y sin microaleante (Fe-C-Mn-Al-Si), y la comparación con algunas composiciones previas.

TWIP Steel	α_{av} (MPa)	n_{av}	S_{av}	Q_{HW} (kJ/mol)	Ref.
Fe-21.2Mn-1.5Al-1.6Si-0.41C	0.0106	4.27	10.29	366	<i>Este trabajo.</i>
Fe-22.4Mn-1.6Al-1.4Si-0.4C-0.06Nb	0.0103	4.62	11.29	434	<i>Este trabajo.</i>
Fe-22.5Mn-1.6Al-1.4Si-0.43C-0.12V	0.0097	5.06	10.60	446	<i>Este trabajo.</i>
Fe-22.3Mn-1.6Al-1.4Si-0.4C-0.18Ti	0.0101	4.81	10.62	425	<i>Este trabajo.</i>
Fe-20Mn-3Si-3Al	0.0087	4.40	10.60	387.84	Li <i>et al.</i> [80]
Fe-25Mn-3Si-3Al	0.0045	6.54	7.35	405.95	Li <i>et al.</i> [79]
Fe-20Mn	-	-	-	279	Cabañas <i>et al.</i> [196]
Fe-25Mn	-	-	-	377	Hamada <i>et al.</i> [78]
Fe-25Mn-3Al	-	-	-	397	Hamada <i>et al.</i> [78]
Fe-25Mn-6Al	-	-	-	405	Hamada <i>et al.</i> [197]
Fe-25Mn-8Al	-	-	-	300	Hamada <i>et al.</i> [197]



Actualmente existen pocas referencias sobre los valores precisos de la Q_{HW} de los aceros TWIP en condiciones de deformación en caliente, los cuales han sido obtenidos de diversas metodologías: desde ensayos de torsión y dilatometría hasta ensayos de compresión en caliente como es el caso de este trabajo de investigación. Para el caso de estos aceros TWIP microaleados no existen datos previos de referencia en la literatura. Sin embargo, en comparación al acero de composición base sin microaleante (TW-NM) de este trabajo, los resultados mostrados ponen de manifiesto que la presencia de los elementos microaleantes Nb, V y Ti hacen que los aceros TWIP microaleados requieran una mayor energía de activación para su deformación, es decir, se requiere vencer una barrera energética mayor para lograr la movilidad atómica. La presencia de elementos aleantes y microaleantes en un acero tiende a incrementar la energía de activación necesaria para su deformación [198], con lo que aumenta el valor de la deformación necesaria o deformación crítica (ε_c) para la recristalización dinámica debido a la presencia de partículas precipitadas. Por tal motivo, con este retardo se dispone de un mayor tiempo para el conformado por laminación en caliente, ya que dichas partículas inhiben el crecimiento de grano austenítico. Sin embargo, la parte negativa es que, al haber partículas precipitadas también aumenta el valor del esfuerzo pico (σ_p), por lo que resulta necesario aplicar mayores cargas de laminación, y por lo tanto, se requieren equipos laminadores de mayor potencia.

Debido a que existen pocos estudios sobre la precipitación de carburos en aceros TWIP y su efecto sobre la energía de activación necesaria para su deformación, existen interpretaciones cualitativas limitadas al respecto de los efectos producidos, tales como que: (i) La precipitación de VC en la matriz austenítica está controlada por la difusión, y dicho proceso requiere una energía de activación de al menos 295 kJ/mol, valor muy cercano al asociado para la difusión del V en Fe [170]. Las partículas de V promueven un retardo en la recristalización estática como consecuencia del arrastre de soluto [199]. Durante las condiciones de deformación la precipitación del V tiene lugar durante la recristalización dinámica [170], promoviendo un aumento en el esfuerzo de fluencia del acero TWIP sin disminución de la velocidad de endurecimiento por deformación [171]. Por otro lado, la EFA está relacionada con la concentración de vacancias formadas durante el temple y la



formación de dichas fallas permite la formación de sitios disponibles para la nucleación en la matriz [171], los cuales adicionalmente permiten la formación de precipitados más estables de V en la matriz, (ii) El efecto de endurecimiento producido por el Nb en solución sólida es más efectivo a bajas temperaturas en la ferrita, mientras que las partículas precipitadas de NbC son mucho más efectivas en la matriz austenítica [200] (como es el caso del acero TW-Nb), las cuales son importantes en términos del retardo de la recristalización y endurecimiento de la matriz [201], y finalmente (iii) La presencia del Ti en solución sólida junto con la precipitación de TiC y Ti(C, N) en estos aceros TWIP, causan un retardo en la recristalización y ambos efectos contribuyen al aumento del esfuerzo pico [97].

En otros términos, el endurecimiento por solución sólida que provee el V [176] es más efectivo que el posible endurecimiento por precipitación generado por las partículas de VC. Tal y como se aprecia en los diagramas predictivos de Fact-Sage® de la Figura 3.1; con una precipitación parcial a 900°C, cuya disolución completa de estas partículas de VC se da a temperaturas superiores a 1000°C. En trabajos previos [184, 202] se ha podido concluir que aumentando el contenido de Mn se aumenta la solubilidad de VC en la austenita. Por otro lado, la solubilidad del V en la austenita es tal que podría existir escasa o cero precipitación del V durante la deformación en caliente [203], lo cual es un claro indicio que existe un mayor porcentaje de V disuelto en solución sólida. Por tal razón, el acero TW-V presenta la mayor Q_{HW} del grupo de aceros TWIP analizados.

La solubilidad de los productos de Ti y Nb, así como el comportamiento de precipitación son muy similares [204]. Si el contenido de N es muy alto, el Ti precipita como TiN [204], de forma subsecuente, se forman grandes y estables partículas precipitadas de Ti(C, N) y finalmente de TiC, siendo muy difícil de disolver el TiN y el Ti(C, N) durante las operaciones de recalentamiento [205]. Esta es la razón por la cual los precipitados de Ti no introducen un endurecimiento significativo por precipitación, ni tampoco el Ti en solución mejora el endurecimiento como lo hace el Nb [205]. Muchos de los precipitados de Ti a temperaturas elevadas se consideran como ineficientes, ya que las



partículas se encuentran demasiado crecidas. Consecuentemente, la Q_{HW} para estos aceros microaleados con Ti se ven afectados por dicho comportamiento, siendo menor que la Q_{HW} requerida por el acero TW-Nb.

La presencia de partículas precipitadas de los elementos microaleantes como el NbC y TiC producen un pequeño incremento de los valores del esfuerzo pico (σ_p) en los aceros TWIP analizados. Los efectos de endurecimiento por precipitación y solución sólida en la austenita, son las razones para el posible aumento del σ_p . Ambos mecanismos están asociados con el aumento ganado en la Q_{HW} del 16% para el acero TW-Ti, del 19% del TW-Nb y del 22% para el acero TW-V de este trabajo. A bajas temperatura de ensayo, la precipitación de carburos puede aumentar adicionalmente el valor de Q_{HW} . Por lo anterior, el valor de la energía de activación para la deformación en caliente es un parámetro de suma importancia para cuantificar el grado de dificultad y resistencia de los aceros durante la deformación en caliente [79]. No existen referencias previas sobre Q_{HW} en aceros TWIP microaleados, por ello la importancia de poder concluir en el presente trabajo que los aceros sin microalea (TW-NM) requieren menor Q_{HW} en comparación a los aceros microaleados con Nb, V y Ti, respectivamente.

3.12. La modelación de las curvas de fluencia para la deformación en caliente de los aceros TWIP.

3.12.1. Etapa I de endurecimiento por deformación y recuperación dinámica.

La Etapa I (Figura 1.16 del Capítulo 1) relacionada con la evolución de la densidad de dislocaciones durante el proceso de deformación, resultado del balance entre las generadas y almacenadas (endurecimiento) y su reordenación y aniquilación (recuperación dinámica), se determina según el procedimiento de análisis descrito en el Anexo A.5.1, basado en la determinación de un término característico para el endurecimiento ($(a'b)^2U$) y otro para el ablandamiento (Ω). La estimación de ambos parámetros se hizo mediante el



modelo de Estrin, Mecking y Bergström [154, 206], en función de su dependencia con el parámetro de Zener-Hollomon (Z), tomando en consideración la metodología descrita en el Anexo A.5.2. La Figura 3.21 muestra los gráficos de la metodología de cálculo empleada.

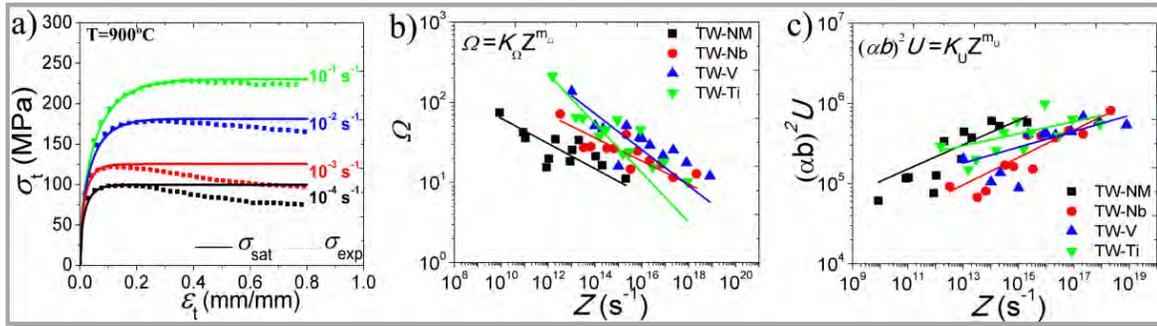


Figura 3.21. a) Determinación de los coeficientes de ablandamiento (Ω) mediante el ajuste de los datos experimentales de cada condición de ensayo del TW-NM a 900°C, b) Coeficientes de ablandamiento (Ω) vs. Z y c) coeficientes de endurecimiento ($(\alpha b)^2 U$) vs. Z de los aceros TW-NM, TW-Nb, TW-V y TW-Ti.

De los procedimientos anteriores se resumen los parámetros mostrados en la Tabla 3-V.

Tabla 3-V. Parámetros modelados de la etapa de endurecimiento y recuperación dinámica para los aceros TWIP.

Etapa de modelado	Parámetro modelado	Acero TWIP			
		TW-NM	TW-Nb	TW-V	TW-Ti
I. Ablandamiento (W) $\Omega = K_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}}$	K_{Ω}	2,374.72	3,817.65	101,277.12	1.08E6
	m_{Ω}	-0.15	-0.14	-0.22	-0.31
II. Endurecimiento (U) $(\alpha b)^2 U = K_U \cdot Z^{m_U}$	K_U	3,190.50	580.73	9,361.34	31,060.68
	m_U	0.15	0.17	0.09	0.07

De los valores mostrados en la Tabla 3-V, se hace evidente el comportamiento de ablandamiento de cada uno de los aceros TWIP ante la presencia de los elementos microaleantes, en la cual los coeficientes (K_{Ω}) correspondientes al parámetro (Ω) determinan la capacidad de ablandamiento experimentado en las diferentes condiciones de ensayo, pero a iguales valores de Z . Para este caso el acero TW-V es el que registra el ablandamiento más significativo del grupo a medida que se aumenta la velocidad



de deformación (ϵ) y la temperatura (T), seguido por el TW-Ti, TW-Nb y TW-NM. Lo anterior se corrobora mediante la correlación del esfuerzo de pico (σ_p) contra el valor del parámetro de Zener-Hollomon (Z) mostrado en la Figura 3.18(a), donde las pendientes (m) también determinan el endurecimiento de los aceros TWIP. Un procedimiento similar se aplica para la determinación de los coeficientes (K_U) del parámetro de endurecimiento (U), donde se aprecia que el acero sin microaleaer endurece más, seguido por los microaleados con Ti, V y Nb, respectivamente.

3.12.2. Etapa II de ablandamiento o recristalización dinámica.

Esta etapa (Figura 1.16) está representada por la recristalización dinámica mediante la ecuación de Avrami, la cual asume que el ablandamiento es proporcional a la fracción de volumen de material recristalizado (X), puede tratarse como un proceso de transformación de estado sólido con etapas de nucleación y de crecimiento. Es el mecanismo responsable del ablandamiento, visible directamente en las curvas de fluencia por la caída del esfuerzo. La modelización de esta etapa depende de los procesos que intervienen en el ablandamiento. En este caso podemos considerar que el valor más alto que va desde el esfuerzo pico (σ_p) hasta el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}), hace referencia al proceso de recristalización dinámica que se puede modelizar mediante las ecuaciones de Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami (KJMA) [155-159] descritas en el Anexo A.5.3. Tanto el procedimiento como las ecuaciones quedan caracterizadas por los valores de parámetros como: el exponente de Avrami (n), el coeficiente de Avrami (k) y del tiempo necesario para alcanzar el 50% de recristalización ($t_{50\%}$), n y k son constantes que dependen de la tasa de nucleación y crecimiento.

Para el cálculo de estos, se puede aplicar el método de la representación doble logarítmica graficando $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right)$ en función de $\ln\left(\frac{\epsilon-\epsilon_p}{\dot{\epsilon}}\right)$, considerando los valores experimentales comprendidos entre σ_p y el primer valor de σ_{ss} de las curvas de fluencia en caliente a una misma temperatura, Figura 3.22(a). De estos resultados se determina que a



medida que aumenta la velocidad de deformación disminuye la duración del proceso de recrystalización.

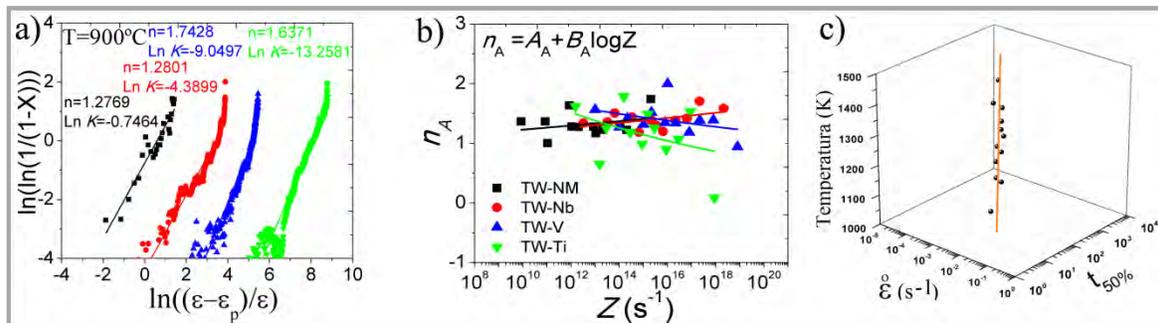


Figura 3.22. Procedimiento para la determinación de los parámetros de Avrami: a) Representación $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right)$ vs. $\ln\left(\frac{\epsilon-\epsilon_p}{\epsilon}\right)$, para la obtención de n_A y K_A de cada ensayo, b) n_A vs. Z , de los aceros TWIP analizados y c) Determinación de $t_{50\%}$ para estimar el 50% de recrystalización dinámica.

Mediante un ajuste por regresión lineal de los valores obtenidos de todos los ensayos, se determinó n_A para cada acero, Figura 3.22(b). En general, el coeficiente de Avrami (n_A) debe oscilar teóricamente entre 1 y 4. Las diferencias en los valores de n_A pueden ser asociadas a la saturación de los sitios disponibles para la nucleación, los cuales pueden ser vértices, límites y superficies de los límites de grano, alcanzando valores entre 1 y 2 para la nucleación de nuevos granos recrystalizados dinámicamente en los límites del grano austenítico, condición observada en los resultados obtenidos para los cuatro aceros analizados, Figura 3.22(b). Debido a que en estos lugares hay una densidad de núcleos lo suficientemente elevada para que el grano no crezca demasiado cuando se tocan con los granos vecinos, se produce un refinamiento de grano [190]. Esto corresponde con la suposición basada en el hecho de que una curva que presenta comportamiento de pico simple, da lugar a un refinamiento de grano, tal y como es el caso de las curvas mostradas en la Figura 3.17.

Finalmente, la fracción en volumen del material recrystalizado (X) se supondrá proporcional al ablandamiento observado en la curva, lo cual permite determinar el tiempo experimental necesario para el 50% de recrystalización ($t_{50\%}$), que es el tiempo



correspondiente a la mitad del ablandamiento. Ajustando el comportamiento de los datos experimentales de la Figura 3.22(c), se determinan los valores del coeficiente de Avrami ($K_{t50\%}$), el exponente de Avrami ($m_{t50\%}$) y la energía de activación (Q_t) necesarios para la determinación de $t_{50\%}$. Los parámetros calculados de esta etapa empleando los tres modelos, se resumen en la Tabla 3-VI.

Tabla 3-VI. Parámetros modelados de la etapa de ablandamiento y recristalización dinámica.

Etapa de modelado	Parámetro modelado	Acero TWIP			
		TW-NM	TW-Nb	TW-V	TW-Ti
III. Deformación pico (ε_p) $\varepsilon_p = K_{\varepsilon_p} \cdot Z^{m_{\varepsilon_p}}$	K_{ε_p}	0.01	0.006	0.001	0.01
	m_{ε_p}	0.08	0.10	0.13	0.09
IV. Exponente de Avrami. $n_A = A_A + B_A \cdot \log Z$	A_A	1.13	0.79	2.31	3.01
	B_A	0.006	0.01	-0.02	-0.05
	n_A	1.21	1.05	1.98	2.35
V. Tiempo para el 50% de recristalización dinámica. $t_{50\%} = K_{t50\%} \cdot \varepsilon^{m_{t50\%}} \cdot \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right)$	$K_{t50\%}$	0.006	0.12	0.07	0.03
	$m_{t50\%}$	-1.10	-1.01	-1.07	-1.08
	Q_t (kJ/mol)	27.44	8.64	9.03	12.29

De los datos mostrados en la Tabla 3-VI se aprecia que las diferencias más significativas están dadas por la energía de activación (Q_t) y el coeficiente de Avrami ($K_{t50\%}$) necesarios para el 50% de la recristalización. Los valores de Q_t indican que el acero TW-NM requiere de una mayor energía de activación para alcanzar las condiciones de 50% de recristalización, mientras que el TW-Nb requiere de una menor energía de activación para el mismo fin.

Por otro lado, la velocidad de nucleación definida por $K_{t50\%}$ indica que es el acero TW-Nb el cual alcanza el mayor valor de los cuatro aceros analizados. Sin embargo, la relación entre los parámetros A_A y B_A para la determinación del exponente de Avrami (n_A), indica que la velocidad de crecimiento es mayor para el acero TW-Ti comparado con los otros aceros. Adicionalmente, los exponentes de Avrami muestran una correlación directa con el tamaño de grano inicial, de modo que cuando éste es más fino, el valor del exponente es mayor. La cinética de recristalización es similar para los tres aceros TWIP microaleados y presentan una disminución de la energía de activación (Q_t) necesaria para la



recristalización. Lo cual se interpreta en términos de diferencia en los sitios disponibles como son: partículas precipitadas, juntas triples de grano y límites de grano.

3.12.3. Etapa III de la modelación del esfuerzo de pico (σ_p) y la etapa de estado estable (σ_{ss}).

En esta etapa se predice el valor del esfuerzo de estado estable y el esfuerzo de pico mediante el modelo de Sellars y Tegart [160], posteriormente corregido por Cabrera *et al.* [103] en función de la dependencia del módulo de Young corregido por la temperatura empleando la metodología descrita en la sección A.5.4. La modelización de esta etapa, basada en el comportamiento mecánico, permite relacionar el esfuerzo de pico (σ_p) y de estado estable (o de saturación) (σ_{ss}) con la temperatura y la velocidad de deformación.

De la literatura previa [70, 86, 207 -208] para aceros TWIP se consideran las constantes: $D_0 = 1.6 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$, $Q_{sd} = 285 \text{ kJ/mol}$ y E se determina en función de la temperatura ($E(T)$). El módulo de corte (μ) a 300 K ($8.31 \times 10^4 \text{ MPa}$), T_M la temperatura de fusión de los aceros TWIP de este trabajo (1673 K) y ν el coeficiente de Poisson que toma un valor de 0.3 para aceros TWIP. Para facilitar el análisis, se fija el exponente de termofluencia (creep) en $n=5$, que es uno de los valores frecuentemente reportados. Al representar $\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right)^{1/5}$ en función de $\left(\frac{\sigma_p}{E(T)}\right)$ para todas las condiciones experimentales, Figura 3.23(a), se observa que los puntos se alinean y ajustan adecuadamente mediante la función del seno hiperbólico, al igual que la representación de $\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right)^{1/5}$ en función de $\left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)$, Figura 3.23(b).

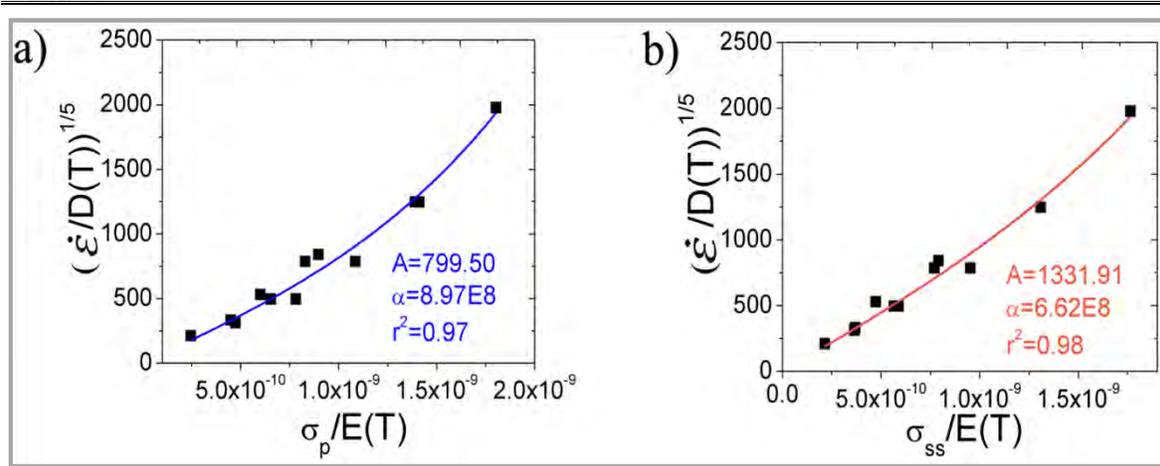


Figura 3.23. a) Evolución de $\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right)^{1/5}$ vs. $\left(\frac{\sigma_p}{E(T)}\right)$, y b) Evolución de $\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right)^{1/5}$ vs. $\left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)$ para el acero TW-NM y sus respectivas curvas de ajuste mediante la ecuación del seno hiperbólico.

Los parámetros modelados de las etapas presentes se resumen en la Tabla 3-VII.

Tabla 3-VII. Parámetros modelados del comportamiento del esfuerzo de pico (σ_p) y de estado estable (σ_{ss}).

Etapa de modelado	Parámetro modelado	Acero TWIP			
		TW-NM	TW-Nb	TW-V	TW-Ti
VI. Esfuerzo pico y de estado estable.					
$\left[\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right]^{1/5} = A_{\sigma_p} \cdot \sinh \left[\alpha_{\sigma_p} \left(\frac{\sigma_p}{E(T)} \right) \right]$	A_{σ_p}	799.51	1017.79	498.25	541.86
	α_{σ_p}	8.97E8	7.12E8	1.21E9	1.12E9
$\left[\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right]^{1/5} = A_{\sigma_{ss}} \cdot \sinh \left[\alpha_{\sigma_{ss}} \left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)} \right) \right]$	$A_{\sigma_{ss}}$	1331.91	1563.23	779.23	683.07
	$\alpha_{\sigma_{ss}}$	6.62E8	5.41E8	9.83E8	1.01E9

De los valores mostrados en la Tabla 3-VII se aprecia que los valores aparentes de sensibilidad de Z con el esfuerzo aplicado (A_{σ_p} y α_{σ_p}) determinados para modelar el esfuerzo pico (σ_p) son más altos para el caso del acero TW-Nb, seguido en orden decreciente por los aceros TW-NM, TW-Ti y TW-V. En el caso de los parámetros estacionarios del esfuerzo de estado estable (σ_{ss}), igualmente el TW-Nb es el que alcanza el valor mayor, seguido en orden decreciente por los aceros TW-NM, TW-V y TW-Ti. Lo anterior se correlaciona a que cuando se obtienen valores mayores en el esfuerzo de estado



estable (como el caso del TW-Nb), esto representa una menor zona de ablandamiento durante la etapa de deformación en caliente, tal y como se aprecia para el acero TW-Nb en las Figuras 3.17(a, b y c).

3.12.4. Etapa IV de la validación del modelo y las ecuaciones constitutivas.

Para los aceros TWIP sin microalea y microaleados con Nb, V y Ti, respectivamente, se introducen los parámetros correspondientes de las Tablas 3-V, VI y VII en las ecuaciones mostradas según la metodología descrita en el Anexo A.5.5. Una vez simplificadas las ecuaciones, es necesario evaluarlas en el rango de deformación verdadera ($\varepsilon = 0$ a 0.8) empleado experimentalmente en los ensayos de los cuatro aceros, para de esta manera determinar la validez de los modelos utilizados.

La Figura 3.24 muestra la comparación entre las curvas obtenidas experimentalmente y las teóricas que predicen las ecuaciones constitutivas para los cuatro aceros TWIP analizados. Se puede apreciar que el modelo ajusta con buena aproximación ($R^2=0.93$) a los datos experimentales para los cuatro aceros, sin embargo, las diferencias más grandes entre el modelo y las curvas experimentales se encontraron en los ensayos de alta velocidad y alta temperatura principalmente en las Figuras 3.24(f, i, y l).

El efecto de la precipitación de los elementos microaleantes tiene un efecto moderado sobre la deformación en caliente, ya que los resultados obtenidos en la modelización matemática no requirieron correcciones debido a la influencia del Nb, V y Ti. Las desviaciones detectadas a $T=1100^\circ\text{C}$ en los aceros microaleados con Nb, V y Ti, se asocian a diversas causas posibles durante la experimentación (error experimental): a un deficiente control de las temperaturas elevadas en el equipo, errores de experimentación debido a la velocidad de deformación de la máquina y la respuesta lenta de la misma, problemas con la fricción entre la muestra y las mordazas, o desviación de la muestra durante el ensayo por un ablandamiento mayor a elevadas temperaturas. Otra causa del problema, es atribuido a que las curvas teóricas consideran un ensayo isotérmico siendo que



las experimentales sufren un calentamiento adiabático, alcanzando un calentamiento mayor al esperado, lo que se traduce a un mayor ablandamiento. A pesar de los argumentos anteriores, el error máximo o desviación entre los modelos no es mayor al 15%.

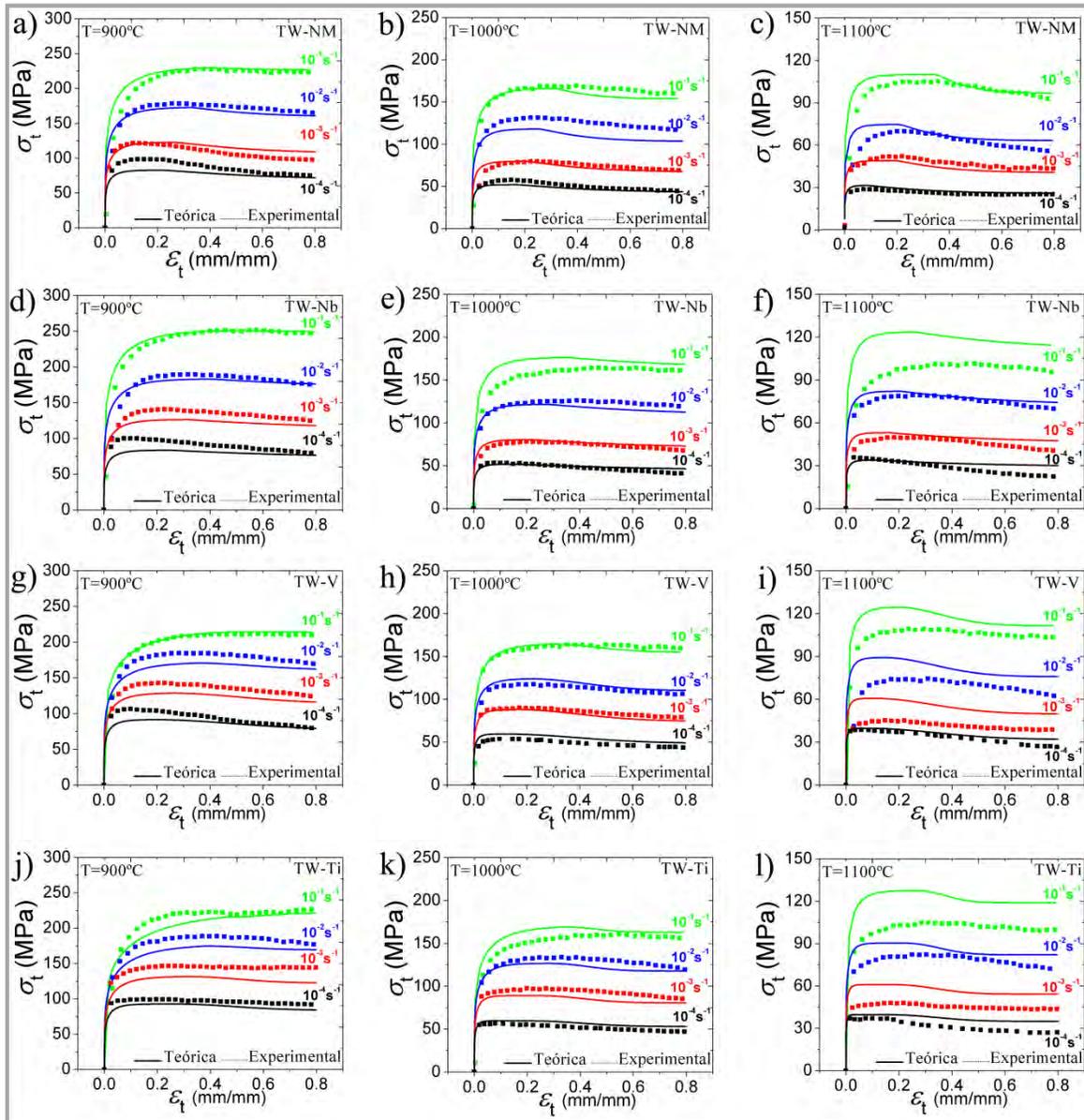


Figura 3.24. Comparación y validación del modelo teórico vs. las curvas experimentales (σ_t vs. ϵ_t) de deformación en caliente de los aceros TWIP: a) T=900°C, b) T=1000°C y c) T=1100°C; del acero TW-Nb a) d) T=900°C, e) T=1000°C y f) T=1100°C; del acero TW-V a) g) T=900°C, h) T=1000°C, i) T=1100°C; y del acero TW-Ti a) j) T=900°C, k) T=1000°C y l) T=1100°C.



3.13. La evolución microestructural durante la deformación en caliente.

La Figura 3.25, muestra los mapas de MEB-EBSD de la evolución de la microestructura durante la deformación en caliente para el acero TW-NM deformado a 1100°C y velocidad de deformación de 10^{-4}s^{-1} , Figuras 3.25(a y c); y a 900°C y velocidad de deformación de 10^{-1}s^{-1} , Figuras 3.25(b y d). Las Figuras 3.25(a y b), se muestran con contraste de banda (CB), lo que permite obtener una imagen más nítida de la microestructura presente, así como los límites de grano (LG) en negro y los subgranos con líneas blancas. Para tal efecto, el análisis se realizó determinando los sitios coincidentes de red ó Σ -Límites (SCR), empleando valores de ángulo bajo $\theta < 2^\circ$ y valores de ángulo alto $2^\circ < \theta < 15^\circ$. En la Figura 3.25(a), se aprecia que a mayor temperatura de deformación se genera una estructura más burda y heterogénea, donde se hace evidente solo una pequeña fracción de subgranos presentes (líneas blancas), lo cual es indicativo de que los granos recrystalizaron dinámicamente y en su mayoría alcanzaron un tamaño mayor durante el tiempo de duración del ensayo. Para el TW-NM deformado a menor temperatura mostrado en la Figura 3.25(b), se aprecia una estructura heterogénea donde no hubo recrystalización dinámica completa, existen granos alargados en la dirección del flujo de la deformación completamente subestructurados (líneas blancas en su interior) o deformados, rodeados de granos más pequeños recrystalizados, formando la típica estructura de collar (necklace effect).

Adicionalmente, en las Figuras 3.25(a y b), se muestran los SCR Σ -3 (líneas rojas, “maclas”), SCR Σ -9 (líneas azules) y SCR Σ -27 (líneas amarillas). Para el primer caso es evidente la presencia las maclas (Σ -3) de recocido en los granos mayores, algunas de estas en agrupaciones múltiples y con la misma orientación. Los SCR Σ -9 y Σ -27 en su mayor parte se encuentran localizados hacia los límites de grano, lo cual es un indicio de una evolución en su orientación cristalina (rotación) hasta llegar a convertirse en límites de grano. En el caso de la Figura 3.25(b), las maclas (Σ -3) solo se hacen evidentes en los nuevos granos finos recrystalizados y hacia los límites de grano es posible observar algunas de ellas con forma “serrada”, convirtiéndose en sitios propicios para la nucleación de nuevos granos y en los granos deformados no hay presencia de maclas. Lo anterior es



acorde con la explicación teórica de Sakai *et al.* [209], quienes mencionan que a tales condiciones de deformación en caliente, las maclas presentes en su totalidad son maclas de recocido y no maclas de deformación.

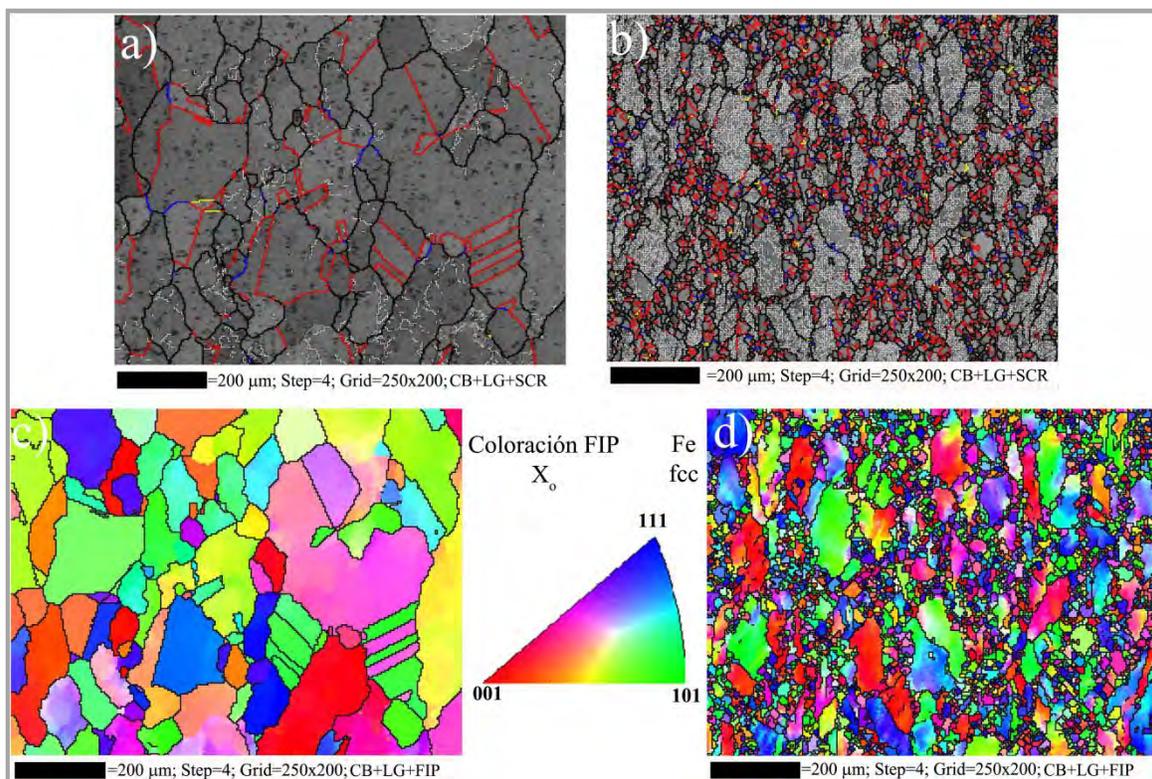


Figura 3.25. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-NM deformado a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-NM deformado a $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{s}^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.

De las Figuras 3.25(c y d), las componentes de las figuras inversas de polos (FIP), permiten determinar las direcciones cristalográficas en términos de un sistema coordinado simple. De estos mapas se pueden determinar las orientaciones cristalinas de los granos orientados preferentemente hacia la dirección $\langle 111 \rangle$ en azul, $\langle 101 \rangle$ en verde ó $\langle 001 \rangle$ en rojo, las tonalidades intermedias, son un indicativo de regiones que se encuentran en transición entre dos de estas orientaciones. Los granos con orientación $\langle 111 \rangle$ siguen la dirección del flujo de deformación del material. Es importante hacer notar, que en las condición de deformación mostrada en la Figura 3.25(c) ($T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$), no se pudo establecer un patrón de orientación cristalina o textura de deformación debido a que las



temperaturas empleadas hacen que los cristales sigan un patrón aleatorio de orientación, debido a la difusión térmica y a la fluencia en caliente. Para la condición de deformación de la Figura 3.25(d) ($T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{s}^{-1}$) la textura obtenida mediante el análisis de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) fue del tipo “Goss”, cuyas componentes se resumen en la Tabla A-I del Anexo A.3.1

La Figura 3.26, corresponde a los mapas de deformación obtenidos en MEB-EBSD del acero TW-Ti, donde se aprecia una microestructura con granos más alargados debido al flujo de la deformación y engrosados por efecto del tiempo a temperatura elevada, Figura 3.26(a), en comparación con el TW-NM de la Figura 3.25(a). En su mayoría no son granos claramente definidos por límites y existe la presencia de solo un pequeño volumen de maclas de recocido (Σ -3) alojadas aleatoriamente en granos más finos. Para la condición de menor temperatura de deformación y velocidad alta de deformación en las Figuras 3.26(b y d) del acero TW-Ti, se aprecia una microestructura con granos deformados rodeados de granos más finos en condición de recristalización dinámica incompleta, Figura 3.26(b). Se presentan además SCR (Σ -3, Σ -9 y Σ -27) aislados, tanto en granos finos como en grandes, con un porcentaje grande de subgranos al interior de éstos.

Para el acero TW-Ti se aprecia que a la condición de deformación de mayor temperatura, Figura 3.26(c), existe una fracción mayor de la estructura cristalina orientada hacia la dirección $\langle 101 \rangle$ en verde, esta zona corresponde a regiones subestructuradas. Algunas zonas contiguas de esta misma muestra se encuentran en transición de la dirección $\langle 101 \rangle$ hacia la $\langle 111 \rangle$ (azul) y $\langle 001 \rangle$ (rojo), siendo esta última otra dirección representativa de algunas zonas orientadas de la muestra. Solo una pequeña fracción de granos finos y ligeramente deformados se orienta hacia la dirección del flujo de deformación de la muestra $\langle 111 \rangle$ (azul). Para el caso de la muestra deformada a más baja temperatura, Figura 3.26(d), existe una mayor cantidad de granos finos orientados hacia la dirección de deformación $\langle 111 \rangle$, y el resto se encuentran en rotación hacia o desde las direcciones $\langle 001 \rangle$ y $\langle 101 \rangle$. Como se puede apreciar haciendo un comparativo con el acero TW-NM, Figuras 3.25(c y d), en el acero TW-Ti se aprecian patrones más claros de orientación cristalina y de la rotación que experimenta en ambas condiciones de



deformación. Sin embargo, en el análisis de sus FDO, no se presentaron patrones claros de textura.

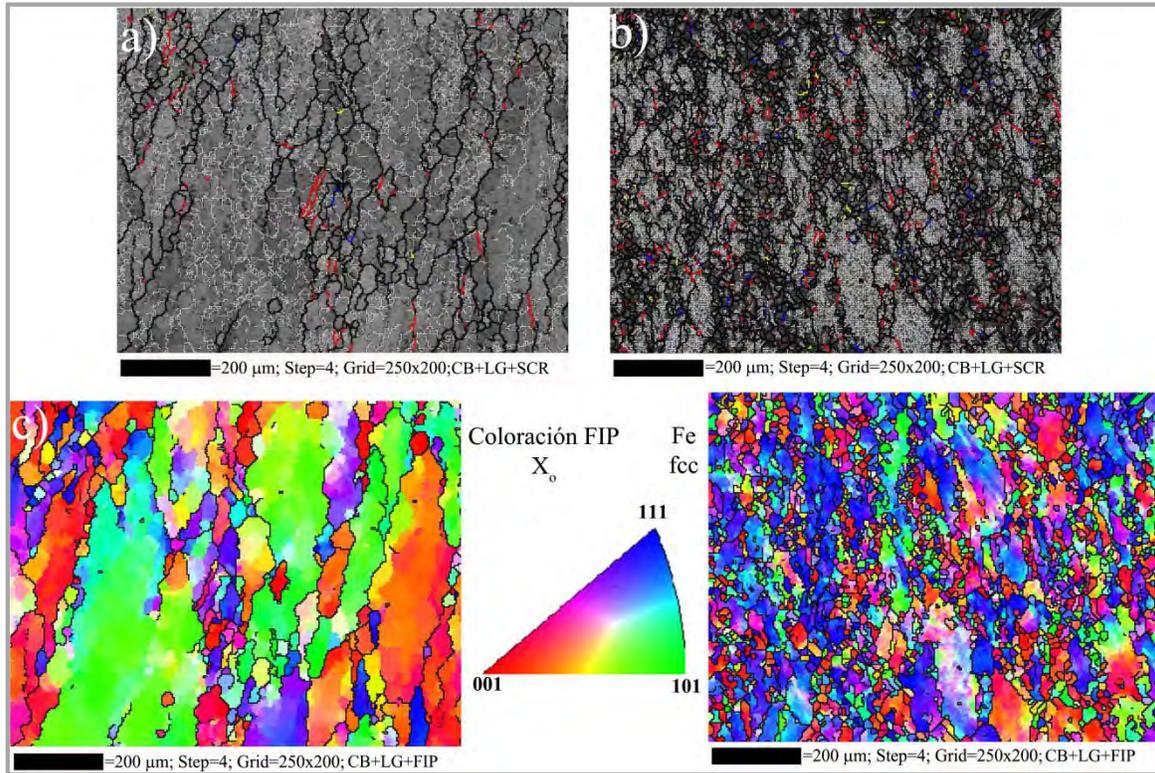


Figura 3.26. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-Ti deformado a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-Ti deformado a $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{s}^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.

Los aceros TW-NM y TW-Ti presentan las condiciones extremas detectadas durante el análisis de las microestructuras deformadas en caliente. Para el caso de los aceros TW-Nb (Figura 3.27) y TW-V (Figura 3.28), se aprecia una tendencia muy similar a los aceros arriba descritos en las diferentes condiciones de ensayo.

Para el acero TW-Nb deformado a temperatura elevada de la Figura 3.27(a), se aprecia un buen grado de refinamiento y homogeneidad en los granos austeníticos. Mientras que a baja temperatura de deformación, Figura 3.27(b), se aprecia una presencia muy alta de granos subestructurados. Prácticamente no hay granos recristalizados durante esta condición, a diferencia de los aceros TW-NM y TW-Ti. La presencia de SCR de tipo



Σ -3 (maclas) es baja, las cuales se encuentran principalmente en los límites de grano o en las zonas donde existen límites “serrados” propicios para la nucleación de nuevos granos recristalizados.

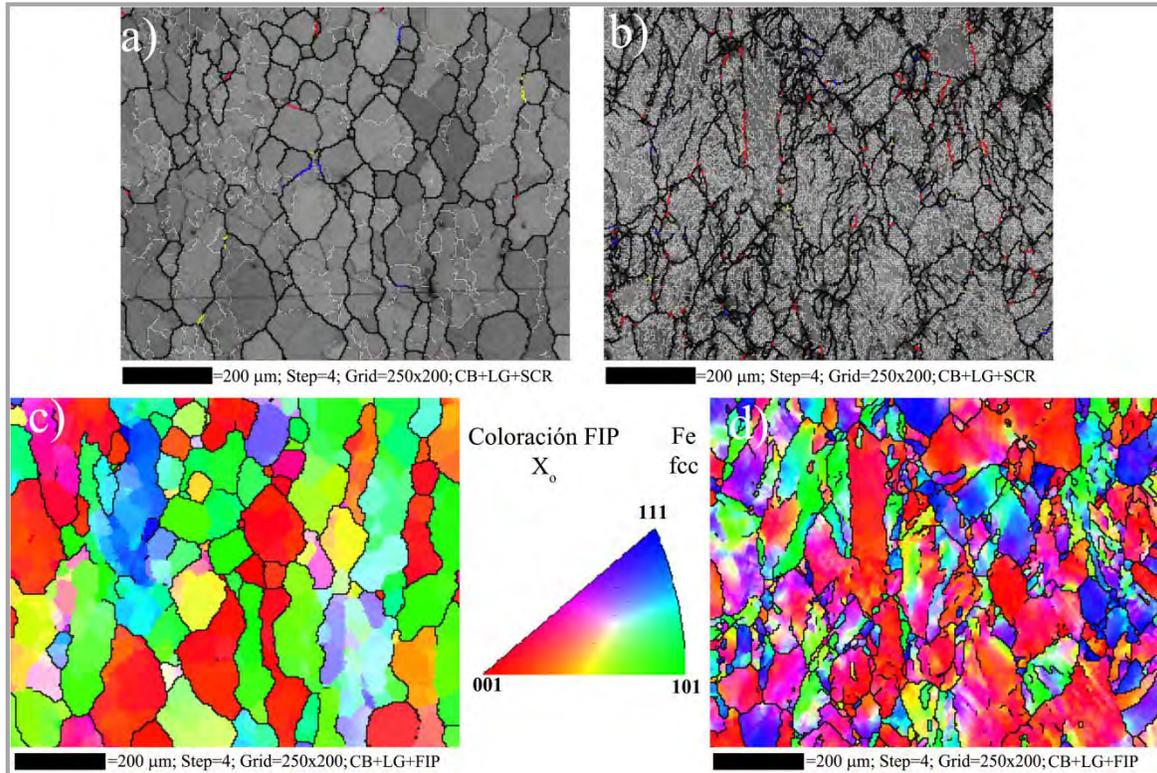


Figura 3.27. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-Nb deformado a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-Nb deformado a $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{s}^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.

En el caso del acero TW-V deformado a elevada temperatura mostrado en la Figura 3.28(a), se aprecian zonas con mayor tamaño de grano austenítico, y la presencia de maclas (Σ -3) se hace evidente en los límites de grano. La condición de deformación a 900°C , Figura 3.28(b), muestra granos austeníticos alargados y con alta población de subestructuras. En zonas adyacentes a los granos de mayor tamaño se aprecian estructuras de collar formadas por granos nuevos recristalizados.

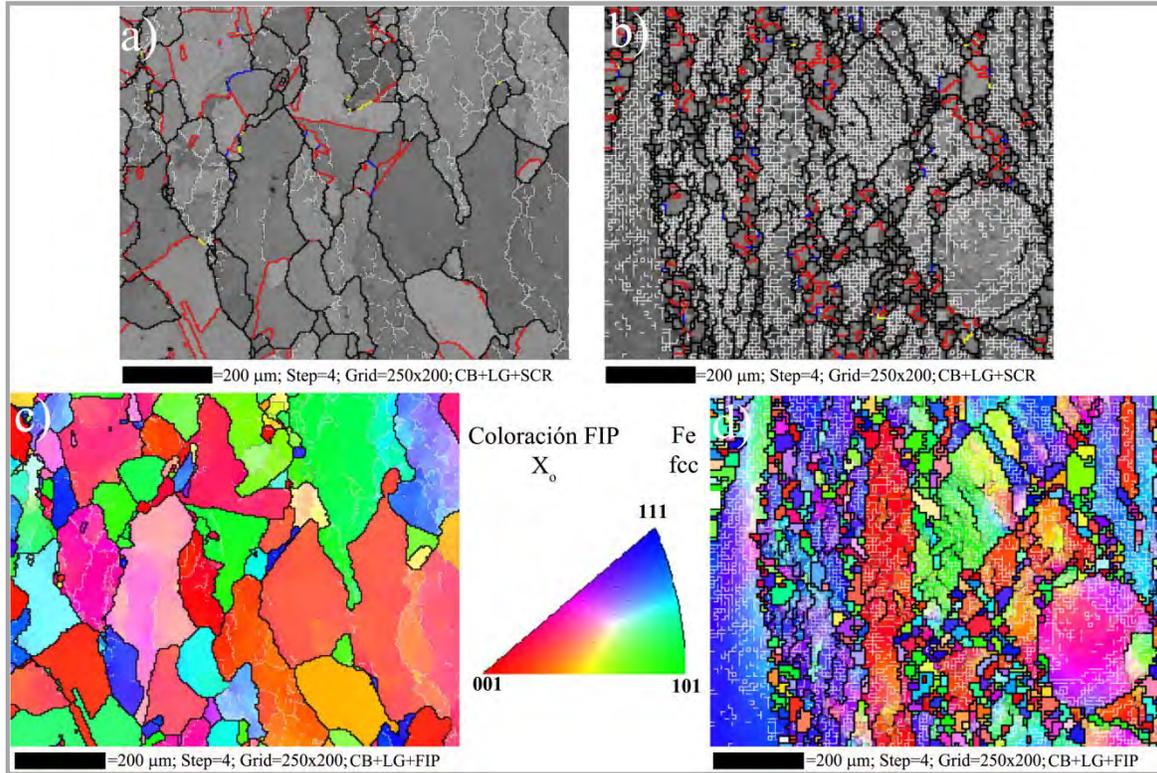


Figura 3.28. Mapas de MEB-EBSD de la evolución microestructural del acero TW-V deformado a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$; a) CB+LG+SCR y c) CB+LG+FIP. Y mapas del acero TW-V deformado a $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{s}^{-1}$; b) CB+LG+SCR y d) CB+LG+FIP.

Como resultado de los ensayos de deformación en caliente, se puede asumir que el acero TW-Ti alcanza un mayor refinamiento de grano, seguido en orden decreciente por los aceros TW-V, TW-Nb y TW-NM. De la Figura 3.29(a), se aprecia que las regiones con tamaño de grano austenítico mayor representan una fracción del 51% de granos subestructurados, una fracción más pequeña del 29% son granos recristalizados (azules) alrededor de estos y el resto correspondiente al 20% son granos que permanecen deformados. Por otro lado, en la condición de deformación con $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{s}^{-1}$ mostradas en la Figura 3.29(c), se aprecia que se obtuvo el mayor porcentaje de granos recristalizados y refinados (azules).

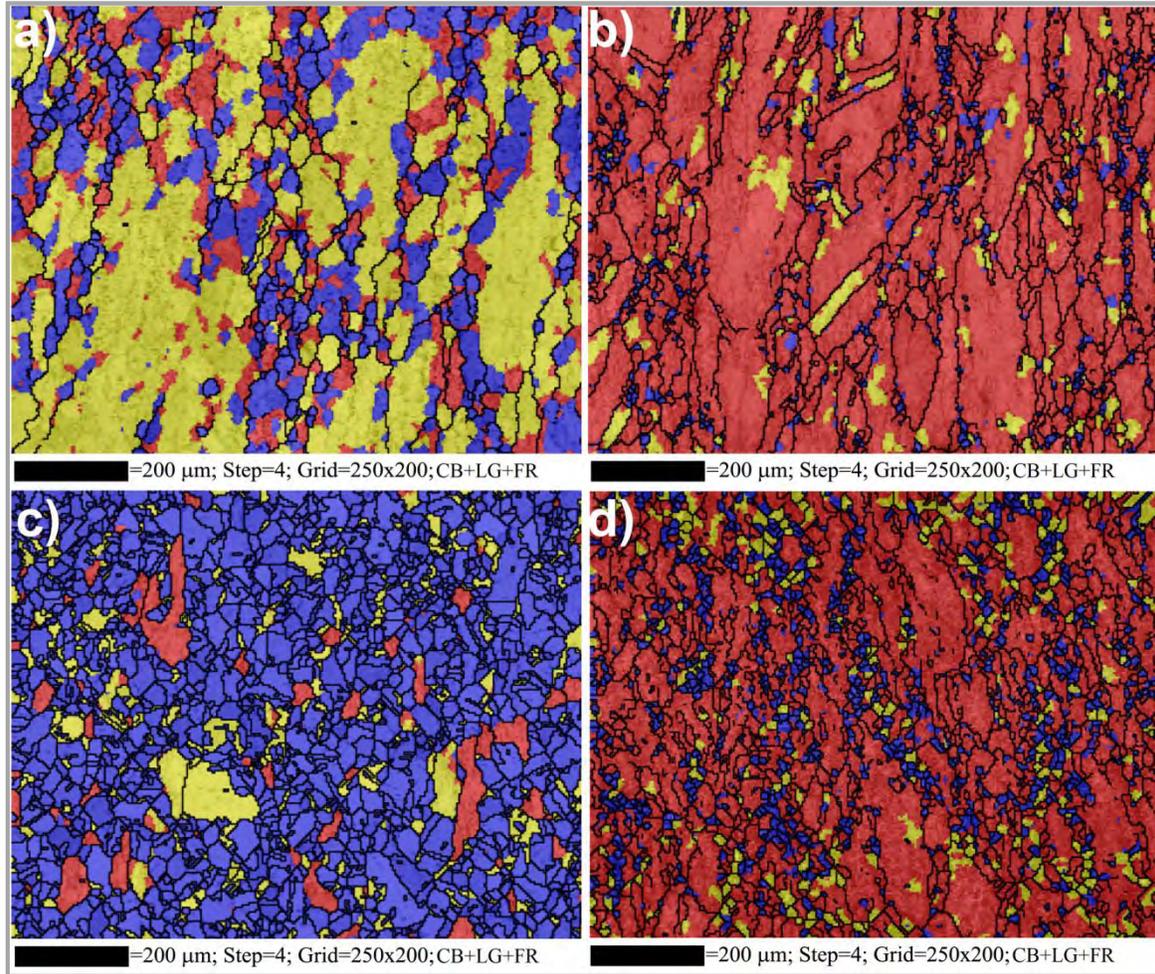


Figura 3.29. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-Ti a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$.

Para las condiciones de deformación del acero TW-V mostradas en las imágenes de la Figura 3.30, se aprecia que el porcentaje de granos recristalizados es ligeramente menor al acero TW-Ti. Sin embargo, el refinamiento alcanzado que se aprecia en la Figura 3.30(c) no es relevante en comparación al acero TW-Ti. La condición crítica de menor temperatura (900°C) y mayor velocidad de deformación ($\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$), Figura 3.30(d), muestra granos con mayor porcentaje de deformación, así como la presencia del efecto de collar alrededor de éstos.

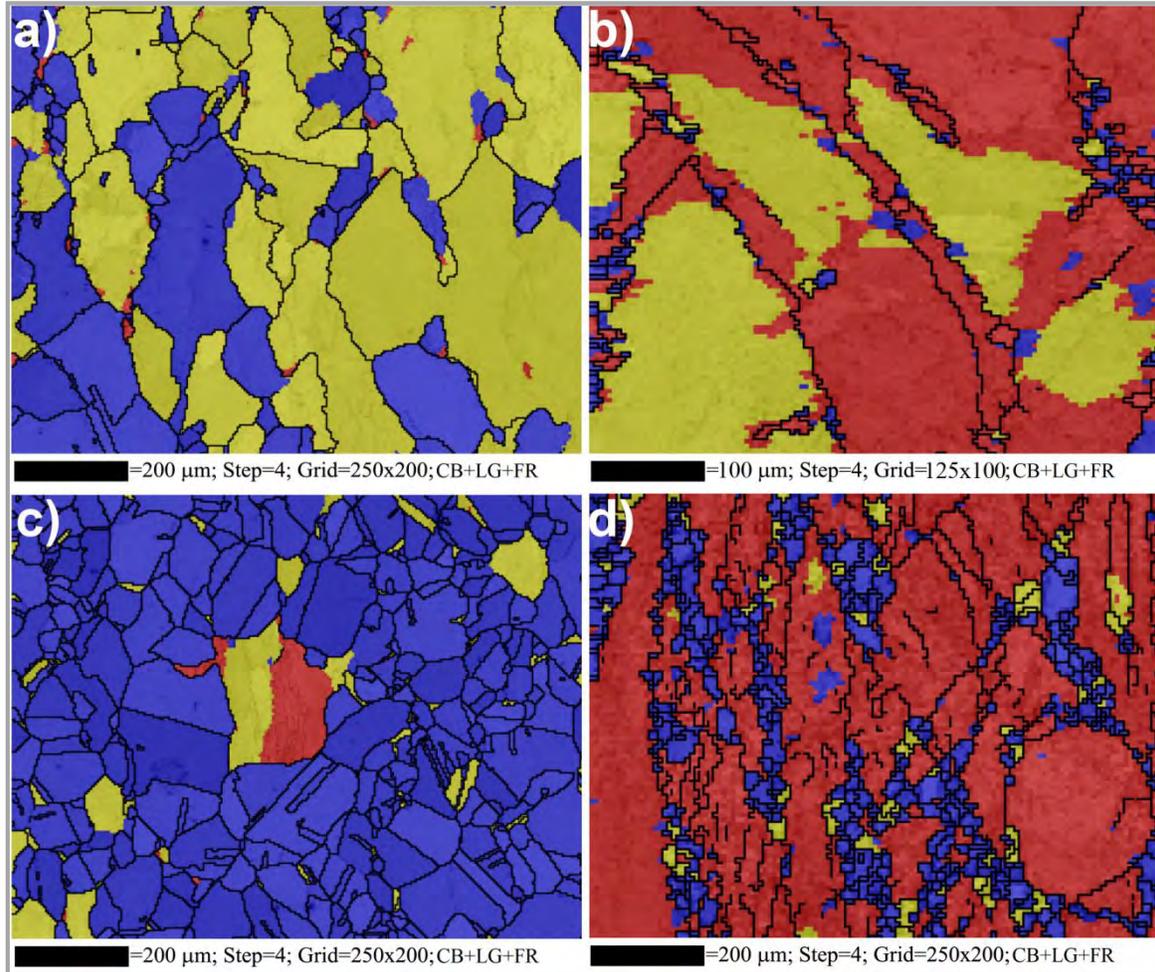


Figura 3.30. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-V a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$.

Las imágenes de la Figura 3.31 muestran las condiciones de deformación en caliente para el acero TW-Nb. En ellas se aprecia un menor porcentaje de granos recristalizados (azules). El grado de deformación y la presencia de subestructuras, Figuras 3.31(a, b y d), son mucho mayores comparadas con los aceros TW-Ti y TW-V. En la condición mostrada en la Figura 3.31(c), a $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, se aprecia que los granos que permanecen deformados, los subestructurados e incluso algunos recristalizados mantienen su aspecto elongado, esto último es un indicio de recristalización dinámica parcial.

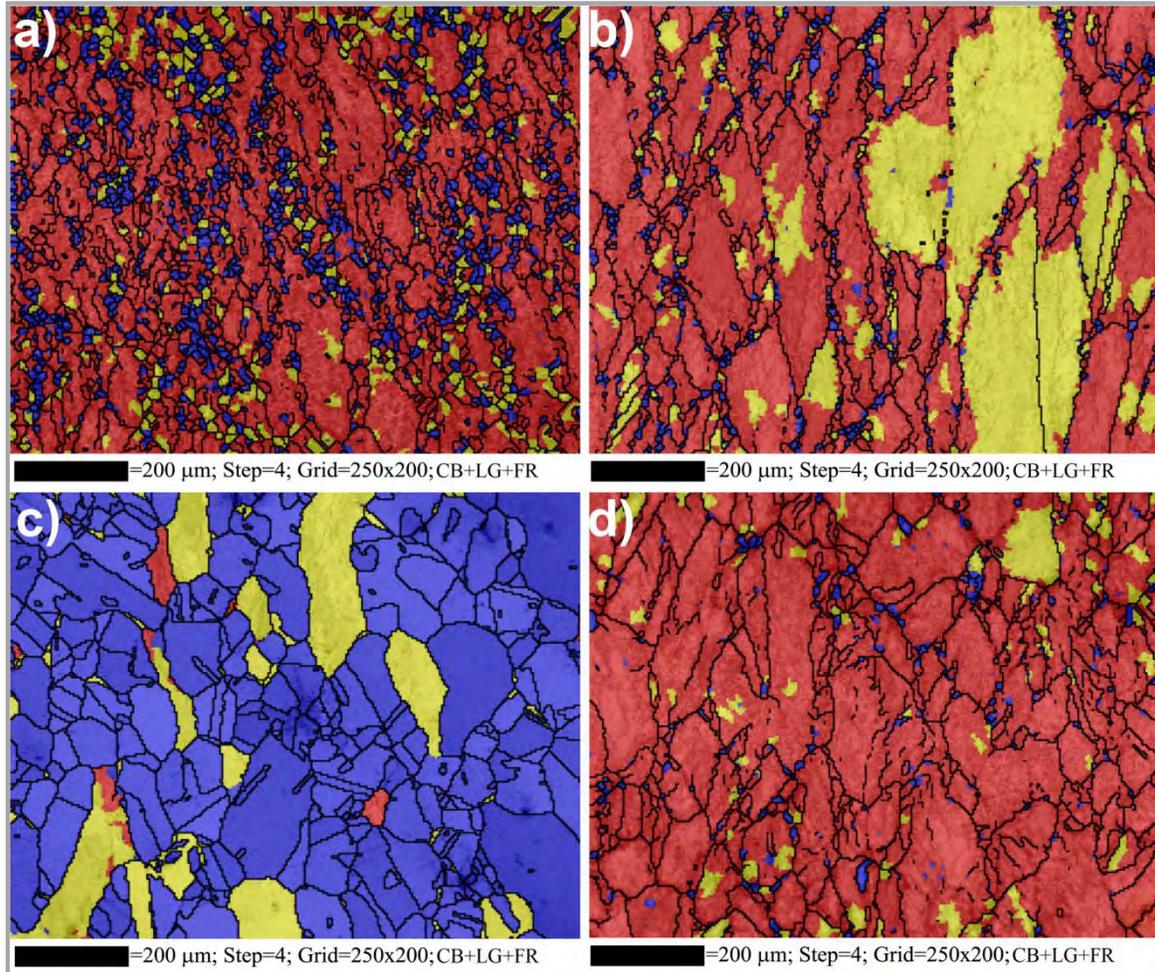


Figura 3.31. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-Nb a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$.

Finalmente, la Figura 3.32, corrobora mediante la fracción recrystalizada (FR), el efecto de la recrystalización en el acero TW-NM deformado en caliente, donde se aprecia en la condición de la Figura 3.32(a), que solo una fracción equivalente al 41% de los granos consiguió la recrystalización (granos azules), otra fracción mínima del 1% aparece todavía como estructura deformada (granos rojos), mientras que otra fracción equivalente al 58% restante aparece como subestructurada (deformada con tendencia a recrystalizar) (granos amarillos). Para el caso de deformación a baja temperatura de la Figura 3.32(d), los granos finos de la estructura de “collar” alrededor de los granos largos deformados, se muestran completamente recrystalizados (azul), representando el 37% del total, una pequeña fracción



de granos subestructurados (amarillo) equivalen al 9%, los cuales se localizan preferentemente en el límite de los granos largos deformados (rojo), estos últimos representan una fracción de 54% del total.

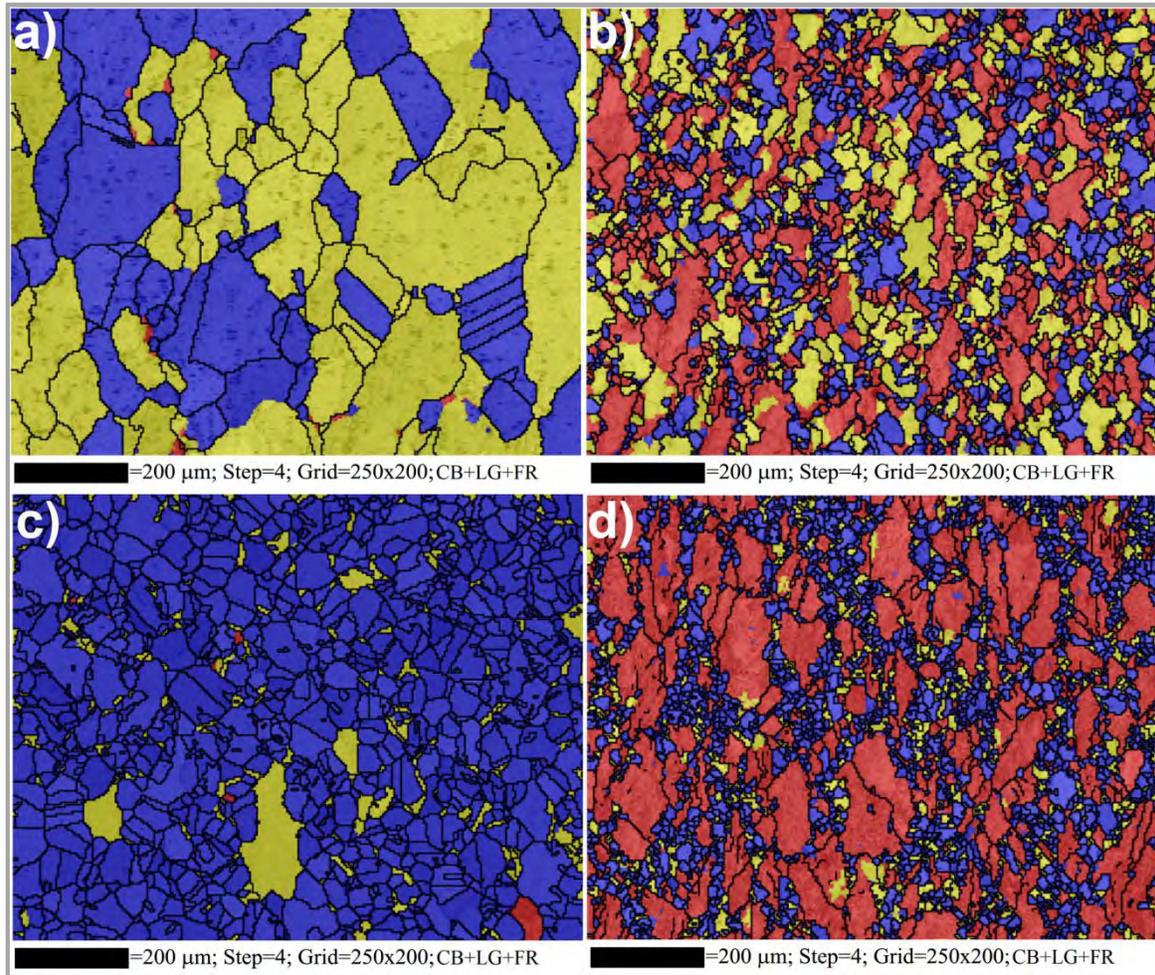


Figura 3.32. Mapas de MEB-EBSD (CB+LG+FR) empleados para cuantificar el tamaño de grano austenítico posterior a la deformación en caliente del acero TW-NM a diferentes condiciones de deformación: a) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, b) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, c) $T=1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$ y d) $T=900^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$.

Durante la etapa de estado estable, aunque los esfuerzos permanecen constantes, la microestructura evoluciona, pero en cierta forma las propiedades mecánicas permanecen constantes. El valor más importante que sirve para describir el fenómeno de recristalización dinámica en esta etapa, es el tamaño de grano recristalizado (D_{rec}), el cual depende



directamente del valor de σ_{ss} . Una corrección a la relación propuesta por McQueen y Jonas [142], ha sido considerada en la ecuación de Derby [210]:

$$\left(\frac{\sigma_{ss}}{\mu}\right)\left(\frac{D_{rec}}{b}\right)^n = K \quad (17)$$

$$1 \leq \left(\frac{\sigma_{ss}}{\mu}\right)\left(\frac{D_{rec}}{b}\right)^n \leq 10 \quad (18)$$

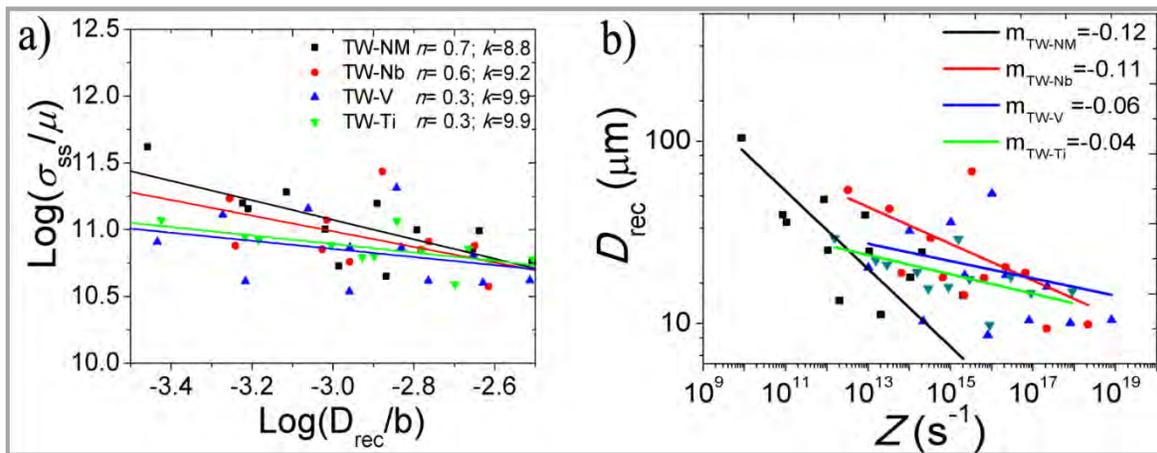


Figura 3.33. a) Relación entre el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) normalizado por el módulo de corte (μ), y el tamaño de grano recristalizado (D_{rec}) normalizado por el vector de Burgers (b); que permiten la determinación de las constantes de Derby (n y K) para los aceros TWIP analizados; y b) La relación entre D_{rec} vs. el parámetro de Zener-Hollomon (Z).

De la Figura 3.33(a), se aprecia que los aceros TW-NM y TW-Nb, poseen buen ajuste con la ecuación de Derby, ya que su exponente n se encuentra cercano a $2/3$, y los valores del coeficiente K se encuentran entre 1 y 10. Sin embargo, los aceros TW-V y TW-Ti, tienen una reducción a $n=1/3$. El tamaño de grano recristalizado muestra el esfuerzo de flujo del estado estable. Por esa razón, un tamaño de grano recristalizado grande, indica un valor de σ_{ss} bajo. El acero TW-NM presentó el mayor tamaño de grano recristalizado a alta temperatura y baja velocidad de deformación, tal como se aprecia en la Figura 3.33(b). Nuevamente se hace evidente que la presencia del V y Ti, son los microaleantes que tienen una mayor influencia sobre la inhibición del crecimiento de grano austenítico durante la deformación en caliente por presentar las pendientes más bajas: $m=0.06$ y 0.04 , respectivamente, como se aprecia en la Figura 3.33(b).



3.14. La evolución de texturas durante la deformación en caliente.

En términos generales, los aceros TWIP analizados presentaron diferentes patrones de textura a medida que se disminuyó la temperatura de deformación de 1100 a 900°C, y solo en algunos casos particulares, ésta se pudo determinar con precisión, basándose en los patrones de orientación de la Tabla A-I del anexo A.3.1. La Figura 3.34 muestra las diferentes texturas cristalinicas que se pueden obtener durante la deformación en caliente y en frío de los aceros TWIP.

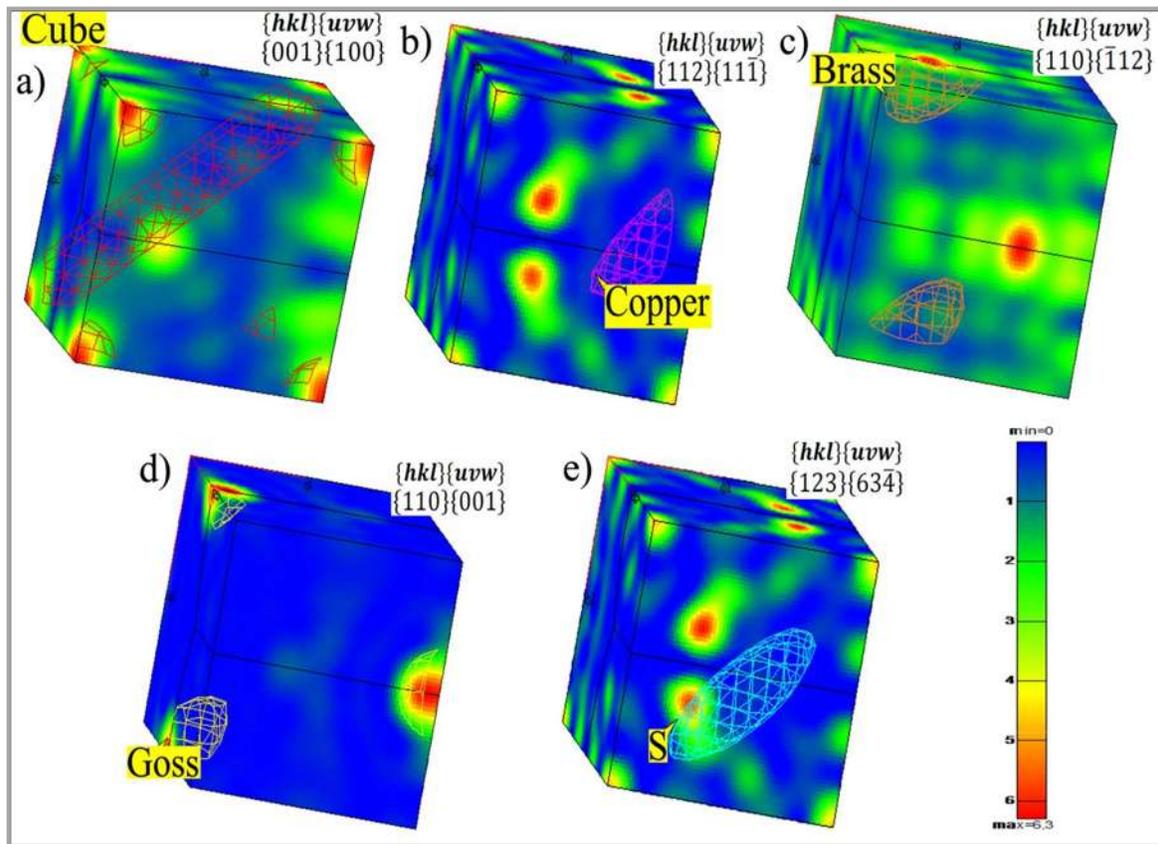


Figura 3.34. Texturas cristalinicas que se pueden obtener durante la deformación de los aceros TWIP: a) Cube, b) Copper, c) Brass, d) Goss y e) Fibra S.

La presencia de las texturas cristalinicas Cube $\{001\}\{100\}$, Brass $\{110\}\{\bar{1}12\}$ y Goss $\{110\}\{001\}$ en los aceros TWIP sin microalea y microaleados, se pudo apreciar solo para algunas condiciones de ensayo, debido a los mecanismos difusivos y la metaestabilidad de las orientaciones cristalinicas que se presentan durante la deformación a temperaturas elevadas. En términos generales, en función de la temperatura y de la velocidad de



deformación, para el acero TW-NM, la transición de texturas cristalinas (de 1100 a 900°C) fue Cube→Brass→Goss, las cuales se muestran como representaciones bidimensionales en la Figura 3.35. Las zonas rojas representan las orientaciones con mayor intensidad o las texturas preferenciales en función de los ángulos de Euler (ϕ , ϕ_1 y ϕ_2), tal como se muestran en la perspectiva volumétrica de la Figura 3.34.

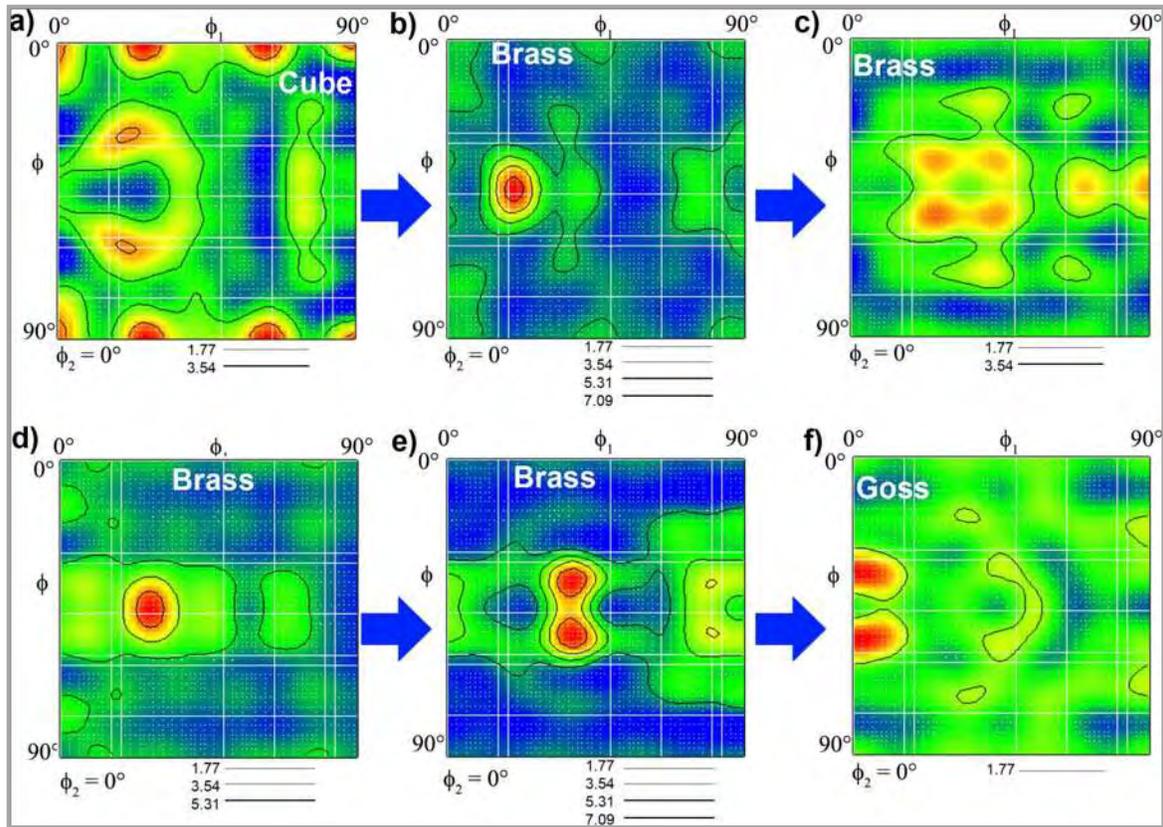


Figura 3.35. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-NM deformado en caliente: a) Cube a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$, b) Brass a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$, c) Brass a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$, d) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$, e) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$ y, f) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{s}^{-1}$.

El acero TW-Nb de la Figura 3.36 muestra la transición de texturas Cube→Goss→Cube→Brass desde 1100°C a 900°C. Este acero muestra la presencia de una sola textura Cube a 1100°C, Figura 3.36(a), y la Brass a 900°C, Figura 3.36(b). Mientras que a 1000°C experimenta una transición de Goss a Cube, Figuras 3.36(c y d).

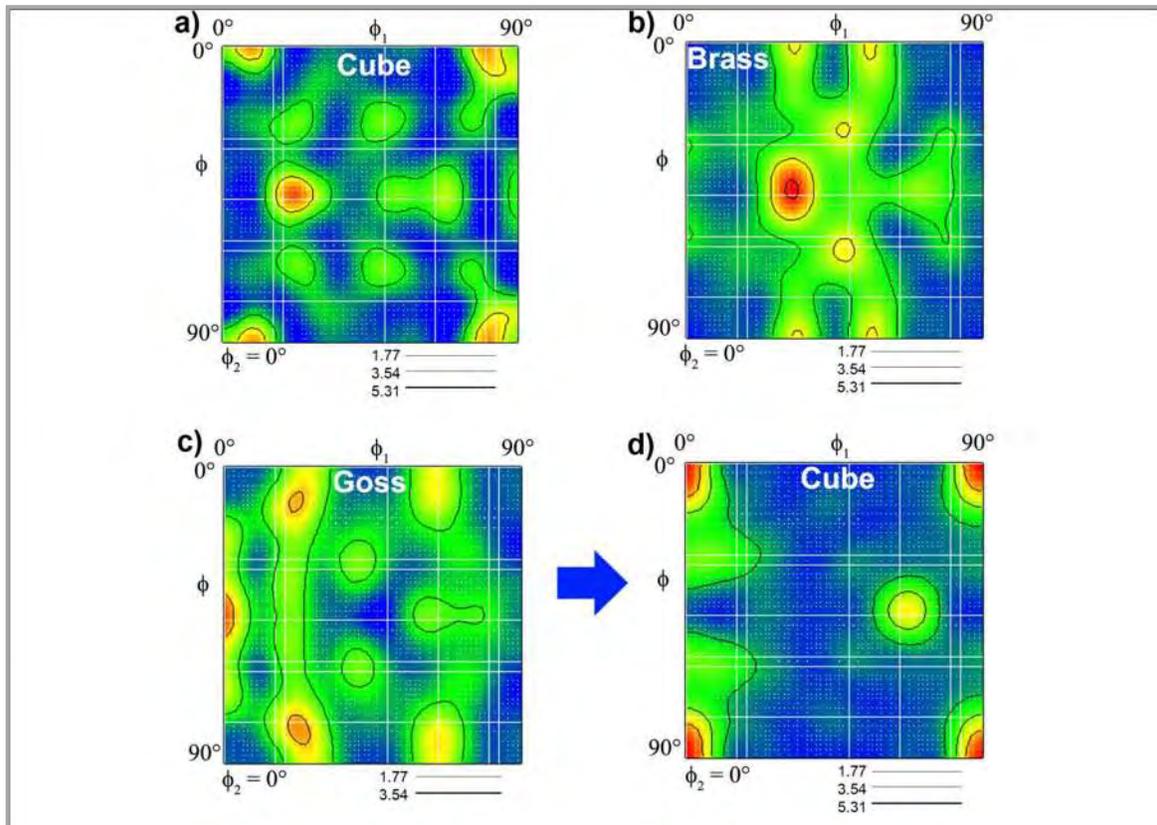


Figura 3.36. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-Nb deformado en caliente: a) Cube a 1100°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$, b) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$, c) Goss a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, d) Cube a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$.

Para el acero TW-V mostrado en la Figura 3.37 únicamente existe la textura Goss para tres condiciones de deformación, una a 1100°C y dos a 900°C . Es importante remarcar que las líneas de intensidad detectadas para las texturas de este acero son las más remarcadas del grupo de aceros TWIP analizadas, tal como se aprecia en la Figura 3.37 al pie de cada FDO, lo cual es un indicio de la estabilidad de la textura Goss con la presencia del V en la fase austenita.

El acero TW-Ti de la Figura 3.38, únicamente presentó la transición Brass→Goss a 900°C . Esta transición se asocia con el aumento en la velocidad de deformación, de 10^{-3} a 10^{-2}s^{-1} . Nuevamente la textura Goss en estas condiciones aparece con buenos niveles de intensidad, al igual que en el acero TW-V. Lo anterior hace evidente que la presencia de los elementos microaleantes produce texturas diferentes en los aceros TWIP durante la



deformación en caliente, las cuales dependen de la temperatura y de la velocidad de deformación.

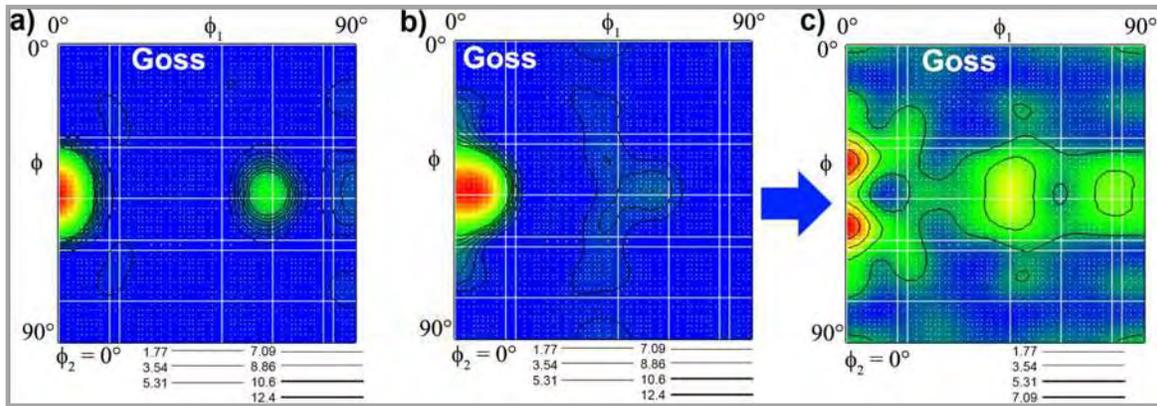


Figura 3.37. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-V deformado en caliente: a) Goss a 1100°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$, b) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$, c) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$.

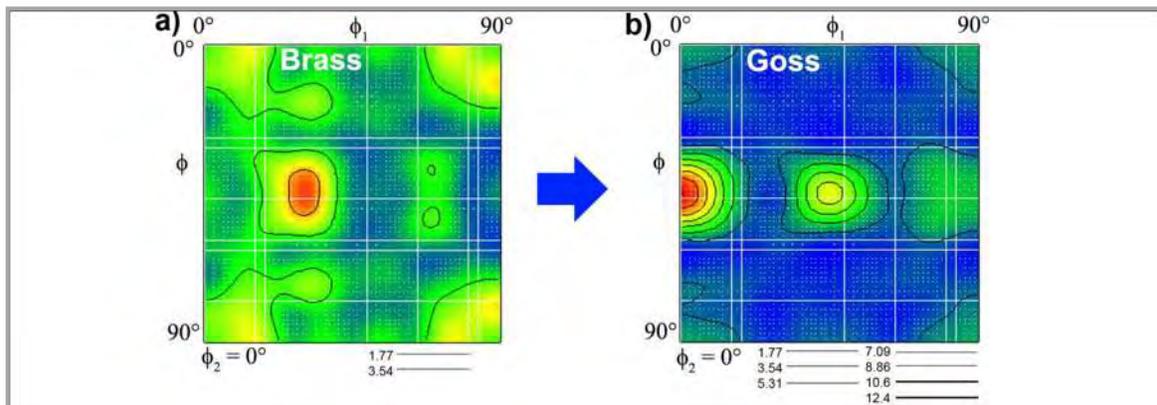


Figura 3.38. Mapas de MEB-EBSD mostrando las funciones de distribución de orientaciones (FDO) presentes en el acero TW-Ti deformado en caliente: a) Brass a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$, b) Goss a 900°C y $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$.

Las transiciones entre las texturas detectadas en cada ensayo se resumen en la Tabla 3-VIII. Sin embargo, las condiciones de metaestabilidad y alta entropía durante las operaciones de conformado en caliente, impiden una adecuada predicción de las texturas cristalinas en los aceros TWIP, ya que en algunas condiciones de ensayo no muestran patrones de textura definidos, tal como se aprecia en la Tabla 3-VIII.



Tabla 3-VIII. Tipos de texturas cristalinas presentes en los aceros TWIP deformados en caliente.

Acero	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Temperaturas de deformación (°C)					
		1100	Intensidad de textura	1000	Intensidad de textura	900	Intensidad de textura
TW-NM	10 ⁻⁴	----	----	Cube	3.54	----	----
	10 ⁻³	----	----	Brass	7.09	Brass	5.31
	10 ⁻²	----	----	Brass	3.54	Brass	7.09
	10 ⁻¹	----	----	----	----	Goss	1.77
TW-Nb	10 ⁻⁴	----	----	Goss	3.54	----	----
	10 ⁻³	----	----	----	----	Brass	5.31
	10 ⁻²	----	----	----	----	----	----
	10 ⁻¹	Cube	5.31	Cube	5.31	----	----
TW-V	10 ⁻⁴	----	----	----	----	----	----
	10 ⁻³	Goss	12.4	----	----	Goss	12.4
	10 ⁻²	----	----	----	----	Goss	7.09
	10 ⁻¹	----	----	----	----	----	----
TW-Ti	10 ⁻⁴	----	----	----	----	----	----
	10 ⁻³	----	----	----	----	Brass	3.54
	10 ⁻²	----	----	----	----	Goss	12.4
	10 ⁻¹	----	----	----	----	----	----

3.15. La evolución de texturas cristalográficas durante la deformación en frío.

El efecto de la deformación en frío sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de los aceros TWIP del presente trabajo fueron analizados a fin de poder determinar las posibles texturas cristalográficas generadas durante dicha deformación. Actualmente se ha podido establecer [211] que el deslizamiento de dislocaciones, maclado mecánico, interacciones entre dislocaciones y límites de maclas, así como la formación de bandas de corte restringen y afectan el comportamiento mecánico y el desarrollo de dichas texturas. La evolución de la textura presente permite la puesta a punto de las bandas de corte requeridas para deformación por maclado. El aumento de la deformación en frío e incluso el aumento en el número de pasadas durante la laminación en frío producen una mayor cantidad de heterogeneidad en la orientación cristalina de los aceros TWIP, ocasionando un incremento de la anisotropía del acero y la consecuente disminución de ductilidad asociada a ésta.

En la Figura 3.39 se aprecia la microestructura generada durante la deformación en frío de los aceros TWIP microaleados analizados mediante MEB-EBSD en el presente



trabajo. Es bien sabido que al aumentar la deformación en frío aumentan las dislocaciones y con ello se forman límites de grano de ángulo bajo alrededor de los subgranos, resultando en un aumento del esfuerzo de fluencia presente por el aumento de las dislocaciones presentes y el efecto Hall-Petch dinámico en los subgranos.

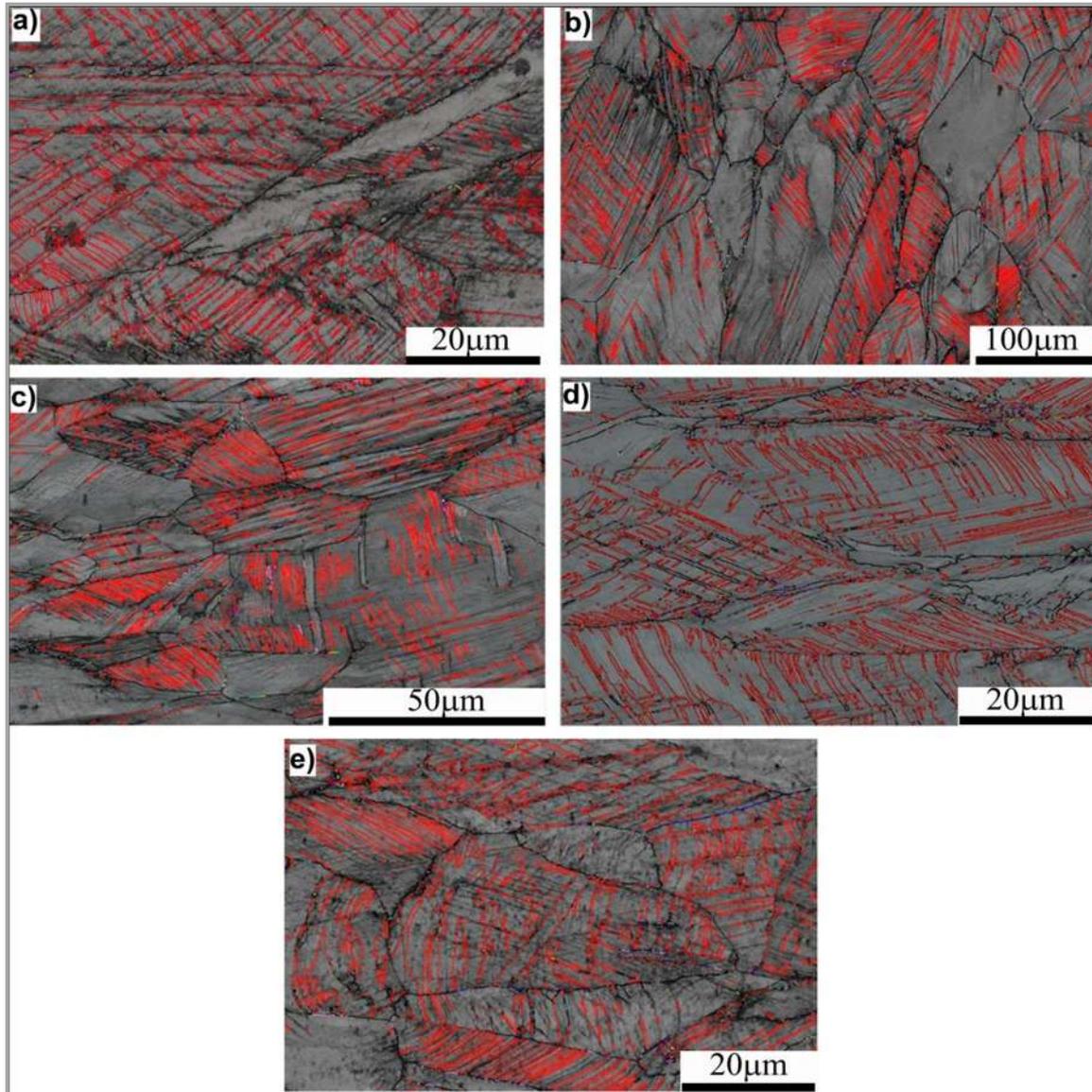


Figura 3.39. Mapas de MEB-EBSD de las microestructuras obtenidas de los ensayos de tracción uniaxial en frío de los aceros TWIP: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V y e) Acero TW-Ti; mostrando las orientaciones clásicas de maclas o sitios coincidentes de red ($SCR=\Sigma 3$).

Sin embargo, existen diferentes criterios de análisis para estos fenómenos de refinamiento de grano que permiten un alto endurecimiento por deformación durante el



maclado: (i) El endurecimiento isotrópico o el efecto de Hall-Petch dinámico, y (ii) El endurecimiento cinemático o efecto Bauschinger. Lo más notable en ambos casos es que el endurecimiento se asocia a la reducción en la distancia promedio en el camino de las dislocaciones con la presencia de los límites de maclas, actuando como obstáculos para el deslizamiento.

Los mapas de MEB-EBSD de la Figura 3.39 confirman microestructuralmente el refinamiento interior de los granos por la formación de subestructuras de deformación (presencia de subgranos y maclas). El análisis de desorientación, “misorientación o misorientation en inglés”, que es el término empleado en la técnica de MEB-EBSD para cuantificar la rotación o desviación de orientación cristalográfica de un grano con respecto a la orientación de los granos vecinos, indica que las fracciones de límites de grano de ángulo bajo presentes son coherentes con los límites de macla ($\Sigma 3$), incrementando la población de dichas subestructuras. Es importante mencionar que el número de maclas aumenta con el aumento de la deformación aplicada [211], y con ello se evidencia que el maclado se activa a medida que aumenta la deformación.

En este caso, en los cinco aceros TWIP analizados en la Figura 3.40, se encuentran presentes bandas de corte (BC) alargadas y perfectamente orientadas al interior de los granos austeníticos deformados, tal como se indica con las flechas dentro de las Figuras 3.40(a, b, c, d y e), las cuales representan zonas de concentración de esfuerzos y por consiguiente de deformación plástica. Este fenómeno ha sido previamente reportado por Hirsch *et al.* [212] como un efecto de “retro-maclado o des-maclado”, el cual tiene como finalidad destruir el efecto que producen las maclas en la matriz debido a las bandas de corte (SB) que se forman, inducidas por la interacción de las maclas y dislocaciones. El desarrollo de estas bandas de corte a partir de deformación localizada promueve la formación de texturas tipo Brass durante la deformación en frío.

Adicionalmente, Paul *et al.* [213-214] han reportado que la rotación de la estructura cristalina genera un aumento en la textura tipo Goss, y con altas deformaciones, la rotación de los planos $\langle 112 \rangle$ hacia una orientación tipo Goss permite la formación de texturas Brass



y Fibras S. Sin embargo, el tamaño de grano austenítico deformado ($>200\ \mu\text{m}$) obtenido en los aceros TWIP bajo estudio, limita la cuantificación global de los efectos de texturizado en toda la muestra. Generalmente, la superficie de la muestra que se emplea en los análisis de MEB-EBSD no es mayor a $1\ \text{cm}^2$ para obtener una alta resolución de imágenes, limitando su empleo únicamente a zonas representativas de estos aceros.

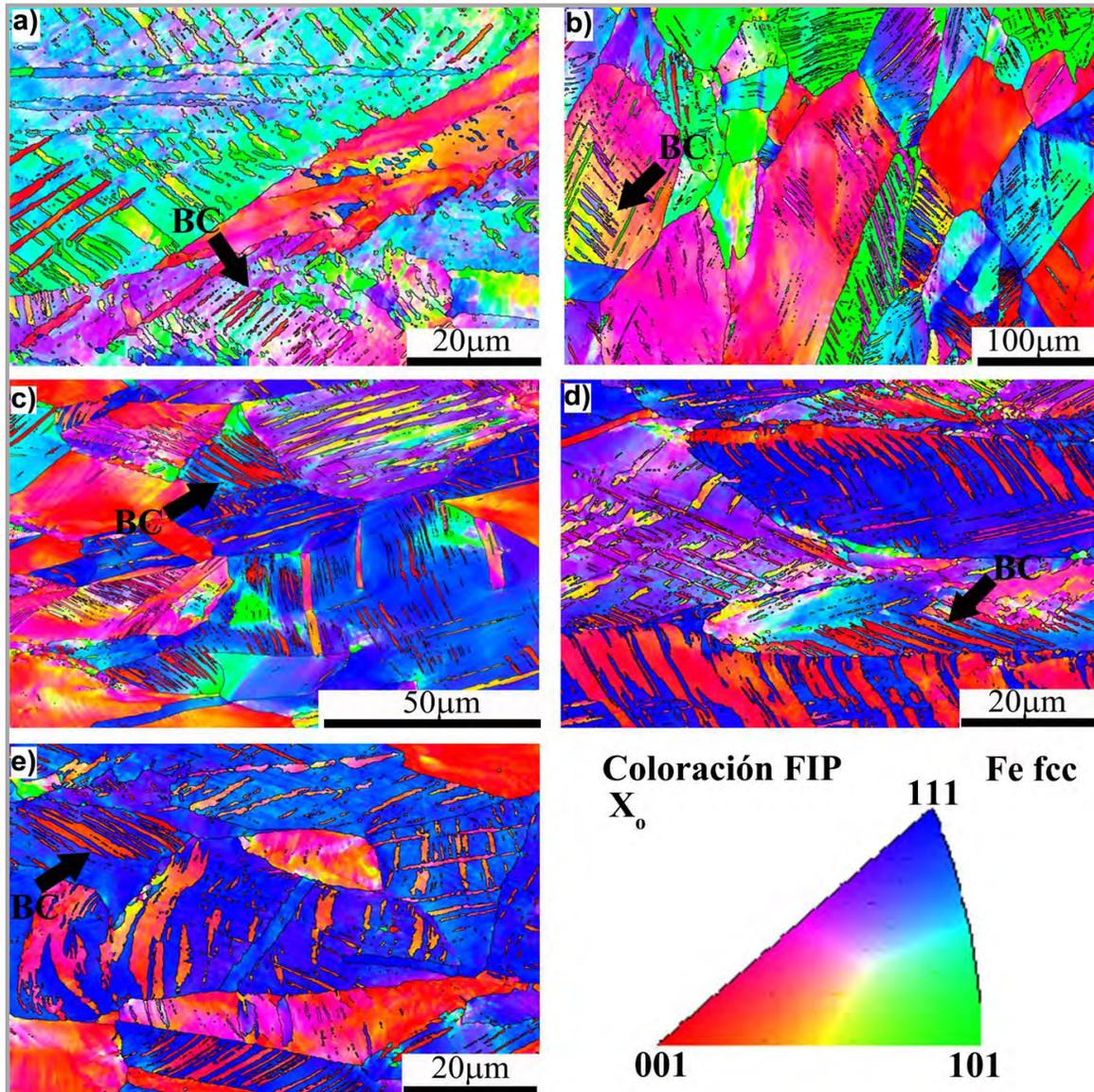


Figura 3.40. Mapas de MEB-EBSD de los aceros TWIP deformados en frío mediante ensayos de tracción uniaxial: a) Acero TW-NM, b) Acero TW-B, c) Acero TW-Nb, d) Acero TW-V y e) Acero TW-Ti; mostrando las figuras inversas de polos (FIP) en cada caso.



Las funciones de distribución de orientaciones (FDO) determinadas experimentalmente mediante la técnica de MEB-EBSD de los cinco aceros TWIP deformados hasta la fractura, se muestran en las Figuras 3.41 a 3.45.

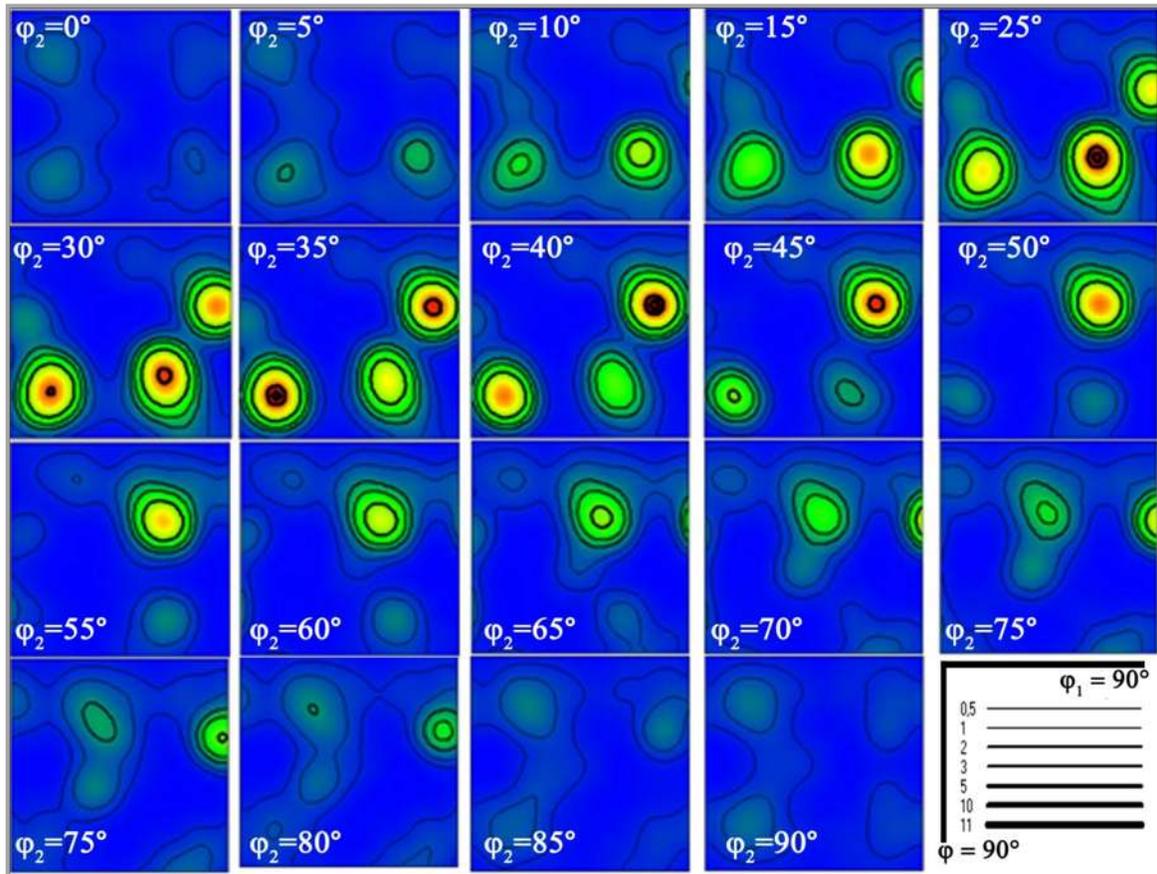


Figura 3.41. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP sin microaleante (TW-NM) deformado en frío.

El tipo de texturas obtenidas durante la deformación en caliente son de carácter más débil, es decir, no se toman en cuenta como una orientación claramente definida puesto que un gran porcentaje del material se encuentra en estado de deformación o sub-estructurado. Aumentando el porcentaje de deformación en frío o de laminación de los aceros, las intensidades de muchas orientaciones se vuelven más claras [211], tal como es el caso de las texturas Brass y Goss, ya que la tendencia de dichas orientaciones son similares entre sí. Estas variaciones indican que durante la deformación por deslizamiento, las orientaciones de muchos de los granos rotan en orientaciones tipo Brass, ya que ésta se acentúa con el



aumento de la deformación, resultando del deslizamiento de dislocaciones, maclado mecánico e incluso bandas de corte. Debido a la alta dispersión que existe de las orientaciones cristalinas durante la deformación, resulta complicado un análisis más conciso sobre las texturas de los aceros TWIP, ya que muchas veces los granos y las maclas producidas se traslapan.

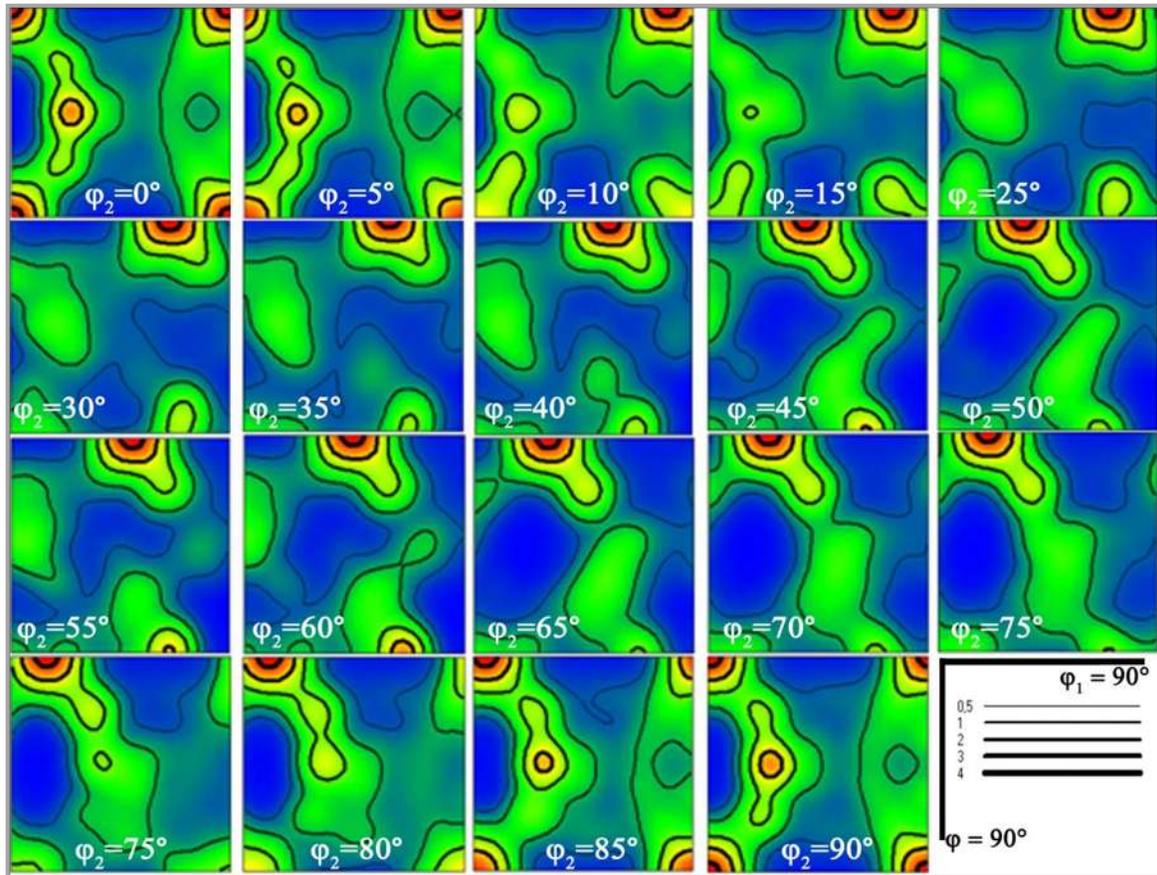


Figura 3.42. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con B (TW-B) deformado en frío.

El tamaño de grano tan grande que se reporta durante la deformación en frío y la gran cantidad de maclas en su interior genera una alta incertidumbre y dispersión en los resultados de texturas [215], es decir, una alta anisotropía en los granos maclados [216]. Bouaziz *et al.* [3] han reportado que existe muy poca influencia del maclado sobre el texturizado, ya que en esos estudios la fracción de volumen de maclas consideradas no es suficiente para indicar su importancia. Es importante remarcar que el maclado evoluciona



tridimensional y no bidimensionalmente como se aprecia en estudios de MO y/o MEB; lo cual arroja resultados relativamente inciertos. Para cada caso de aceros TWIP microaleados y sin microalearse se aprecian diferentes grados de intensidad máxima en la textura, Figuras 3.41 a 3.45, las cuales son de 11 para el TW-NM, de 4 TW-B, 5 para TW-Nb, 7 en el TW-V y de 25 en el TW-Ti.

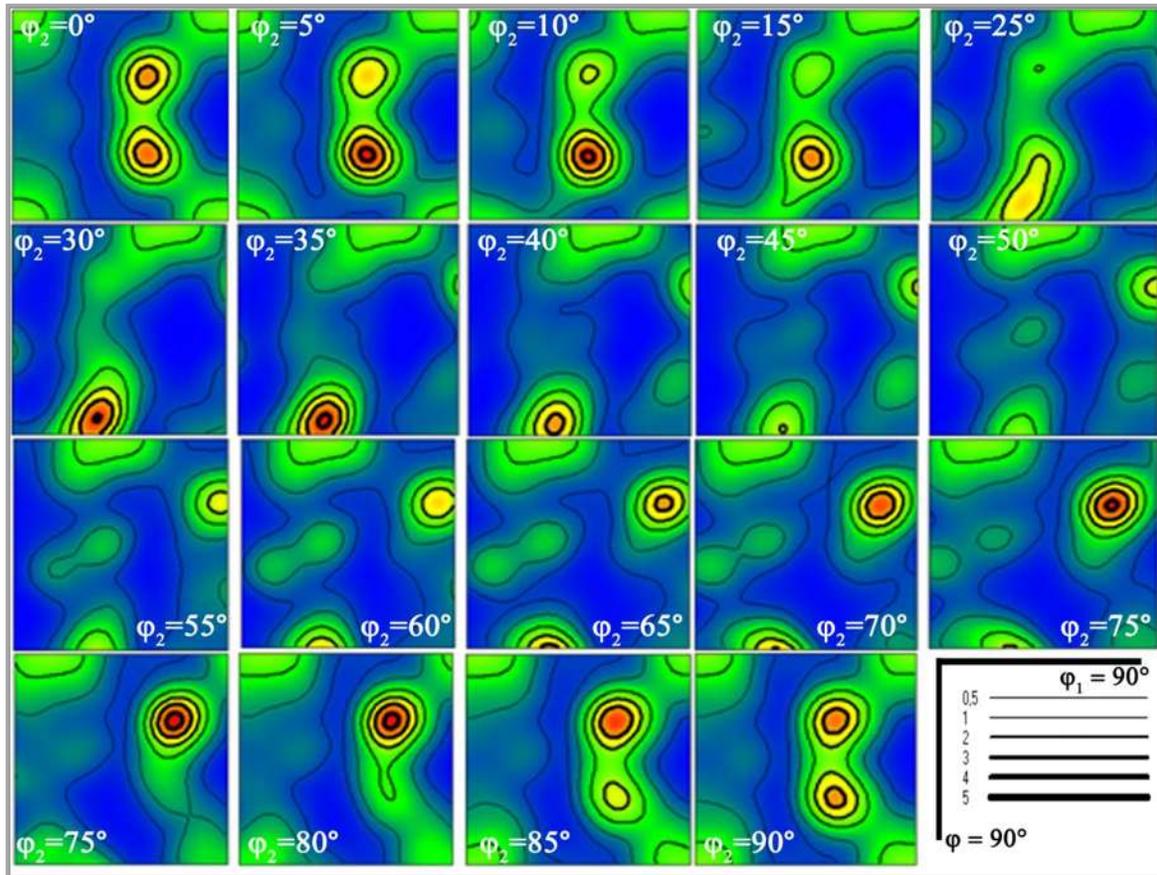


Figura 3.43. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con Nb (TW-Nb) deformado en frío.

En la Figura 3.41 se aprecia una componente de textura que evoluciona de $\varphi_2 = 0$ a 90° en forma progresiva y se intensifica en el intervalo de valores de $\varphi_2 = 10$ a 65° , de Copper ($\{112\}\{11\bar{1}\}$) a X ($\{114\}\{172\}$), sin embargo no adquiere un patrón de orientación de textura claramente definida. De la Figura 3.42 para el acero TW-B se aprecia como en su mayor parte se mantiene una textura principal tipo Cube ($\{001\}\{100\}$). Para el acero TW-Nb y TW-V de las Figuras 3.43 y 3.44, se detecta una transición de textura tipo S



($\{123\}\{63\bar{4}\}$) hacia una tipo X ($\{114\}\{172\}$). Finalmente en la Figura 3.45, se nota una evolución de textura Goss y Brass a $\varphi_2 = 30^\circ$ hacia otra tipo Copper a $\varphi_2 = 50^\circ$. Lo relevante de estas observaciones es la distinción de texturas que se forman por efecto de la presencia de los elementos microaleantes en cada uno de los aceros TWIP, lo cual es un indicativo de su efecto sobre los mecanismos activos de deformación en frío.

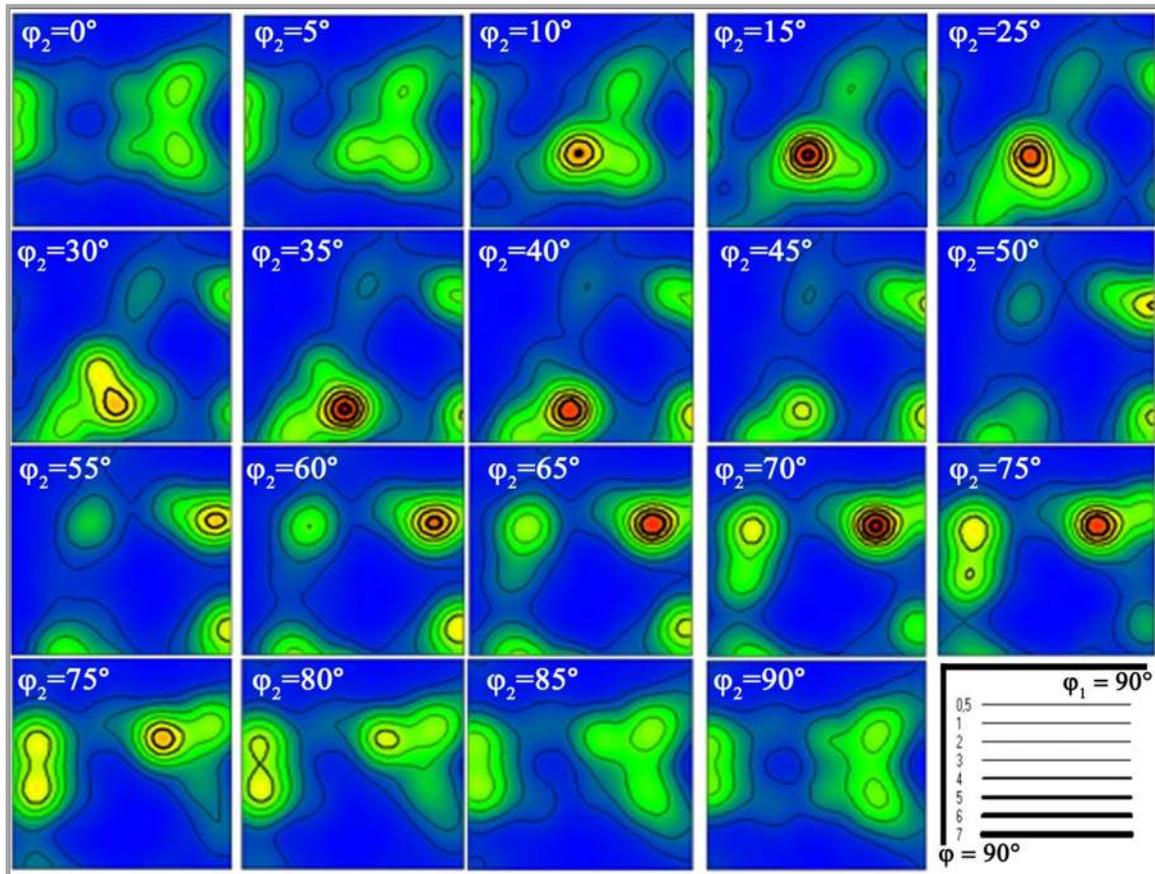


Figura 3.44. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con V (TW-V) deformado en frío.

Adicionalmente, se puede complementar que el desarrollo de la textura tipo Brass es típica para materiales con baja EFA, sin embargo, existen ciertos criterios controversiales al respecto sobre los mecanismos de deformación que controlan su formación [217]. Se ha podido establecer además que el maclado es importante para la evolución del texturizado ya que la componente Brass da comienzo mucho antes que la textura Copper y ésta aumenta con la deformación [217]. Esto es un indicio de que las reacciones de maclado juegan un



papel importante en la presencia de la textura Brass. Por otro lado, la presencia de la textura “X” y su orientación hacia la textura Brass también confirman dichas aseveraciones, aunque algunos estudios consideran que las componentes “X” son el inicio de las Brass.

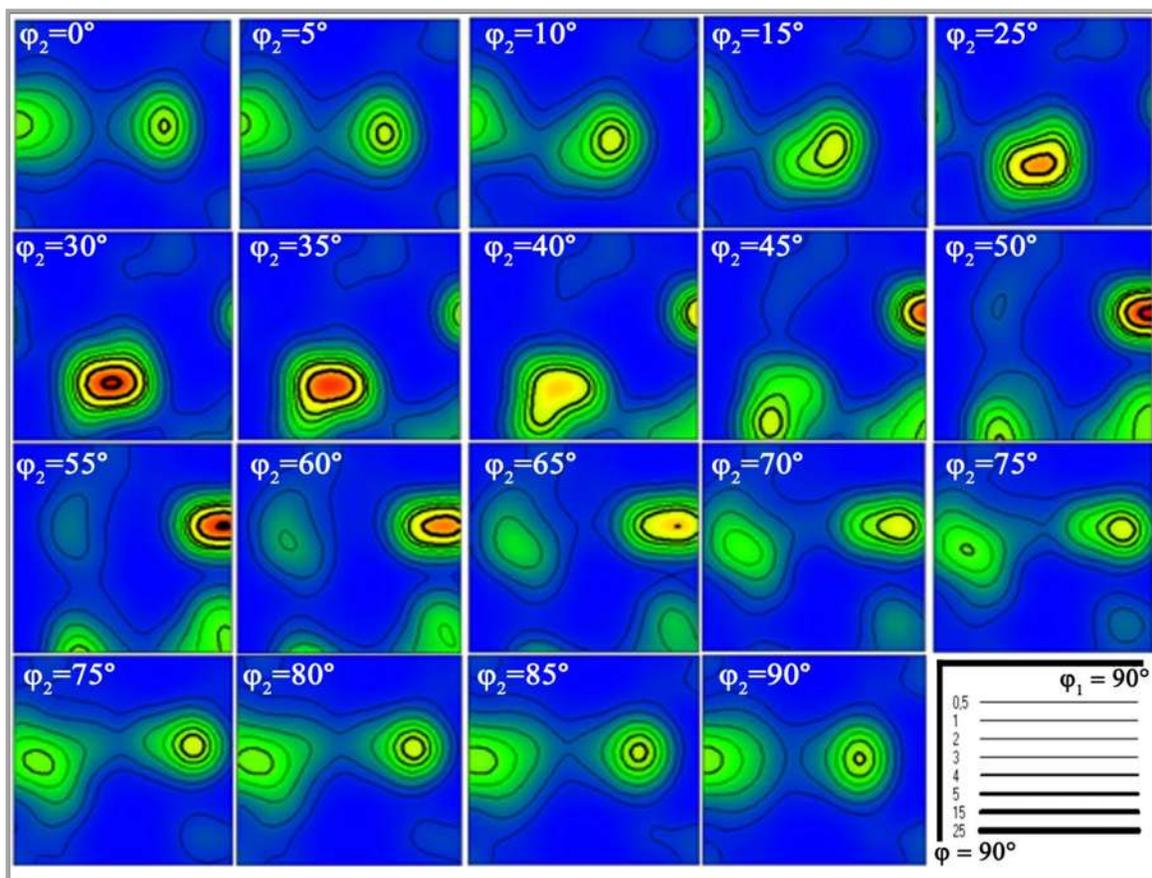


Figura 3.45. Mapas de las funciones de distribución de orientaciones (FDO) (texturas cristalinas) del acero TWIP microaleado con Ti (TW-Ti) deformado en frío.

Los diferentes resultados en la literatura científica no concuerdan del todo con los valores reportados en este trabajo de investigación, a pesar de que puedan tener composiciones químicas similares. Se ha podido concluir [215] que existen muchos factores que alteran las texturas presentes en los aceros TWIP, desde la temperatura de ensayo, la velocidad de deformación, la composición química y por ende la EFA asociada, así como la variabilidad en las condiciones de ensayo empleado durante su estudio. Las maclas de deformación se detectaron en agrupaciones paralelas orientadas hacia la dirección de la deformación o en agrupaciones de maclas primarias y secundarias



interceptándose entre sí, aunadas a las bandas de corte en zonas de maclado, las cuales corroboran que los mecanismos muchas veces están acompañados de deslizamiento de dislocaciones y maclado. Muchas de las bandas de corte adquieren inclinaciones de $\pm 30^\circ$, mientras que otras se orientan hacia la deformación aplicada, Figura 3.39. Las texturas obtenidas durante la deformación en frío de los aceros TWIP se resumen en la Tabla 3-IX.

Tabla 3-IX. Tipos de texturas cristalinas presentes en los aceros TWIP deformados en frío.

Acero	Texturas presentes	Intensidad de textura
TW-NM	Copper \rightarrow Fibra X	11 y 3
TW-B	Cube	4
TW-Nb	Fibra S \rightarrow Fibra X	5 y 5
TW-V	Fibra S \rightarrow Fibra X	7 y 7
TW-Ti	Goss \rightarrow Brass \rightarrow Copper	3, 25 y 15

De los resultados obtenidos también se pueden hacer las siguientes observaciones: (i) Debido a la deformación por tracción aplicada los granos austeníticos se exhiben varios sistemas de maclado activos en su interior, generalmente, debido a su gran tamaño existen más de dos sistemas actuando simultáneamente, y (ii) La fracción de volumen de maclas orientadas en la dirección de la deformación aplicada es mayor.



Capítulo 4 Conclusiones.

4.1 Fabricación.

- Los porcentajes presentes de los elementos Mn, Al y C en los aceros TWIP bajo estudio permitieron estabilizar la fase austenítica, lo cual se corrobora con la presencia de los picos asociados a los planos cristalográficos (111), (200), (220), (311) y (400), detectados mediante DRX durante las diferentes etapas de procesamiento.

4.2 Tratamientos térmicos.

- La presencia de los elementos microaleantes B, Nb, V y Ti modificaron el grado de homogeneización en el material durante el tratamiento térmico de recocido, permitiendo efectos nucleantes, refinamiento de grano y la formación de estructuras subgranulares al interior del grano primario.
- Los elementos microaleantes Nb, V y Ti permitieron la estabilidad del tamaño de grano austenítico durante la solubilización en el intervalo de 1150 a 1200°C.

4.3 Deformación en frío.

- La presencia de los elementos microaleantes B, Nb, V y Ti no representó un aumento significativo del esfuerzo máximo a la tracción (σ_m) de los aceros TWIP, sin embargo, el valor de la deformación total alcanzada fue de hasta el 80%.
- La resistencia y ductilidad del acero TW-B fue la más baja del grupo, asociado a la gran cantidad de defectos internos detectados mediante MO y MEB en el acero.
- Los valores de los exponentes de endurecimiento por deformación (n) de 0.38-0.46 para los aceros TWIP microaleados indicaron que las cinco aleaciones permiten un grado importante de formabilidad en frío.



4.4 Precipitación.

- A partir de los diagramas PTT obtenidos, se determinó que únicamente la presencia del Nb y V en el acero TWIP, retardan el inicio de la precipitación, con lo cual se dispone de un mayor tiempo para completar la recrystalización dinámica.

4.5 Fluencia en caliente.

- En orden creciente, el Nb, V y Ti generaron un aumento poco significativo entre el 10 y 30% del valor del esfuerzo pico (σ_p), particularmente a valores de velocidad de deformación bajos.
- En los aceros TWIP microaleados, el mecanismo de recrystalización dinámica ocurre de manera parcial, lo cual se relaciona con la aparición del efecto de collar (necklace), principalmente a baja temperatura (900°C).
- La presencia del Ti y V en los aceros TWIP produjo una mayor refinamiento de grano austenítico recrystalizado dinámicamente.

4.6 Energía de activación para la deformación en caliente (Q_{HW}).

- La energía de activación necesaria para la deformación en los aceros TWIP analizados está influenciada directamente por la composición química y la naturaleza del elemento microaleante presente.
- La adición de Ti, Nb y V generó un incremento de la Q_{HW} de 16%, 19% y 22%, respectivamente.

4.7 Modelación matemática de la fluencia en caliente.

- Los modelos empleados en la determinación de las ecuaciones constitutivas por senos hiperbólicos para la predicción del comportamiento de fluencia en caliente ajustaron con razonable exactitud ($R^2 \sim 0.93$) a las curvas experimentales.
- Las desviaciones de los modelos presentes a elevada temperatura y alta velocidad de deformación, son atribuidas a condiciones experimentales.



4.8 Orientación cristalográfica preferencial (texturas cristalinas).

- Durante la deformación en caliente no existen patrones definidos de formación de texturas en los aceros TWIP microaleados debido a las condiciones de fluencia heterogénea y alta temperatura, y la presencia de los elementos microaleantes Nb, V y Ti, propició la formación de texturas diferentes para cada condición de deformación (Cube, Goss y Brass).
- La presencia de los elementos microaleantes B, Nb, V y Ti, tanto en forma de precipitados como en solución sólida, permitió la formación de texturas claramente definidas (Copper, Cube, Goss y Brass) durante la deformación en frío de los aceros TWIP, las cuales están sujetas a la interacción entre el deslizamiento de dislocaciones, las maclas presentes y la formación de bandas de corte.

4.9 General.

- El comportamiento de fluencia en caliente de los aceros TWIP analizados está condicionado por variables como la temperatura, velocidad de deformación, composición química y energía de activación, junto con el efecto que ejercen los elementos microaleantes Nb, V y Ti presentes en solución sólida y como partículas precipitadas. Todos estos aspectos en conjunto modificaron los mecanismos de endurecimiento, recuperación y recristalización dinámicas durante la deformación en caliente de los aceros TWIP.



Recomendaciones y sugerencias para trabajo futuro.

- 1) Establecer el efecto que resulta de variar el porcentaje presente de cada microaleante durante el conformado en frío y en caliente de los aceros TWIP.
- 2) Profundizar en trabajos posteriores sobre el comportamiento del maclado y la interferencia que ejercen los elementos microaleantes en solución sólida y como partículas precipitadas.
- 3) Analizar el efecto de la velocidad de deformación y la relación directa con los fenómenos de nucleación y proliferación de maclas en estos aceros TWIP microaleados. Esto se traduce a la determinación de los esfuerzos de corte críticos resueltos (ECCR) necesarios en ambos fenómenos y la influencia que ejercen los elementos microaleantes presentes sobre éste mecanismo.
- 4) La técnica de MEB-EBSD, puede aportar más datos relevantes sobre el mecanismo de maclado y las texturas alcanzadas durante la deformación en frío. El estudio debe encaminarse al análisis de la evolución tridimensional del texturizado en los aceros TWIP.
- 5) Complementar el estudio de la evolución de precipitados con la técnica de MET en alta resolución para las condiciones de deformación en caliente.
- 6) Realizar el estudio de la precipitación dinámica de aceros TWIP con diferentes porcentajes de un mismo microaleante empleando dilatometría diferencial, a fin de establecer los tiempos y temperaturas de crecimiento de precipitados y poder construir detalladamente los diagramas CCT (Continuous Cooling Transformation), TTT (Time Temperature Transformation) y RPTT (Recrystallization Precipitation Time Temperature) de los aceros TWIP.
- 7) Construir los mapas de deformación en caliente de los aceros TWIP, a fin de estimar la modelación de los mecanismos térmicos de deformación activos durante las operaciones de conformado en caliente, así como la predicción dinámica de su microestructura.



Referencias bibliográficas.

- [1] R. Hadfield. Hadfield's manganese steel. *Science*. 12 (1888) pp. 284-286.
- [2] J.K. Kim, Y. Estrin, H. Beladi, S.K. Kim, K.G. Chin, B.C. De Cooman. Constitutive modeling of TWIP steel in uni-axial tension. *Mater. Sci. Forum*. 654-656 (2010) pp. 270-273.
- [3] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier. High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 15 (2011) pp. 141-168.
- [4] L. Remy. Kinetics of fcc deformation twinning and its relationship to stress-strain behavior. *Acta Metall.* 26 (1978) pp. 443-451.
- [5] Y. Kim, J. Han, E. Lee. Effect of aluminum content on low temperature tensile properties in cryogenic Fe-Mn-Al-Nb-C steels. *Metall. Mater. Trans. A*. 17 (1986) pp. 2097-2098.
- [6] Y.G. Kim, Y.S. Park, J.K. Han. Low temperature mechanical behavior of microalloyed and controlled-rolled Fe-Mn-Al-C-X alloys. *Metall. Mater. Trans. A*. 16 (1985) pp. 1689-1693.
- [7] J.W. Christian, S. Mahajan. Deformation twinning. *Prog. Mater. Sci.* 39 (1995) pp. 1-157.
- [8] A.S. Hamada. (2007) Manufacturing, mechanical properties and corrosion behavior of high-Mn TWIP steels. PhD thesis. University of Oulu. Oulu, Finland.
- [9] P.H. Adler, G.B. Olson, W.S. Owen. Strain hardening of Hadfield manganese steel. *Metall. Mater. Trans. A*. 17 (1986) pp. 1725-1737.
- [10] J.J. Jonas, M.G. Akben. Retardation of austenite recrystallization by solutes: a critical appraisal. *Met. Forum*. 4 (1981) pp. 92-101.
- [11] W. Blum. (2006) High-temperature deformation and creep of crystalline solids. *Mater. Sci. Technol.* (1st ed.) Wiley-Vch. pp. 654.
- [12] C. Scott, B. Remy, J.L. Collet, A. Cael, C. Bao, F. Danoix, B. Malard, C. Curfs. Precipitation strengthening in high manganese austenitic TWIP steels. *Int. J. Mater. Res.* 102 (2011) pp. 538-549.
- [13] H.J. Frost, M.F. Ashby. (1982) Deformation-mechanism maps. Pergamon Press. Oxford. pp. 165.
- [14] G. Frommeyer, J.A. Jiménez. Structural superplasticity at higher strain rates of hypereutectoid Fe-5.5Al-1Sn-1Cr-1.3C steel. *Metall. Mater. Trans. A*. 36 (2005) pp. 295-300.
- [15] F.J. Humphreys, M. Hatherly. (2004) Recrystallization and related annealing phenomena. (2nd ed.) Pergamon press Oxford. pp. 605.
- [16] W. Tofaute, K. Linden. Transformations in solid state of manganese steels containing to 1.2%C and 17%Mn. *Arch. Eisenhuettenwes.* 10 (1936) pp. 515-524.
- [17] P. Chevenard. Etude thermomagnétique de l'heterogeneite d'une austenite fer-Nickel-Carbure-Chrome consecutive a la precipitation de carbure, par l'effect du revenu. *Métaux*. 10 (1935) pp. 203.
- [18] A.R. Troiano, F.T. McGuire. A study of the iron-rich iron-manganese Alloys. *Trans. ASM*. 31 (1943) pp. 340-59.
- [19] H.C. Doepken. Tensile properties of wrought austenitic manganese steel in the temperature range from +100 to -196°C. *Trans. AIME Iron Steel Div.* 194 (1952) pp. 166-171.
- [20] H.M. Otte. The formation of stacking faults in austenite and its relation to martensite. *Acta Metall.* 5 (1957) pp. 614-627.
- [21] K.S. Raghavan, A.S. Sastri, M.J. Marcinkovski. Nature of the work-hardening behavior in



- Hadfield's manganese steel. *Trans. AIME Iron Steel Div.* 245 (1969) pp. 1569-1576.
- [22] W.N. Roberts. Deformation twinning in Hadfield steel. *Trans. AIME Iron Steel Div.* 230 (1964) pp. 372-378.
- [23] J.B. Cohen, J. Weertman. A dislocation model for twinning in fcc metals. *Acta Metall.* 11 (1963) pp. 996-998.
- [24] Committee on automotive applications. Advanced high strength steels (AHSS). Application guidelines. *Int. Iron & Steel Inst.* 3 (2006) pp. 1-338.
- [25] B.C. De-Cooman, C. Kwang-geun, K. Jinkyung. In P.M. Chiaberge (Ed.) (2011) High-Mn TWIP steels for automotive applications. Tech: Rijeka, Croatia.
- [26] O. Bouaziz, H. Zurob, H.B. Chehab, J.D. Embury, S. Allain, M. Huang. Effect of chemical composition on work hardening of Fe-Mn-C TWIP steels. *Mater. Sci. Technol.* 27 (2011) pp. 707-709.
- [27] H. Baker. Alloy Phase Diagrams. *Metals Handbook. ASM Int. OH.* 3 (1992) pp. 512.
- [28] V. Witusiewicz, F. Sommer, E. Mittemeijer. Reevaluation of the Fe-Mn phase diagram. *J. Phase Equilib. Diff.* 25 (2004) pp. 346-354.
- [29] D.R. Askeland, P.P. Fulay, W.J. Wright. (2010) The science and engineering of materials. (6th ed.) Cengage Learning. Stamford, USA. pp. 949.
- [30] I.A. Yakubtsov, A. Ariapour, D. Perovic. Thermodynamic calculation of stacking fault energy and its effect on fcc→hcp phase transformation in nitrogen alloyed stainless steels. *Mater. Sci. Forum.* 318-320 (1999) pp. 121-130.
- [31] S. Allain, J.P. Chateau, D. Dahmoun, O. Bouaziz. Modelling of mechanical twinning in a high manganese content austenitic steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 387-389 (2004) pp. 272-276.
- [32] Y.N. Petrov. Effect of carbon and nitrogen on the stacking fault energy of high-alloyed iron-based austenite. *Int. J. Mater. Res. (Zeitschrift für Metallkunde).* 94 (2003) pp. 1012-1016.
- [33] B.C. De Cooman, J. Kim, S. Lee. Heterogeneous deformation in twinning-induced plasticity steel. *Scripta Mater.* 66 (2012) pp. 986-991.
- [34] S. Curtze, V.T. Kuokkala. Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy, temperature and strain rate. *Acta Mater.* 58 (2010) pp. 5129-5141.
- [35] I.A. Yakubtsov, A. Ariapour, D.D. Perovic. Effect of nitrogen on stacking fault energy of fcc iron-based alloys. *Acta Mater.* 47 (1999) pp. 1271-1279.
- [36] G. Frommeyer, U. Brück, P. Neumann. Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. *ISIJ Int.* 43 (2003) pp. 438-446.
- [37] G. Olson, M. Cohen. A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the fcc→hcp transformation. *Mater. Trans. A.* 7 (1976) pp. 1897-1904.
- [38] K. Ishida, T. Nishizawa. Effect of alloying elements on stability of epsilon iron. *Trans. Jpn. Inst. Met.* 15 (1974) pp. 225-231.
- [39] R.E. Schramm, R.P. Reed. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metall. Mater. Trans. A.* 6A (1975) pp. 1345-1351.
- [40] W. Leslie, G. Rauch. Precipitation of carbides in low-carbon Fe-Al-C alloys. *Metall. Mater. Trans. A.* 9 (1978) pp. 343-349.
- [41] J.A. Venables. Comments on a dislocation model for twinning in fcc metals. *Acta Metall.* 11 (1963) pp. 1368.
- [42] I. Karaman, H. Sehitoglu, A.J. Beaudoin, Y.I. Chumlyakov, H.J. Maier, C.N. Tomé. Modeling the deformation behavior of hadfield steel single and polycrystals due to twinning and slip. *Acta Mater.* 48 (2000) pp. 2031-2047.
- [43] S. Mahajan, G.Y. Chin. Formation of deformation twins in fcc crystals. *Acta Metall.* 21 (1973) pp. 1353-1363.
- [44] L. Bracke, L. Kestens, J. Penning. Direct observation of the twinning mechanism in an austenitic Fe-Mn-C steel. *Scripta Mater.* 61 (2009) pp. 220-222.



- [45] M.A. Meyers, O. Vöhringer, V.A. Lubarda. The onset of twinning in metals: a constitutive description. *Acta Mater.* 49 (2001) pp. 4025-4039.
- [46] S. Miura, J. Takamura, N. Narita. In T. Hirone (Ed.) (1968) Orientation dependence of the flow stress for twinning in silver crystals. *Proc. Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys.* Sendai, Japan.
- [47] T.S. Byun. On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels. *Acta Mater.* 51 (2003) pp. 3063-3071.
- [48] S. Mahajan, D.F. Williams. Deformation twinning in metals and alloys. *Int. Metall. Rev.* 18 (1973) pp. 43-61.
- [49] R.W. Armstrong, P. J. Worthington. In R.W. Rohde, B.M. Butcher, J.R. Holland and C.H. Karnes. (Eds.) (1973) A constitutive relation for deformation twinning in body centered cubic metals. *Proc. of Metallurgical Effects at High Strain Rates.* New York.
- [50] W.K. Choo, J.H. Kim, J.C. Yoon. Microstructural change in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties. *Acta Mater.* 45 (1997) pp. 4877-4885.
- [51] K. Ishida, H. Ohtani, N. Satoh, R. Kainuma, T. Nishizawa. Phase equilibria in Fe-Mn-Al-C alloys. *ISIJ Int.* 30 (1990) pp. 680-686.
- [52] S. Kang, Y.S. Jung, J.H. Jun, Y.K. Lee. Effects of recrystallization annealing temperature on carbide precipitation, microstructure, and mechanical properties in Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) pp. 745-751.
- [53] O. Grässel, L. Krüger, G. Frommeyer, L.W. Meyer. High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development-properties-application. *Int. J. Plasticity.* 16 (2000) pp. 1392-1409.
- [54] J. Astigarraga, J.L. Aguirre. (1995) Hornos industriales de inducción: teoría, cálculo y aplicaciones. (1ª ed.) McGraw-Hill. Madrid. pp. 193.
- [55] Z. Ignaszak, M. Hajkowski, J. Hajkowski. Prediction of dendritic microstructure using the cellular automaton – finite element method for hypoeutectic Al-Si alloys castings. *Mater. Sci.* 12 (2006) pp. 124-128.
- [56] L. Schmidt, A. Josefsson. On the formation and avoidance of transverse cracks in continuously cast slabs from curved mould machines. *Scan. J. Metall.* 3 (1974) pp. 193-199.
- [57] K. Yasumoto, T. Nagamichi, Y. Maehara, K. Gunji. Effects of alloying elements and cooling rate on austenite grain growth in solidification and the subsequent cooling processes of low alloy steels. *Tetsu-to-Hagane.* 73 (1987) pp. 1738-1745.
- [58] C. Ferrer, V. Amigó. (1984) Tecnología de materiales: ciencia y tecnología de materiales. (1ª ed.) Prentice-Hall Hisp. México. pp. 272-276.
- [59] T. Clyne, W. Kurz. Solute redistribution during solidification with rapid solid state diffusion. *Metall. Mater. Trans. A.* 12 (1981) pp. 965-971.
- [60] H. Viehhaus, R. Möller, H. Erhart, H.J. Grabke. Some aspects of studies on grain boundary segregation by AES. *Scripta Metall.* 17 (1983) pp. 165-170.
- [61] L. Qingfen, Y. Shanglin, L. Li, Z. Lei, X. Tingdong. Experimental study on non-equilibrium grain-boundary segregation kinetics of phosphorus in an industrial steel. *Scripta Mater.* 47 (2002) pp. 389-392.
- [62] Z. Morita, T. Tanaka. Thermodynamics of solute distributions between solid and liquid phases in iron-base ternary alloys. *Trans. ISIJ.* 23 (1983) pp. 824-833.
- [63] A. Kagawa, T. Okamoto. (1984) Partition of alloying elements on eutectic solidification of cast iron. *Physical Metallurgy of Cast Iron. MRS Proceedings.*
- [64] R. Ueji, N. Tsuchida, H. Fujii, D. Kondo, K. Kunishige. Effect of grain size on tensile properties of TWIP steel. *J. Japan Inst. Metal.* 71 (2007) pp. 815-821.
- [65] R. Ueji, N. Tsuchida, D. Terada, N. Tsuji. Tensile properties and twinning behavior of



- high manganese austenitic steel with fine-grained structure. *Scripta Mater.* 59 (2008) pp. 963-966.
- [66] S. Kang, Y.S. Jung, Y.K. Lee. (2011) Annealing temperature dependent microstructure and mechanical properties in Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel. *HMnS 2011*. Seoul, Korea.
- [67] A. Boeuf, S. Crico, R. Caciuffo, F. Rustichelli, I. Pomot, G. Uny. Effects of $M_{23}C_6$ precipitation on the lattice parameter of AISI 304 stainless steel. *Mater. Lett.* 3 (1985) pp. 115-118.
- [68] C.A. Muojekwu, D.Q. Jin, I.V. Samarasekera, J.K. Brimacombe. Thermomechanical history of steel strip during hot rolling - A comparison of conventional cold-charge rolling and hot-direct rolling of thin slabs. In 37th Conference on mechanical working and steel processing. Hamilton, Ontario, Canada. *Iron Steel Soc.* 33 (1996) pp. 617-633.
- [69] P. Uranga, A.I. Fernández, B. López, J.M. Rodríguez-Ibabe. (2002) Study of metadynamic recrystallization phenomena in a coarse grained Nb microalloyed austenite. 44th Mechanical Working and Steel Processing. Assoc. Iron. Steel. Technol. Orlando Florida.
- [70] O. Bouaziz, S. Allain, C. Scott. Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Mater.* 58 (2008) pp. 484-487.
- [71] E. El-Danaf, S.R. Kalidindi, R.D. Doherty. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals. *Metall. Mater. Trans. A.* 30 (1999) pp. 1223-1233.
- [72] S. Asgari, E. El-Danaf, S.R. Kalidindi, R.D. Doherty. Strain hardening regimes and microstructural evolution during large strain compression of low stacking fault energy fcc alloys that form deformation twins. *Metall. Mater. Trans. A.* 28 (1997) pp. 1781-1795.
- [73] E.A. Mohammed, E. El-Danaf, A.A. Radwan. Equivalent twinning criteria for fcc alloys under uniaxial tension at high temperatures. *Mater. Sci. Eng. A.* 457 (2007) pp. 373-379.
- [74] G. Dini, A. Najafzadeh, R. Ueji, S.M. Monir-Vaghefi. Tensile deformation behavior of high manganese austenitic steel: The role of grain size. *Mater. Design.* 31 (2010) pp. 3395-3402.
- [75] M. Ayada, M. Yuga, N. Tsuji, Y. Saito, A. Yoneguti. Effect of vanadium and niobium on restoration behavior after hot deformation in medium carbon spring steels. *ISIJ Int.* 38 (1998) pp. 1022-1031.
- [76] A. Peters, R. Kaspar, J. Janovec, O. Pawelski. Austenite in the process of thermomechanical treatment of microalloyed spring steels. *Steel Res. Int.* 67 (1996) pp. 291-297.
- [77] M. Wettlaufer, R. Kaspar. Effect of phosphorus on the ductility of high strength spring steels. *Steel Res. Int.* 71 (2000) pp. 357-361.
- [78] A.S. Hamada, L.P. Karjalainen, M.C. Somani. The influence of aluminum on hot deformation behavior and tensile properties of high-Mn TWIP steels. *Mater. Sci. Eng. A.* 467 (2007) pp. 114-124.
- [79] D. Li, Y. Feng, Z. Yin, F. Shangguan, K. Wang, Q. Liu, F. Hu. Prediction of hot deformation behaviour of Fe-25Mn-3Si-3Al TWIP steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) pp. 8084-8089.
- [80] D. Li, Y. Feng, Z. Yin, F. Shangguan, K. Wang, Q. Liu, F. Hu. Hot deformation behaviour of an austenitic Fe-20Mn-3Si-3Al transformation induced plasticity steel. *Mater. Design.* 34 (2011) pp. 713-718.
- [81] L.A. Dobrzański, W. Borek. Processes forming the microstructure evolution of high-manganese austenitic steel in hot-working conditions. *JAMME.* 37 (2009) pp. 397-407.
- [82] L.A. Dobrzański, W. Borek. Microstructure forming processes of the 26Mn-3Si-3Al-Nb-Ti steel during hot-working conditions. *JAMME.* 40 (2010) pp. 25-32.
- [83] L.A. Dobrzański, W. Borek. Hot deformation and recrystallization of advanced high-



- manganese austenitic TWIP steels. JAMME. 46 (2011) pp. 71-78.
- [84] L.A. Dobrzański, A. Grajcar, W. Borek. Hot-working behaviour of high-manganese austenitic steels. JAMME. 31 (2008) pp. 7-14.
- [85] L.A. Dobrzański, A. Grajcar, W. Borek. Influence of hot-working conditions on a structure of high-manganese austenitic steels. JAMME. 29 (2008) pp. 139-142.
- [86] M.O. Spindola, E.A. Ribeiro, B.M. González, D.B. Santos. Modeling of work hardening behaviour of high Mn and low C polycrystalline austenitic steel with TWIP effect. Revista Matéria, 15 (2010) pp. 143-150.
- [87] J.M. Cabrera. (1995) Caracterización mecánico metalúrgica de la conformación en caliente del acero microaleado de medio carbono 38MnSiV5S5. Tesis doctoral. ETSEIB-UPC. Barcelona, España.
- [88] B. Ralph. Grain growth. Mater. Sci. Technol. 6 (1990) pp. 1136-1144.
- [89] H. Mecking, A. Gringberg. (1979) Discussion on the development of a stage of steady-state flow at large strains. Proc. Conf. ICSMA5. New York. Pergamon Oxford.
- [90] W.C. Leslie. (1981) The physical metallurgy of steels. (1st ed.) McGraw-Hill College. New York, NY.
- [91] J.P. Michel, M. Akben, J.J. Jonas. Etude de la precipitation dynamic de Nb(CN), VN et AlN dans l'austeniténite d'aciers á bas carbone. Revue de Metallurgie. 78 (1981) pp. 823.
- [92] R.L. Fleischer. Substitutional solution hardening. Acta Metall. 11(1963) pp. 203-209.
- [93] F.B. Pickering. In F.C. Kroft, W.R. Kuntz, W.T. Barrett, B. Nilson (Eds.) (1975) High-strength low-alloy steels, a decade of progress. Microalloying 75. Washington D.C.
- [94] E.P. Abrahamson, B.S. Blakeney. The effect of dilute transition element additions on the recrystallization of Iron. Trans. AIME. 218 (1960) pp. 1101-1104.
- [95] M.G. Akben, T. Chandra, P. Plassiard, J.J. Jonas. Dynamic precipitation and solute hardening in a titanium microalloyed steel containing three levels of manganese. Acta Metall. 32 (1984) pp. 591-601.
- [96] J.P. Michel, J.J. Jonas. Precipitation kinetics and solute strengthening in high temperature austenites containing Al and N. Acta Metall. 29 (1981) pp. 513-526.
- [97] 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. 29 (1981) pp. 111-121.
- [98] W.R. Irving, A. Perkins. Basic parameters affecting the quality of continuously cast slabs. Ironmak. Steelmak. 5 (1977) pp. 292-296.
- [99] A. Grill, J.K. Brimacombe. Influence of carbon content on rate of heat extraction in the mould of a continuous casting machine. Ironmak. Steelmak. 2 (1976) pp. 76-84.
- [100] J.J. Jonas, I. Weiss. Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels. Met. Sci. 13 (1979) pp. 238-245.
- [101] I. Weiss, J.J. Jonas. Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels. Metall. Mater. Trans. A. 10 (1979) pp. 831-840.
- [102] J. Speer, S. Hansen. Austenite recrystallization and carbonitride precipitation in niobium microalloyed steels. Metall. Mater. Trans. A. 20 (1989) pp. 25-38.
- [103] J.M. Cabrera, A. Al Omar, J.M. Prado, J.J. Jonas. Modeling the flow behavior of a medium carbon microalloyed steel under hot working conditions. Metall. Mater. Trans. A. 28 (1997) pp. 2233-2244.
- [104] J.J. Jonas. In B. Hutchinson, M. Anderson, G. Engberg, B. Karlsson and T. Siwecki. (Eds.) (1996) Dynamic recrystallization in strip-mills. Thermomechanical Processing TMP2. Swedish Soc. Mater. Technol. Stockholm, Sweden.
- [105] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D.J. Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett. Current issues in recrystallization: A review. Mater. Sci. Eng. A. 238 (1997) pp. 219-274.



- [106] L.F. Martins, R.L. Plaut, A.F. Padilha. Effect of carbon on the cold-worked state and annealing behaviour of two 18wt%Cr-8wt%Ni austenitic stainless steels. *ISIJ Int.* 38 (1998) pp. 572-579.
- [107] M.J. Stewart. The hot deformation of austenite. *TMS-AIME.* 1 (1977) pp. 47-48.
- [108] D.C. Collinson, P.D. Hodgson, C.H. Davies. (1997) The effect of carbon on the hot deformation and recrystallization of austenite. *IPMM'97.* Gold Coast, Australia.
- [109] S.F. Medina, C.A. Hernandez. General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels. *Acta Mater.* 44 (1996) pp. 137-148.
- [110] D.C. Collinson, P.D. Hodgson, B.A. Parker. (1997) Modelling the effect of carbon content on the hot strength of steel. *THERMEC 97.* Wollongong, Australia.
- [111] J.L. Robbin, O.C. Shepard, O.D. Sherby. Torsional ductility and strength of Iron-Carbon alloys at elevated temperature. *Trans. AIME.* 60 (1967) pp. 205-216.
- [112] J. Jaipal, C.H. Davies, B.P. Wynne, D.C. Collinson, A. Brownrigg, P.D. Hodgson. (1997) Effect of carbon content on the hot flow stress and dynamic recrystallisation behaviour of plain carbon steels. *THERMEC 97.* Wollongong, Australia.
- [113] F. Escobar, J.M. Cabrera, J.M. Prado. Effect of carbon content on plastic flow behaviour of plain carbon steels at elevated temperature. *Mater. Sci. Technol.* 19 (2003) pp. 1137-1147.
- [114] J.M. Cabrera, F. Escobar, J.M. Prado. Influence of carbon content on high temperature response of plain carbon steels. *Ironmak. Steelmak.* 32 (2005) pp. 309-313.
- [115] S. Serajzadeh, A.K. Taheri. An investigation into the effect of carbon on the kinetics of dynamic restoration and flow behavior of carbon steels. *Mech. Mater.* 35 (2003) pp. 653-660.
- [116] M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, J.M. Prado. Hot working of two AISI 304 steels: a comparative study. *Mater. Sci. Eng. A.* 343 (2003) pp. 116-125.
- [117] H.G. Suzuki, S. Nishimura, Y. Nakamura. Improvement of hot ductility of continuously cast carbon steels. *Trans. ISIJ.* 24 (1984) pp. 54-59.
- [118] C. Ouchi, K. Matsumoto. Hot ductility in Nb-bearing high-strength low-alloy steels. *Trans. ISIJ.* 22 (1982) pp. 181-189.
- [119] M. Tendo, Y. Tadokoro, K. Suetsugu, T. Nakazawa. Effects of nitrogen, niobium and molybdenum on strengthening of austenitic stainless steel produced by thermo-mechanical control process. *ISIJ Int.* 41 (2001) pp. 262-267.
- [120] G.D. Funnell, R.J. Davies. Effect of aluminium nitride particles on hot ductility of steel. *Metals Technol.* 5 (1978) pp. 150-153.
- [121] S. Serajzadeh, A. Karimi-Taheri. An investigation of the silicon role on austenite recrystallization. *Mater. Lett.* 56 (2002) pp. 984-989.
- [122] M. Luton, R. Dorvel, R. Petkovic. Interaction between deformation, recrystallization and precipitation in niobium steels. *Metall. Mater. Trans. A.* 11 (1980) pp. 411-420.
- [123] S. Park, S. Yue, J.J. Jonas. Continuous-cooling-precipitation kinetics of Nb(CN) in high-strength low-alloy steels. *Metall. Mater. Trans. A.* 23 (1992) pp. 1641-1651.
- [124] A. Le Bon, J. Rofes-Vernis, C. Rossard. Recrystallization and precipitation during hot working of a Nb-bearing HSLA steel. *Met. Sci.* 9 (1975) pp. 36-40.
- [125] R. Simoneau, G. Bégin, A.H. Marquis. Progress of NbCN precipitation in HSLA steels as determined by electrical resistivity measurements. *Met. Sci.* 12 (1978) pp. 381-386.
- [126] S. Hansen, J.B. Sande, M. Cohen. Niobium carbonitride precipitation and austenite recrystallization in hot-rolled microalloyed steels. *Metall. Mater. Trans. A.* 11 (1980) pp. 387-402.
- [127] M.G. Akben, B. Bacroix, J.J. Jonas. Effect of vanadium and molybdenum addition on high temperature recovery, recrystallization and precipitation behavior of niobium-based



- microalloyed steels. *Acta Metall.* 31 (1983) pp. 161-174.
- [128] G. Fitzsimons, K. Tiitto, R. Fix, A. DeArdo. Precipitation of Nb(CN) during high strain rate compression testing of a 0.07 pct Nb-bearing austenite. *Metall. Mater. Trans. A.* 15 (1984) pp. 241-243.
- [129] K.A. Bywater, T. Gladman. Influence of composition and microstructure on hot workability of austenitic stainless steels. *Metals Technol.* 1 (1976) pp. 358-365.
- [130] 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. *Metals Technol.* 6 (1979) pp. 24-32.
- [131] Y. Maehara, Y. Ohmori. The precipitation of AlN and NbC and the hot ductility of low carbon steels. *Mater. Sci. Eng. A.* 62 (1984) pp. 109-119.
- [132] N.E. Hannerz. Critical hot plasticity and transverse cracking in continuous slab casting with particular reference to composition. *Trans. ISIJ.* 25 (1985) pp. 149-158.
- [133] T.H. Coleman, J.R. Wilcox. Transverse cracking in continuously cast HSLA slabs-influence of composition. *Mater. Sci. Technol.* 1 (1985) pp. 80-83.
- [134] M. White, W. Owen. Effects of vanadium and nitrogen on recovery and recrystallization during and after hot-working some HSLA steels. *Metall. Mater. Trans. A.* 11 (1980) pp. 597-604.
- [135] G.A. Osinkolu, A. Kobylanski. The role of titanium additions on hot ductility of high purity iron base alloys. *Scripta Metall.* 21 (1987) pp. 243-247.
- [136] B. Mintz, J.R. Wilcox, J.M. Arrowsmith. In N. Hanson, A.R. Jones, T. Leffers (Eds.) (1980) The influence of precipitation on grain boundary mobility and the hot ductility of steels. *Rise Int. Conf. on recrystallization and grain growth of multi-phase and particle containing materials.* Riso National Lab. Denmark.
- [137] P. Kratochvíl, P. Lukác, P. Vostrý, J. Pacak, J. Tomes. Dynamic softening and static recrystallization of AISI 321 steel. *Mater. Sci. Technol.* 7 (1991) pp. 78-82.
- [138] C.M. Sellars. Recrystallization of metals during hot deformation. *Creep of engineering materials and of the earth.* *Philos. Trans. Royal Soc. London.* 288 (1978) pp. 147-158.
- [139] C. Zener, J.H. Hollomon. Effect of strain rate upon plastic flow of steel. *J. Appl. Phys.* 15 (1944) pp. 22-32.
- [140] A. Dehghan-Manshadi, M.R. Barnett, P.D. Hodgson. Hot deformation and recrystallization of austenitic stainless steel: Part I. Dynamic recrystallization. *Metall. Mater. Trans. A.* 39 (2008) pp. 1359-1370.
- [141] W.J. McTegart, A. Gittins. In J.B. Balance (Ed.) (1977) The hot deformation of austenite. *Metall. Soc. AIME.* New York, NY.
- [142] H. McQueen, J.J. Jonas. In R.J. Arsenault. (Ed.) (1975) The recovery and recrystallization behavior during high temperature deformation (metal hot working). *Acad. Press. Inc.* New York, USA.
- [143] J.J. Jonas, C.M. Sellars, W.J. McTegart. Strength and structure under hot-working conditions. *Metall. Rev.* 14 (1969) pp. 1-24.
- [144] F. Garofalo. An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metals. *Trans. Metall. Soc. AIME.* 227 (1963) pp. 351-357.
- [145] H.J. McQueen, N.D. Ryan. Constitutive analysis in hot working. *Mater. Sci. Eng. A.* 322 (2002) pp. 43-63.
- [146] C.M. Sellars, W.J. McTegart. On the mechanism of hot deformation. *Acta Metall.* 14 (1966) pp. 1136-1138.
- [147] I. Schindler, J. Boruta. Calculation and application of activation energy value at hot working. *Polish Scientific Publishers.* 39 (1994) pp. 479-491.
- [148] H. Mirzadeh, J.M. Cabrera, A. Najafizadeh. Modeling and prediction of hot deformation flow curves. *Metall. Mater. Trans. A.* 43 (2012) pp. 108-123.



- [149] H. Mirzadeh, A. Najafzadeh, M. Moazeny. Flow curve analysis of 17-4 PH stainless steel under hot compression test. *Mater. Trans. A.* 40 (2009) pp. 2950-2958.
- [150] ASTM E8 Standard, Standard test methods for tension testing of metallic materials, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, DOI: 10.1520/E0008_E0008M-11 www.astm.org. (2011) pp. 27.
- [151] W. Liu, J.J. Jonas. A stress relaxation method for following carbonitride precipitation in austenite at hot working temperatures. *Metall. Mater. Trans. A.* 19 (1988) pp. 1403-1413.
- [152] ASTM E384 Standard, Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, DOI: 10.1520/E0384-11E01 www.astm.org. (2011) pp. 43.
- [153] Y. Estrin, H. Mecking. A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metall.* 32 (1984) pp. 57-70.
- [154] Y. Bergström. A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline α -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations. *Mater. Sci. Eng.* 5 (1970) pp. 193-200.
- [155] A. Kolmogorov. A statistical theory for the recrystallisation of metals. *Akad. Nauk SSSR.* 1 (1937) pp. 355.
- [156] W.A. Johnson, R.F. Mehl. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Trans. Metall. Soc. AIME.* 135 (1939) pp. 416-42.
- [157] M. Avrami. Kinetics of phase change. I, General theory. *J. Chem. Phys.* 7 (1939) pp. 1103-1112.
- [158] M. Avrami. Kinetics of phase change. II, Transformation-time relations for random distribution of nuclei. *J. Chem. Phys.* 8 (1940) pp. 212-224.
- [159] M. Avrami. Kinetics of phase change. III, Granulation, phase change, and microstructure. *J. Chem. Phys.* 9 (1941) pp. 177-184.
- [160] C. M. Sellars, W.J. McTegart. La relation entre la resistance et la structure dans la deformation a chaud. *Mem. Sci. Rev. Met.* 63 (1966) pp. 741-746.
- [161] M. Sasaki, K. Matsuura, K. Ohsasa, M. Ohno. Effects of addition of titanium and boron on columnar austenite grain in carbon steel. *ISIJ Int.* 49 (2009) pp. 1367-1371.
- [162] D. Senk, H. Emmerich, J. Rezende, R. Siquieri. Estimation of segregation in iron-manganese steels. *Adv. Eng. Mater.* 9 (2007) pp. 695-702.
- [163] M. Mayr, H. Presslinger, A. Pichler. (2002) Electron microprobe investigations of solidification structures in slabs. 4th European continuous casting conference. Birmingham, U. K.
- [164] M. Sasaki, K. Matsuura, K. Ohsasa, M. Ohno. refinement of as-cast austenite grain in carbon steel by addition of titanium. *ISIJ Int.* 49 (2009) pp. 1362-1366.
- [165] S. Kajiwara, D. Liu, T. Kikuchi, N. Shinya. Remarkable improvement of shape memory effect in Fe-Mn-Si based shape memory alloys by producing NbC precipitates. *Scripta Mater.* 44 (2001) pp. 2809-2814.
- [166] H. Kwan-Hee. The microstructures and mechanical properties of an austenitic Nb-bearing Fe-Mn-Al-C alloy processed by controlled rolling. *Mater. Sci. Eng. A.* 279 (2000) pp. 1-9.
- [167] D.M. Haddrill, R.N. Younger, R.G. Baker. Precipitation of niobium carbide on dislocations in austenite. *Acta Metall.* 9 (1961) pp. 982-984.
- [168] V.V. Sagaradze, I.I. Kositsyna, M.L. Mukhin, Y.V. Belozarov, Y.R. Zaynutdinov. High-strength precipitation-hardening austenitic Fe-Mn-V-Mo-C steels with shape memory effect. *Mater. Sci. Eng. A.* 481-482 (2008) pp. 747-751.
- [169] H. Kubo, K. Nakamura, S. Farjami, T. Maruyama. Characterization of Fe-Mn-Si-Cr shape memory alloys containing VN precipitates. *Mater. Sci. Eng. A.* 378 (2004) pp. 343-348.



- [170] S.J. Harris, N.R. Nag. Effect of warm working on the precipitation of vanadium carbide in a medium carbon austenitic steel. *Journal of Mater. Sci.* 11 (1976) pp. 1320-1329.
- [171] Ö.A. Atasoy, K. Özbaysal, O.T. Inal. Precipitation of vanadium carbides in 0.8% C-13% Mn-1% V austenitic steel. *Journal of Mater. Sci. Technol.* 24 (1989) pp. 1393-1398.
- [172] Y. Yazawa, T. Furuhashi, T. Maki. Effect of matrix recrystallization on morphology, crystallography and coarsening behavior of vanadium carbide in austenite. *Acta Mater.* 52 (2004) pp. 3727-3736.
- [173] M. Sasaki, K. Ohsasa, M. Kudoh, K. Matsuura. Refinement of austenite grain in carbon steel by addition of titanium and boron. *ISIJ Int.* 48 (2008) pp. 340-343.
- [174] A.K. Srivastava, K. Das. Microstructural and mechanical characterization of in situ TiC and (Ti,W)C-reinforced high manganese austenitic steel matrix composites. *Mater. Sci. Eng. A.* 516 (2009) pp. 1-6.
- [175] C.M. Sellars. In G. Krausz (Ed.) (1984) Static recrystallization and precipitation during hot rolling of microalloyed steels. *Deformation processing and structure.* ASM. Metals Park, OH.
- [176] F. Reyes, J. Calvo, J.M. Cabrera, I. Mejía. Effect of V on hot deformation characteristics of TWIP steels. *Steel Res. Int.* 83 (2012) pp. 334-339.
- [177] J.M. Han, C.Y. Lim, Y.G. Kim. The role of deformation twinning on mechanical properties of an austenitic Fe-30Mn-1.2Al-0.3C alloy. *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) pp. 2169-2175.
- [178] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz. Constitutive model of the TWIP effect in a polycrystalline high manganese content austenitic steel. *Steel Res. Int.* 73 (2002) pp. 299-302.
- [179] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz. A physical model of the twinning-induced plasticity effect in a high manganese austenitic steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 387-389 (2004) pp.143-147.
- [180] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 387-389 (2004) pp.158-162.
- [181] J.A. Jiménez, G. Frommeyer. Analysis of the microstructure evolution during tensile testing at room temperature of high-manganese austenitic steel. *Mater. Charact.* 61 (2010) pp. 221-226.
- [182] A. Soulati, K.S. Choi, Y.F. Shen, W.N. Liu, X. Sun, M.A. Khaleel. On deformation twinning in a 17.5% Mn–TWIP steel: A physically based phenomenological model. *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) pp. 1402-1408.
- [183] D.N. Crowther, B. Mintz. Influence of grain size and precipitation on hot ductility of microalloyed steels. *Mater. Sci. Tech.* 2 (1986) pp. 1099-1105.
- [184] B. Huang, X. Wang, Y. Rong, L. Wang, L. Jin. Mechanical behavior and martensitic transformation of a Fe-Mn-Si-Al-Nb alloy. *Mater. Sci. Eng. A.* 438-440 (2006) pp. 306-311.
- [185] Y. Ustinovshikov, B. Pushkarev, I. Saepgina. Phase separation in the Fe–Mn system. *J. Alloy. Compd.* 399 (2005) pp. 160-165.
- [186] O. Acselrad, I.S. Kalashnikov, E.M. Silva, M.S. Khadyev, R.A. Simao. Isothermal transformation diagrams diagram of phase transformations in the austenite as a result of aging due to isothermal heating. *Met. Sci. Heat Treat.* 48 (2006) pp. 543-553.
- [187] S. Koyama, T. Ishii, K. Narita. Effects of Mn, Si, Cr, and Ni on the solution and precipitation of Niobium carbide in iron austenite. *Nippon Kink. Gakk.* 35 (1971) pp. 1089.
- [188] D. Li, Y. Wei, C. Lid, L. Hod, D. Lid, X. Jin. Effects of high strain rate on properties and microstructure evolution of TWIP steel subjected to impact loading. *J. Iron Steel Res. Int.*



- 17 (2010) pp. 67-73.
- [189] A. Quispe, S.F. Medina, M. Gómez, J.I. Chaves. Influence of austenite grain size on recrystallisation–precipitation interaction in a V-microalloyed steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 447 (2007) pp. 11-18.
- [190] T. Sakai, M.G. Akben, J.J. Jonas. Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations. *Acta Metall.* 32 (1984) pp. 189-209.
- [191] H.J. McQueen, S. Yue, N.D. Ryan, E. Fry. Hot working characteristics of steels in austenitic state. *J. Mater. Process. Technol.* 53 (1995) pp. 293-310.
- [192] N.D. Ryan, H.J. McQueen. Dynamic recovery, strain hardening and flow stress in hot working of 316 steel. *Czech. J. Phys.* 39 (1989) pp. 458-465.
- [193] P.P. Suikkanen, V.T. Lang, M.C. Somani, D.A. Porter, L.P. Karjalainen. Effect of silicon and aluminium on austenite static recrystallization kinetics in high-strength TRIP-aided steels. *ISIJ Int.* 52 (2012) pp. 471-476.
- [194] T. Sakai, Z. Xu, G.R. Zhang. Solid solution hardening and softening of austenite in plain carbon steel. *Tetsu-to-Hagane.* 80 (1994) pp. 557-561.
- [195] 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.
- [196] N. Cabañas, J. Penning, N. Akdut, B. De Cooman. High-temperature deformation properties of austenitic Fe-Mn alloys. *Metall. Mater. Trans. A.* 37 (2006) pp. 3305-3315.
- [197] A.S. Hamada, L.P. Karjalainen, M.C. Somani, R.M. Ramadan. Deformation mechanisms in high-Al bearing high-Mn TWIP steels in hot compression and in tension at low temperatures. *Mater. Sci. Forum.* 550 (2007) pp. 217-222.
- [198] S.F. Medina, J.M. Mancilla. Influence of alloying elements in solution on static recrystallization kinetics of hot deformed steels. *ISIJ Int.* 36 (1996) pp. 1063-1069.
- [199] C. García-Mateo, B. López, M. Rodríguez-Ibabe. Influence of vanadium on static recrystallization in warm worked microalloyed steels. *Scripta Mater.* 42 (1999) pp. 137-143.
- [200] C.R. Hutchinson, H.S. Zurob, C.W. Sinclair, Y.J. Brechet. The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain-boundary motion in Nb steels. *Scripta Mater.* 59 (2008) pp. 635-637.
- [201] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux, Y. Houbaert. Recrystallization–precipitation interaction during austenite hot deformation of a Nb microalloyed steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) pp. 5519-5528.
- [202] K. Han. Alloy additions on solubility of alloy carbides in steels. *Scripta Metall. et Mater.* 28 (1993) pp. 699-702.
- [203] F. Perrard, C. Scott. Vanadium precipitation during intercritical annealing in cold rolled TRIP steels. *ISIJ Int.* 47 (2007) pp. 1168-1177.
- [204] T. Gladman. (1997) *The physical metallurgy of microalloyed steels.* Steelmaking. Maney Publishing, London.
- [205] S. Colin, C. Philippe. (2009) Vanadium additions in new ultra high strength and ductility steels. *International Symposium on Automobile Steel (ISAS 09).* Dalian, China.
- [206] Y. Estrin, H. Mecking. A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metall.* 32 (1984) pp. 57-70.
- [207] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo, M. Humbert. Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions. *Mater. Sci. Eng. A.* 500 (2009) pp. 196-206.
- [208] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe. Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe–22Mn–0.6C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging. *Acta Mater.* 59 (2011) pp. 6449-6462.



- [209] T. Sakai, A. Belyakov, H. Miura. (2001) Recrystallization and grain growth: dynamic recrystallization under continuous and discontinuous reaction. Proceedings of the first joint international conference. Aachen, Germany.
- [210] B. Derby. Dynamic recrystallization: The steady state grain size. *Scripta Metall. Mater.* 27 (1992) pp. 1581-1585.
- [211] Y.F. Shen, C.H. Qiu, L. Wang, X. Sun, X.M. Zhao, L. Zuo. Effects of cold rolling on microstructure and mechanical properties of Fe–30Mn–3Si–4Al–0.093C TWIP steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 561 (2013) pp. 329-337.
- [212] J. Hirsch, K. Lücke, M. Hatherly. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline fcc metals—III. The influence of slip inhomogeneities and twinning. *Acta Metall.* 1988. 36(11): p. 2905-2927.
- [213] H. Paul, A. Morawiec, A. Piątkowski, E. Bouzy, . . Funderberger. Brass-type shear bands and their influence on texture formation. *Metall. Mater. Trans. A.* 35 (2004) pp. 3775-3786.
- [214] H. Paul, J.H. Driver, C. Maurice, Z. Jasiński. Crystallographic aspects of the early stages of recrystallisation in brass-type shear bands. *Acta Mater.* 50 (2002) pp. 4339-4355.
- [215] L. Bracke, K. Verbeken, L.A. Kestens. Texture generation and implications in TWIP steels. *Scripta Mater.* 66 (2012) pp. 1007-1011.
- [216] S. Dancette, L. Delannay, K. Renard, M.A. Melchior, P.J. Jacques. Crystal plasticity modeling of texture development and hardening in TWIP steels. *Acta Mater.* 60 (2012) pp. 2135-2145.
- [217] L. Bracke, K. Verbeken, L. Kestens, J. Penning. Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel. *Acta Mater.* 57 (2009) pp. 1512-1524.
- [218] J.H. Hollomon. Tensile deformations. *Metals Technology. Trans. AIME.* 12 (1945) pp. 22.
- [219] G.E. Dieter. (1986) *Mechanical Metallurgy.* (3rd ed.) McGraw-Hill.
- [220] H. Monajati, F. Zarandi, M. Jahazi, S. Yue. Strain induced γ' precipitation in nickel base superalloy Udimet 720 using a stress relaxation based technique. *Scripta Mater.* 52 (2005) pp. 771-776.
- [221] G.B. Gibbs. Creep and stress relaxation studies with polycrystalline magnesium. *Philos. Mag.* 13 (1966) pp. 317-329.
- [222] L. Vázquez, H.J. McQueen, J.J. Jonas. Recovery and recrystallization of copper during stress relaxation after hot compression. *Acta Metall.* 35 (1987) pp. 1951-1962.
- [223] S. Kikuchi. Diffraction of cathode rays by mica, Part III. *Proc. Imp. Acad.* 4 (1928) pp. 354-356.
- [224] S. Kikuchi. Diffraction of cathode rays by mica. *Proc. Imp. Acad.* 4 (1928) pp. 271-274.
- [225] S. Kikuchi. The diffraction of cathode rays by mica, Part IV. *Proc. Imp. Acad.* 4 (1928) pp. 471-474.
- [226] S. Kikuchi. Further study on the diffraction of cathode rays by mica. *Proc. Imp. Acad.* 4 (1928) pp. 275-278.
- [227] M.N. Alam, M. Blackman, D.W. Pashley. High-angle Kikuchi patterns. *Proc. Royal Soc. London.* 221 (1954) pp. 224-242.
- [228] K. Shinohara. Diffraction of cathode rays by single crystals, Part III. *Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Res.* 20 (1932) pp. 39-51.
- [229] H. Boersch. About bands in electron diffraction. *Physikalische Zeitschrift.* 38 (1937) pp. 1000-1004.
- [230] K. Artmann. On the theory of Kikuchi envelopes. *Zeitschrift fuer Physik.* 124 (1947) pp. 80-104.
- [231] J.A. Venables, C.J. Harland. Electron back scattering patterns - new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope. *Phil. Mag.* 27



-
- (1973) pp. 1193-1200.
- [232] Oxford Instruments. (2009) HKL Technology, Advanced EBSD School. Denmark.
- [233] M. Melchior. (2009) Modelling of texture and hardening of TWIP steel. PhD Thesis. Université catholique de Louvain. Louvain, France.
- [234] H.J. Bunge. (1982) Texture analysis in materials science: mathematical methods. (2nd ed.) Butterworths. University of Michigan.



Anexo A. Métodos analíticos.

Anexo A.1. Cálculo del coeficiente de endurecimiento (k) y del exponente de endurecimiento por deformación (n).

A.1.1. El método de Hollomon.

El comportamiento de la deformación en la etapa de deformación plástica uniforme se puede describir por la relación clásica entre el esfuerzo y la deformación que propone la ecuación de Hollomon [218]:

$$\sigma = k_H \cdot \varepsilon^{n_H} \quad (\text{A.1})$$

donde σ es el esfuerzo verdadero, ε la deformación verdadera, k_H y n_H son las constantes calculadas respectivamente de la pendiente e intercepción de la curva $\ln\sigma - \ln\varepsilon$.

A.1.2. El método diferencial de Crussard-Jaoul (C-J).

El método diferencial C-J de la curva esfuerzo y deformación verdaderos es muy útil para identificar variaciones significativas del exponente de endurecimiento por deformación. La relación exponencial de Ludwick [219] se supone como sigue:

$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot \varepsilon^n \quad (\text{A.2})$$

donde σ_0 es el esfuerzo de fluencia, k el coeficiente de endurecimiento y n el exponente de endurecimiento por deformación. La forma logarítmica de la Ecuación (A.2), después de derivar la Ecuación (A.2) con respecto a ε , permite obtener formalmente el método de análisis.



$$\ln \frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \ln(k \cdot n_{C-J}) + (n_{C-J} - 1) \cdot \ln \varepsilon \quad (\text{A.3})$$

En la curva $\ln(d\sigma/d\varepsilon) - \ln \varepsilon$, la pendiente de la línea permite determinar el valor de $(n_{C-J} - 1)$, mientras que la intercepción con $\ln=0$ permite determinar el valor del término $\ln(k \cdot n_{C-J})$. Por otro lado, σ_0 puede ser calculado ajustando la Ecuación (A.2) de Ludwick con los datos experimentales y los estimados.



A.2. El método de la relajación de esfuerzos para la determinación de la precipitación de carburos.

La información completa de la cinética de precipitación puede obtenerse usando una técnica macroscópica como el análisis de las curvas de fluencia en caliente en conjunto con análisis de MET. La efectividad de este procedimiento está restringida por las dificultades de medición de la deformación pico (ϵ_p) y los tiempos experimentales prolongados que se requieren. Por esta razón, se desarrolló un nuevo método [151] para determinar las relaciones Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT). Sin embargo, los ensayos convencionales de relajación se realizan a temperatura constante, por tal motivo, no son adecuados para investigar el fenómeno de precipitación, el cual involucra condiciones de enfriamiento que provoca cambios dimensionales en los cabezales e interfieren con las mediciones de relajación. El método [151] propone una compensación a esos cambios de longitud.

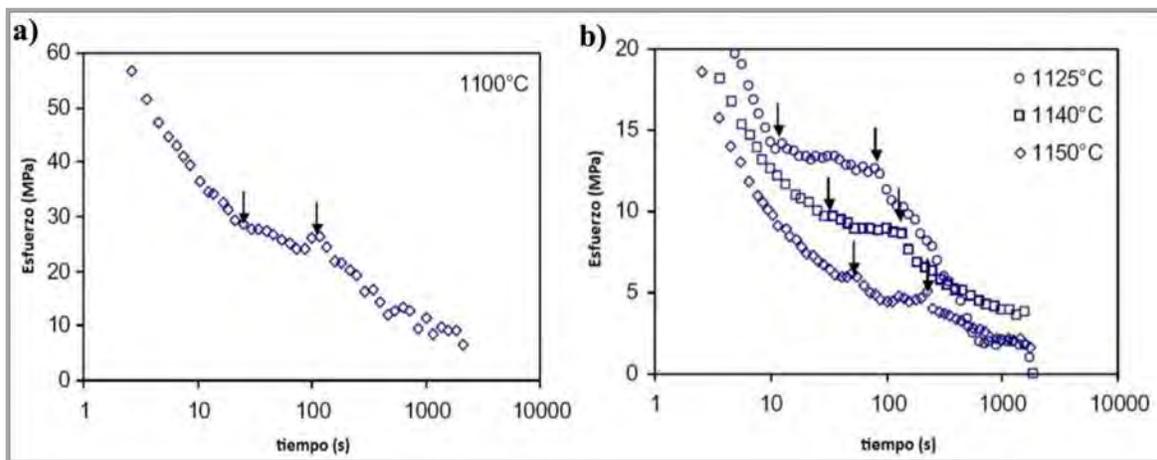


Figura A. 1. Curvas de relajación de esfuerzos para un acero U720 deformado 5% a varias temperaturas a) 1100°C y b) 1125, 1140 y 1150°C [220].

En las curvas de relajación de esfuerzos de las Figuras A.1(a y b), se aprecia que la relajación del esfuerzo se produce de manera aproximadamente lineal y decreciente hasta formar un “plateau” o meseta, la cual no es necesariamente horizontal en todas las temperaturas de prueba, ver Figura A.1(a). Después de este periodo que se muestra entre dos flechas, la relajación sucede prácticamente a la misma velocidad, como lo hizo en la



etapa previa al plateau. Este cambio sugiere que los fenómenos como la precipitación podrían retardar el proceso de relajación [220]. Se observa además, que los valores de esfuerzo en el plateau aumentan con la disminución de la temperatura de ensayo, ver Figura A.1(b). Finalmente, debe notarse que cuando la temperatura de prueba es elevada el plateau de esfuerzo se define menos.

El comportamiento de relajación de esfuerzos del material durante todo el experimento puede expresarse como:

$$\sigma = \sigma_o - \alpha \ln(1 + \beta t) + \Delta\sigma \quad (\text{A.4})$$

donde σ_o es el esfuerzo inicial, α y β son constantes experimentales, $\Delta\sigma$ representa el plateau donde la relación entre el esfuerzo contra el tiempo logarítmico puede ser descrita como una combinación de la curva de base logarítmica más un aumento en el esfuerzo ($\Delta\sigma$). Los puntos a los cuales $\Delta\sigma$ sufre cambios marcados de pendiente son identificados como los tiempos de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación (flechas en la Figura A.1). Para tiempos suficientemente grandes $\beta t \gg 1$, la Ecuación (A.4) se transforma a:

$$\sigma = \sigma_o - \alpha \ln \beta - \alpha \ln t = A - \alpha \ln t \quad (\text{A.5})$$

Esta relación logarítmica ha sido ajustada para describir el comportamiento de varios materiales [221 - 222]. Las constantes α y β se pueden calcular de los datos experimentales usando el método de mínimos cuadrados.

Los tiempos de inicio (P_s) y fin (P_f) de la precipitación de las curvas de relajación de esfuerzos se presentan en forma de diagrama PTT en la Figura A.2, donde se muestra el comportamiento clásico en forma de “C”. La fuerza impulsora de este tipo de precipitación está controlada por el grado de sobresaturación de los precipitados presentes. Por encima de la nariz hay menor sobresaturación, haciendo que la velocidad de nucleación sea menor, es decir, se requieren tiempos mayores para comenzar la precipitación. Por debajo de la nariz, la baja difusividad de los elementos precipitando es la causa de que el tiempo de inicio se prolongue.

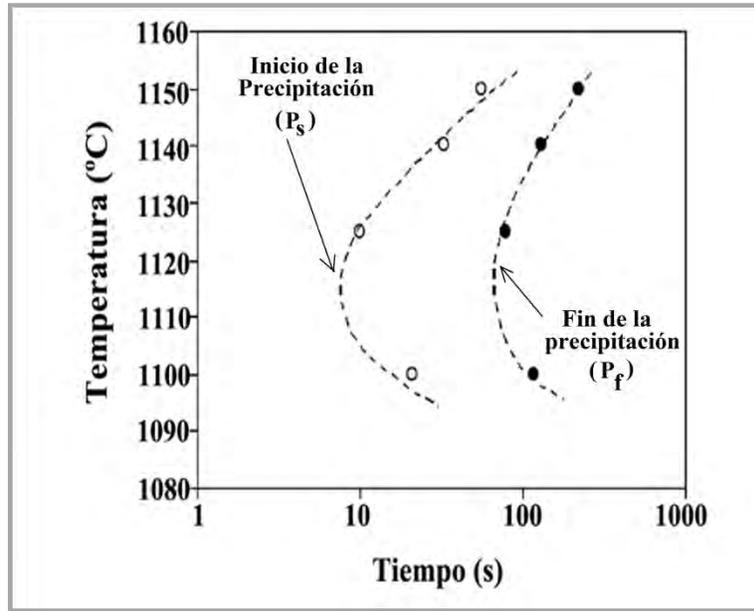


Figura A. 2. Diagrama PTT basado en las curvas de relajación de esfuerzos de una superaleación base Ni (Udimet 720). Solubilizado a 1155°C/15min (P_s : círculo abierto, P_f : círculo sólido). [220]



A.3. Difracción de electrones retro-dispersados (Electron Backscattered Diffraction, EBSD).

La técnica de difracción de electrones retro-dispersados (del inglés Electron Backscattered Diffraction, EBSD) se basa en la adquisición de los patrones de dispersión de las muestras en volumen analizadas mediante un microscopio electrónico de barrido, acoplado con un detector EBSD HKL Technology®. El descubrimiento principal de esos patrones se remonta a 1928 cuando Kikuchi [223-226] dirigió un rayo de electrones de 50 keV hacia un plano de clivaje de Calcita con un ángulo incidente de 6°. A partir de ahí se llevaron a cabo diversas investigaciones para el desarrollo de la técnica [227-231]. El patrón de electrones retro-dispersados (del inglés Electron Back-scattering Pattern, EBSP) consiste en una agrupación de líneas que se interceptan entre sí, llamadas bandas o líneas de Kikuchi (KB). Las KB pueden ser explicadas con razonamientos puramente geométricos a partir del conocimiento de la Ley de Bragg sobre la difracción de los planos cristalinos. La formación de un EBSP se describe a continuación:

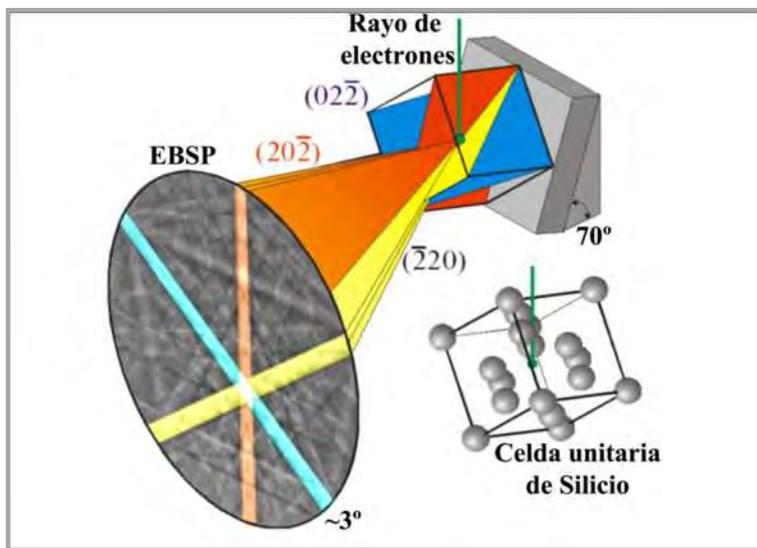


Figura A. 3. Tres planos de la familia {220} son proyectados sobre la pantalla de fósforo como pares de conos casi planos (solo una pequeña parte del cono se muestra). Los conos interceptan como hipérbolas y definen las esquinas de las bandas de Kikuchi [232].



- a) Los electrones chocan con la muestra, y desde el punto de impacto son dispersados anelásticamente, perdiendo aproximadamente el 1% de su energía, lo cual produce un ligero ensanchamiento de la línea.
- b) La dispersión produce que los electrones viajen en direcciones aleatorias dentro de un pequeño volumen, lo cual es un punto de inicio.
- c) Los electrones que cumplen con la condición de difracción de Bragg para un plano en particular, son detectados de manera diferente a los demás, produciendo un cambio de intensidad.
- d) Para cada plano cristalino, los electrones forman dos conos que interceptan el plano de imagen como hipérbolas. Las cuales representan a las líneas de Kikuchi casi en forma de línea recta.

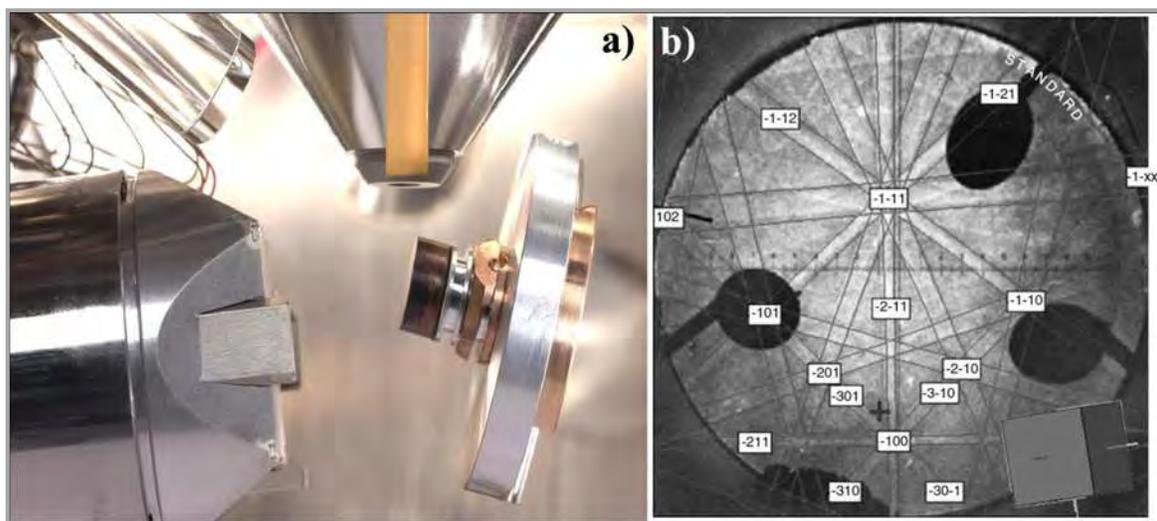


Figura A. 4. a) Vista lateral del detector de EBSD, la muestra de análisis, la pantalla de fósforo y el diodo detector de dispersión, b) Primeros patrones de electrones retro-dispersados (EBSP) indexados por Venables [231].

El hardware de adquisición de EBSD comprende una cámara CCD (del inglés Coupling Charge Detector o Detector de Carga Acoplada) muy sensible y un sistema para el procesamiento de imágenes. Cuando el rayo primario interactúa con la red cristalina, los electrones retro-dispersados de baja energía son canalizados en diferentes caminos que producen interferencias constructivas y destructivas. El software controla la adquisición de datos mediante el escaneo del haz sobre la muestra en un área mallada de muestras inclinadas entre 60° y 70° con respecto a la horizontal, obteniendo la solución de los



patrones de difracción en cada punto y almacenando los datos, Figura A.4(a). Adicionalmente, se requiere el uso de un software para analizar, manipular y mostrar los datos recolectados, lo cual permite realizar un análisis microestructural muy completo: el estudio de las orientaciones cristalinas, el análisis de fases existentes, la caracterización y análisis de la distribución de los límites de grano, así como la evolución de la microtextura durante el proceso de deformación, Figura A.4(b).

A.3.1. Análisis de la orientación y texturas cristalinas por EBSD durante la deformación de aceros TWIP.

Uno de los cambios importantes que puede sufrir un material policristalino durante un proceso de conformado es la formación de nuevas texturas (orientación preferente de los granos en determinadas direcciones cristalográficas). El estudio de texturas está basado en la determinación de direcciones preferenciales de orientación de forma cualitativa y el cálculo de la fracción de volumen asociada a cada una de esas orientaciones de forma cuantitativa.

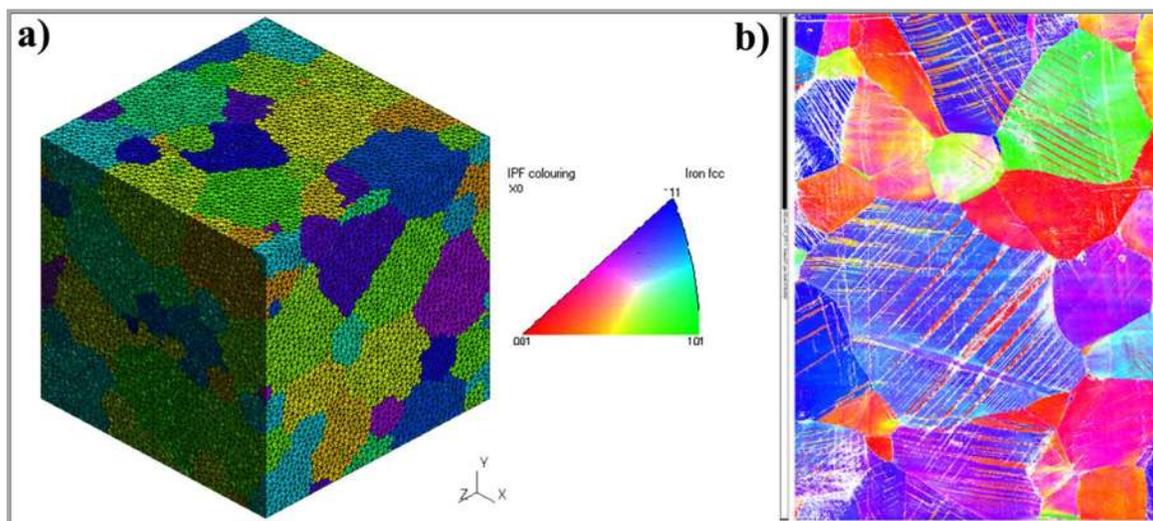


Figura A. 5. a) Ejemplo de un modelo estadístico representativo de la microestructura real, b) mapa de EBSD de la microestructura de un acero TWIP [233].

Dado que muchas propiedades de los materiales son anisotrópicas, el estudio de la textura tiene numerosas aplicaciones, entre las que destaca el control de los procesos de



conformado. La textura está representada matemáticamente por una función de distribución de orientaciones (del inglés: Orientation Distribution Function, ODF), la cual define la probabilidad $f(g)$ que un volumen elemental (dv) presente una determinada orientación cristalina (g). La ODF puede obtenerse experimentalmente mediante MEB-EBSD, Figura A.5(a), basada en la cuantificación de la fracción de volumen de cada orientación en el área mapeada, Figura A.5(b), o puede derivarse de una figura de polos obtenida mediante difracción de rayos-X o neutrones. Las texturas que suelen encontrarse en metales fcc, sus respectivas componentes, así como los ángulos de Euler correspondientes se resumen en la Tabla A-I.

Tabla A- I. Principales componentes de texturas y sus orientaciones en metales fcc [3].

Símbolo	Denominación de la componente de textura.	$\{hkl\}\{uvw\}$	Ángulos de Euler			Factor de Schmid máximo.	
			Por convención de Bunge ^a . [234]			Deslizamiento	Maclado
			φ_1	Φ	φ_2		
◇	Goss	$\{110\}\{001\}$	90	90	45	0.41	0.23
○	Copper	$\{112\}\{111\}$	90	35.2	45	0.27	0.31
●	Brass	$\{110\}\{112\}$	55	90	45	0.41	0.39
□	Cube	$\{001\}\{100\}$	45	0	45	0.41	0.23
★	Brass rotada	$\{110\}\{111\}$	35.2	90	45	0.27	0.31
◆	Copper rotada	$\{112\}\{110\}$	0	35.2	45	0.41	0.47
❖	Goss rotada	$\{110\}\{110\}$	0	90	45	0.41	0.47
▣	S	$\{123\}\{634\}$	59	37	63	----	----

^a Ángulos cristalográficos equivalentes dentro de la zona unitaria para una muestra con simetría ortorrómbica (en condición de laminado).



A.4. El cálculo de la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}).

El parámetro de Zener-Hollomon (Z) es ampliamente utilizado para describir el comportamiento de fluencia en caliente de los aceros. Una buena estimación del valor correcto de la energía de activación necesaria para la deformación (Q_{HW}) permite obtener un buen ajuste durante la modelación de las condiciones de deformación en caliente. La relación entre el esfuerzo de fluencia (σ), la temperatura de deformación (T) y la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$), puede ser descrita por varias ecuaciones. Sin embargo, la forma más representativa para un amplio rango de condiciones es la ley de seno hiperbólico [160]:

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \cdot \exp\left(-\frac{Q_{HW}}{RT}\right) \quad (\text{A.6})$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación (s^{-1}); σ es el esfuerzo pico (MPa); A , α y n , son constantes del material en función de la composición química; Q_{HW} es la energía de activación para la deformación en caliente (J/mol); R es la constante de los gases (8.314 J/mol K) y T la temperatura absoluta (K). Por otro lado, el parámetro Z también relaciona la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$), la temperatura (T) y la energía de activación para la deformación en caliente (Q_{HW}), como se muestra a continuación:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q_{HW}}{RT}\right) \quad (\text{A.7})$$

Combinando ambas Ecuaciones (A.6) y (A.7), la relación entre Z y la velocidad de deformación puede describirse como sigue:

$$Z = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (\text{A.8})$$

El esfuerzo pico (σ_p) se toma como el valor σ de la ecuación (A.8). El coeficiente α es el multiplicador del esfuerzo cuyo valor se determina como sigue:



$$\alpha = \frac{\beta_{av}}{n_{1,av}} \quad (A.9)$$

donde β_{av} y $n_{1,av}$ son los valores promedio determinados por las pendientes respectivas calculadas mediante regresión lineal de las gráficas $\ln \dot{\epsilon}$ vs. σ_p y $\ln \dot{\epsilon}$ vs. $\ln \sigma_p$. Obteniendo logaritmos naturales en ambos lados de la Ecuación (A.6), y calculando las ecuaciones diferenciales parciales, las Ecuaciones (A.10) y (A.11) se obtienen como sigue:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \cdot \ln[\sinh(\alpha \sigma)] - \left(\frac{Q_{HW}}{RT} \right) \quad (A.10)$$

$$\partial(\ln \dot{\epsilon}) = n \cdot \partial\{\ln[\sinh(\alpha \sigma)]\} - \left(\frac{Q_{HW}}{R} \right) \partial \left(\frac{1}{T} \right) \quad (A.11)$$

Si T y $\dot{\epsilon}$ permanecen constantes, entonces la Ecuación (A.11) puede escribirse de la siguiente forma:

$$Q_{HW} = R \left[\frac{\partial \ln \cdot}{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma)]} \right]_T \left[\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma)]}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right] = R \cdot n_{av} \cdot S_{av} \quad (A.12)$$

donde R es la constante de los gases ideales (8.314 J/mol K), n_{av} es la pendiente promedio de la gráfica $\ln \dot{\epsilon}$ vs. $\ln[\sinh(\alpha \sigma_p)]$ y S_{av} es la pendiente promedio de la curva $\ln[\sinh(\alpha \sigma_p)]$ vs. $(1000/T)$ a diferentes velocidades de deformación. Para determinar Q_{HW} mediante el uso de las pendientes promedio (valores de S) de los datos experimentales, se proponen tres ecuaciones a velocidades de deformación constantes derivadas de las diferenciales parciales [149]:

$$Q_{HW} = R n_{1,av} \left[\frac{\partial \ln \sigma_p}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (A.13)$$



$$Q_{HW} = R\beta_{av} \left[\frac{\partial \sigma_p}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (\text{A.14})$$

$$Q_{HW} = Rn_{av} \left[\frac{\partial \ln \sinh(\alpha \sigma_p)}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (\text{A.15})$$

Las ecuaciones propuestas consideran la pendiente promedio de las curvas: $\ln \sigma_p$, σ_p , y $\ln \sinh(\alpha \sigma_p)$ contra el recíproco ($1/T$) de la temperatura absoluta para estimar la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}) [8, 78-80, 148-149, 196].



A.5. La modelación matemática de la fluencia en caliente.

La modelación de las curvas de fluencia es una etapa importante en la elaboración de un proceso de conformado en caliente, tanto para aumentar la calidad del producto como para reducir los costos de producción, se deben predecir de una forma fiable las condiciones óptimas de los procesos de deformación y las propiedades del producto. La modelación de las curvas de fluencia necesita la determinación de las ecuaciones constitutivas que permiten relacionar el esfuerzo de fluencia en cada momento (es decir en las tres etapas), con la deformación y/o con la velocidad de deformación.

A.5.1. Modelación de la etapa de endurecimiento y recuperación dinámica.

Esta etapa está relacionada con la evolución de la densidad de dislocaciones durante el proceso de deformación. La densidad de dislocaciones es el resultado del balance entre las generadas y almacenadas (endurecimiento) y su reordenación y aniquilación. La ecuación que expresa este mecanismo competitivo es la siguiente:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{Almacenadas} - \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{Restauradas} \quad (\text{A.16})$$

La solución de esta ecuación se puede considerar como la respuesta más empleada para la modelización del endurecimiento y de la recuperación dinámica durante la deformación en caliente. Cuando es en términos de densidad de dislocaciones (ρ), se puede pasar fácilmente al esfuerzo aplicando la ecuación siguiente:

$$\sigma = \alpha\mu b\rho^{0.5} \quad (\text{A.17})$$

donde α es un factor geométrico, μ es el módulo de corte (MPa) y b el vector de Burgers (nm).



A.5.2. Modelo de Estrin, Mecking y Bergström.

La Etapa I de la deformación en caliente emplea la ecuación siguiente de la densidad de dislocaciones en condiciones de altas temperaturas y bajas velocidades:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = k_1 - k_2 \sqrt{\rho} \quad (\text{A.18})$$

Así, la velocidad de generación de dislocaciones es constante mientras que durante la recuperación dinámica la velocidad de aniquilación es proporcional a la raíz cuadrada de la densidad de dislocaciones. Según Estrin, Mecking y Bergström [89, 153 - 154], la expresión de la densidad de dislocaciones es la siguiente:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = U - \Omega\rho \quad (\text{A.19})$$

donde U es el término que representa el endurecimiento por deformación y Ω el ablandamiento causado por la recuperación dinámica. Tomando en cuenta que la variación de la densidad de dislocaciones (ρ) es una consecuencia del balance entre las dislocaciones almacenadas y restauradas, y bajo la hipótesis de que el recorrido medio de las dislocaciones es una constante geoméricamente impuesta, la integración de esta ecuación da la siguiente expresión:

$$\rho = \rho_o e^{-\Omega\varepsilon} + \left(\frac{U}{\Omega}\right) (1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \quad (\text{A.20})$$

Introduciendo la ecuación (A.17) en la expresión anterior se obtiene la ecuación de modelización:

$$\sigma = \sigma_o^2 e^{-\Omega\varepsilon} + (\alpha\mu b) \left(\frac{U}{\Omega}\right) (1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \quad (\text{A.21})$$

Y reagrupando:



$$\sigma^2 = [\sigma_s^2 + (\sigma_o^2 - \sigma_s^2) \cdot e^{-\Omega\varepsilon}] \quad (\text{A.22})$$

donde $\sigma_o = \alpha\mu b\rho_o^{0.5}$ y $\sigma_s = \alpha\mu b\left(\frac{U}{\Omega}\right)^{0.5}$, en la cual σ_o es el esfuerzo correspondiente a la densidad de dislocaciones inicial (ρ_o), σ_s es el esfuerzo máximo o de saturación en el caso de la recrystalización dinámica. Si se considera que la densidad inicial de dislocaciones es pequeña, la relación simplificada se expresa en los siguientes términos:

$$\sigma = \sigma_p(1 - e^{-\Omega\varepsilon})^{0.5} \quad (\text{A.23})$$

donde Ω es el término representando el ablandamiento causado por la recuperación, σ_p es el esfuerzo de pico y ε la deformación verdadera. Para determinar el valor de Ω para cada condición de ensayo se ajustan las curvas experimentales con esta ecuación. Para obtener el parámetro $U(ab)^2$ se emplea la siguiente relación:

$$\sigma_{ss} = \alpha b \cdot \mu \cdot \sqrt{\frac{U}{\Omega}} \quad (\text{A.24})$$

Después, se estiman los valores del parámetro de Zener-Hollomon (Z), la energía de difusión del Fe- γ ($Q_{sd} = 280$ kJ/mol) y se evalúa la dependencia de Ω y $U(ab)^2$ con el parámetro de Zener-Hollomon mediante las ecuaciones siguientes:

$$\Omega = k_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \quad (\text{A.25})$$

$$U(ab)^2 = k_U \cdot Z^{m_U} \quad (\text{A.26})$$

A.5.3. Modelación de la etapa de recrystalización dinámica.

La Etapa II de recrystalización dinámica se puede tratar como un proceso de transformación de estado sólido con etapas de nucleación y crecimiento. Es el mecanismo



responsable del ablandamiento, visible directamente en las curvas de fluencia por la caída del esfuerzo. La modelización de esta etapa depende de los procesos que intervienen en el ablandamiento. En este caso se puede representar la recrystalización dinámica por la ecuación de Avrami asumiendo que el ablandamiento es proporcional a la fracción de volumen de material recrystalizado (X). Así, la ecuación constitutiva que se aplica después del inicio de la recrystalización dinámica es la siguiente [157-159]:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot X \quad (\text{A.27})$$

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (\text{A.28})$$

donde σ_{ss} es el esfuerzo de estado estable alcanzada tras finalizar la recrystalización, X es la fracción recrystalizada en un tiempo (t), B y k son constantes asociadas a la nucleación y al crecimiento. En el caso particular de un ensayo a velocidad de deformación constante hay una equivalencia entre el tiempo y la deformación, lo que permite escribir la relación siguiente:

$$X = 1 - \exp\left(-B \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right) t^k\right) \quad (\text{A.29})$$

donde ε_p es la deformación correspondiente al esfuerzo máximo. Es posible incorporar esta expresión en la ecuación (A.23).

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot \left[1 - \exp\left(-B \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right)\right)\right] \quad (\text{A.30})$$

En términos del tiempo para el 50% de la recrystalización ($t_{50\%}$), y puesto que $\exp(-0.693) = 0.5$ se transforma la Ecuación A.30 de la siguiente manera:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot \left[1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon} \cdot t_{50\%}}\right)^k\right)\right] \quad (\text{A.31})$$



donde $t_{50\%}$ y B están relacionados de la siguiente manera:

$$t_{50\%} = \left(\frac{0.693}{B}\right)^{\frac{1}{k}} \quad (\text{A.32})$$

El tiempo para el 50% de recristalización depende de las condiciones de deformación, así como del tamaño de grano inicial (d_0) de la forma siguiente:

$$t_{50\%} = B \cdot \dot{\varepsilon}^n \cdot d_0^m \cdot \exp\left(\frac{Q_{rec}}{RT}\right) \quad (\text{A.33})$$

donde B , m y n son constantes, Q_{rec} es la energía de activación necesaria para la recristalización, R la constante universal de los gases ideales y T la temperatura. Para proceder al estudio de la cinética de recristalización dinámica se aplicó la Ecuación (A.28) o ecuación de Avrami en sus diferentes versiones (Ecuaciones A.29 a A.31). Tales ecuaciones quedan caracterizadas por los valores B , k y $t_{50\%}$. Para el cálculo del coeficiente de Avrami (k), se puede aplicar el método de la representación doble logarítmica graficando $\ln(\ln(1/(1-X)))$ en función de $\ln((\varepsilon - \varepsilon_p)/\dot{\varepsilon})$ donde k es la pendiente. La fracción en volumen del material recristalizado (X) se considera proporcional al ablandamiento observado en la curva esto es:

$$X = \frac{\sigma_p - \sigma}{\sigma_p - \sigma_{ss}} \quad (\text{A.34})$$

Normalmente, el coeficiente de Avrami oscila entre 1 y 4, alcanzado valores entre 1 y 2 para la nucleación en el límite de grano.



A.5.4. Modelación de la etapa de esfuerzo de pico (σ_p) y de estado estable (σ_{ss}).

La modelización de esta etapa basada en el comportamiento mecánico permite relacionar el esfuerzo pico (σ_p) y el de estado estable (o de saturación) (σ_{ss}) con la temperatura y la velocidad de deformación de la siguiente forma:

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma_{ss}^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{A.35})$$

$$\dot{\epsilon} = A' \cdot \exp(\beta \cdot \sigma_{ss}) \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{A.36})$$

donde A , A' y β son constantes del material, n es el exponente de termofluencia (creep), Q la energía de activación y R la constante universal de gases. La primera relación es válida a valores bajos de esfuerzo, mientras que la segunda se cumple con valores altos de esfuerzo. Una expresión más general, válida a bajos y altos valores de esfuerzo es la siguiente, propuesta por Garofalo [144] y Sellars *et al.* [146]):

$$\dot{\epsilon} = A'' \cdot [\sinh(\alpha \cdot \sigma_{ss})]^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{A.37})$$

donde A'' es una constante del material, y α el esfuerzo inverso (o retro-esfuerzo) que marca el cambio de comportamiento de potencial a exponencial. Es relativamente fácil de comprobar que α , n y β están relacionadas de la forma siguiente:

$$\beta = \alpha \cdot n \quad (\text{A.38})$$

La ecuación (A.37) permite describir completamente el comportamiento en un amplio intervalo de esfuerzos, y cuenta además con una clara interpretación física. A altas temperaturas, los materiales muestran plasticidad dependiente de la velocidad de deformación. La descripción clásica del comportamiento a fluencia bajo condiciones de conformado en caliente emplea una expresión similar a la ecuación (A.37). Las constantes de esta ecuación suelen considerarse como “aparentes”, ya que el estado microestructural



inicial no se tiene en cuenta. Algunos investigadores [103] han propuesto que la diferencia entre los valores teóricos y experimentales de la energía de activación de autodifusión y del exponente de termofluencia (creep) (n) puede explicarse si se toma en cuenta la variación del módulo de Young con la temperatura ($E(T)$). Según esta formulación el esfuerzo debería normalizarse por el módulo de Young y la ecuación (A.37) queda en los siguientes términos:

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = A \cdot \left[\sinh \alpha \left(\frac{\sigma_p}{E(T)} \right) \right]^n \quad (\text{A.39})$$

donde $E(T)$ es el módulo de Young en función de la temperatura y $D(T)$ es el coeficiente de autodifusión dependiente de la temperatura dado por la relación siguiente:

$$D(T) = D_0 \cdot \exp \left(\frac{-Q_{sd}}{RT} \right) \quad (\text{A.40})$$

Se han determinado las constantes D_0 ($D_0 = 1.6 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$), Q_{sd} (280 kJ/mol) de la austenita en Fe, y la fórmula que determina E en función de la temperatura $E(T)$:

$$E = 2 \cdot (1 + \nu) \cdot \mu \quad (\text{A.41})$$

$$\mu = \mu_0 \cdot \left(1 - 0.5 \frac{(T - 300)}{T_M} \right) \quad (\text{A.42})$$

donde μ es el módulo de corte, μ_0 su valor a 300 K (8.31×10^4 MPa), T_M la temperatura de fusión (1673 K) y ν el coeficiente de Poisson que vale 0.3. En el presente trabajo para facilitar el estudio se ha fijado el exponente de termofluencia (creep) n a 5 que es uno de los valores frecuentemente reportados.



A.5.5. Validación del modelo aplicado y obtención de las ecuaciones constitutivas.

Una vez determinados los parámetros requeridos para el modelizado, a continuación se introducen y se presentan en las ecuaciones constitutivas para el comportamiento de las curvas de fluencia en caliente para cada uno de los aceros TWIP analizados.

El valor de deformación que indica el inicio de la recrystalización dinámica es:

$$\varepsilon_p = K_{\varepsilon_p} \cdot Z^{m_{\varepsilon_p}} \quad (\text{A.43})$$

Si solo existe recuperación dinámica ($\varepsilon < \varepsilon_p$), entonces:

$$\sigma = \sigma_p (1 - e^{-\Omega \varepsilon})^{0.5} \quad (\text{A.44})$$

donde el esfuerzo de pico (σ_p) y Ω equivalen a:

$$\sigma_p = \frac{E(T)}{\alpha_{\sigma_p}} \cdot \operatorname{arcsenh} \left[\frac{1}{A_{\sigma_p}} \cdot \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)} \right)^{\frac{1}{5}} \right] \quad (\text{A.45})$$

$$\Omega = K_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \quad (\text{A.46})$$

A partir del inicio de la recrystalización dinámica ($\varepsilon > \varepsilon_p$), introduciendo los parámetros $K_{t50\%}$, $m_{t50\%}$ y Q_t , para la determinación del tiempo requerido para el 50% de recrystalización dinámica, se tiene que:

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \left[1 - \exp \left[-0.693 \left[\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{0.0062 \cdot \dot{\varepsilon}^{-1.1024} \cdot \exp \left(\frac{27.446}{RT} \right)} \right] \right] \right] \quad (\text{A.47})$$

$$\sigma_{ss} = \frac{E(T)}{\alpha_{\sigma_{ss}}} \cdot \operatorname{arcsenh} \left[\frac{1}{A_{\sigma_{ss}}} \cdot \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)} \right)^{\frac{1}{5}} \right] \quad (\text{A.48})$$



Anexo B. Publicaciones científicas.

En revistas indexadas:

1. **F. Reyes**, J. Calvo, J.M. Cabrera, I. Mejía. Effect of V on hot deformation characteristics of TWIP steels. *Steel Res. Int.* 83 (2012) pp. 334-339. DOI. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.101>
2. **F. Reyes-Calderón**, I. Mejía, A. Boulaajaj, J.M. Cabrera. Effect of microalloying elements (Nb, V and Ti) on the hot flow behavior of high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel. *Mater. Sci. Eng. A.* 560 (2013) pp. 552-560. DOI. 10.1016/j.msea.2012.09.101
3. **F. Reyes-Calderón**, I. Mejía, J.M. Cabrera. Hot deformation activation energy (Q_{HW}) of austenitic Fe-22Mn-1.5Al-1.5Si-0.4C TWIP steels microalloyed with Nb, V, and Ti. *Mater. Sci. Eng. A.* 562 (2013) pp. 46-52. DOI. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.10.091>

Capítulo de libros:

1. **F. Reyes-Calderón**, I. Mejía, J.M. Cabrera. In A. Salinas, H. Calderón, H. Balmori (Eds.). Effect of microalloying elements (B, Nb, V and Ti) on the strain hardening behavior of high-Manganese TWIP steels. *Advanced Structural Materials. IMRS XXIII. Cancun, México. Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 1373 (2011) pp. 83-88. DOI. 10.1557/opl.2012.300

En "Conference Proceedings" internacionales:

1. **F. Reyes**, J. Calvo, J.M. Cabrera and I. Mejía. In Y.K. Lee (Ed.). Effect of V on hot deformation characteristics of TWIP. *HMnS 2011. Seoul, Korea.* B39 (2011) pp. 1-9.
2. **F. Reyes-Calderón**, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, J. Calvo and J.M. Cabrera. In Y.K. Lee (Ed.). Effect of microalloying elements (B, Nb, and V) on solution heat treatment microstructure of Fe-Mn-Al-Si-C TWIP steels. *HMnS 2011. Seoul, Korea.* A11 (2011) pp. 1-9.



Effect of V on Hot Deformation Characteristics of TWIP Steels

Francisco Reyes, Jessica Calvo, José María Cabrera, and Ignacio Mejía

Twinning induced plasticity (TWIP) steels, which rely on high Mn contents to promote twinning as the deformation mechanism, exhibit high ultimate strengths together with outstanding combinations of ultimate strength and ductility. In terms of mechanical properties, one of the most important microstructural features is grain size. The knowledge of the kinetics of recrystallization mechanisms, i.e., dynamic recrystallization (DRX) and static recrystallization (SRX), can be used in order to control the grain size of the final product by a proper rolling schedule design. The focus of this work is the characterization of the DRX kinetics of two TWIP steels. The basic composition of the steels is Fe-21Mn-0.4C-1.5Al-1.5Si, and one of them is further alloyed with 0.12% V. With this objective, compression tests were carried out at 900, 1000, and 1100 °C and strain rates ranging from $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ to $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Furthermore, metallographic observation by optical microscopy (OM) was done to assess the evolution of grain size for the different deformation conditions. According to the results, the existence of V in the composition does not affect the hot flow behavior of the steel, although recrystallization fraction and recrystallized grain size decrease for the V-containing steel.

1. Introduction

Twinning induced plasticity (TWIP) steels present tensile strengths which can be as high as 1000 MPa with optimum strength to ductility ratios (ductility can be as high as 100%). These steels are currently being developed and, given the characteristics of their mechanical properties and deformation mechanisms, they could be used by the automotive industry for weight reduction without impairment of crashworthiness.^[1,2]

The outstanding mechanical properties of TWIP steels are related to twinning; this mechanism has to be the main deformation mechanism, in addition to some degree of strain hardening due to dislocation motion.^[3-7] Deformation mode is related to the stacking fault energy (SFE) which mainly depends on the chemical composition and temperature. Adequate SFE values ($12\text{--}35 \text{ mJ mol}^{-1}$)^[8]

can be obtained with Mn contents around 20% Mn, which also helps stabilizing the austenite at room temperatures, and additions of 3% Al and 3% Si or 0.6% C. It has been shown that intermediate contents of these three elements also promote twinning as the main deformation mechanism.^[9]

Even though these steels exhibit excellent mechanical properties, the production, and optimization of the mechanical properties of these steels poses challenges at several levels, i.e., continuous casting,^[10-11] hot and cold rolling,^[12-15] composition design,^[16] deformation mechanisms,^[17-20] etc. Regarding mechanical properties, it is important to explore the limits of strength improvement. One strategy to push the tensile strength toward its upper limit could be grain refinement, in fact, it has been shown that a proper control of grain size can lead to optimal tensile strength.^[18,21-22] However, other strengthening routes, such as microalloying, are still to be explored.

This work evaluates the effect of V on the hot flow behavior of TWIP steels. This element, which can form carbides and nitrides and strengthen the material by precipitation, could also modify the behavior of the material at high temperatures. A proper evaluation of dynamic recrystallization (DRX) kinetics for steels with no microalloying additions and microalloyed with V will be useful for the design of deformation routes aiming for controlling the grain size.

[*] Dr. J. Calvo, J. M. Cabrera
Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, Spain
Email: jessica.calvo@upc.edu
E. Reyes, I. Mejía
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Mexico
Dr. J. Calvo, J. M. Cabrera
CTM Centre Tecnològic, Manresa, Spain

DOI: 10.1002/srin.201100320



Materials Science & Engineering A 560 (2013) 552–560

Contents lists available at SciVerse ScienceDirect



Materials Science & Engineering A

journal homepage: www.elsevier.com/locate/msea



Effect of microalloying elements (Nb, V and Ti) on the hot flow behavior of high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel

F. Reyes-Calderón^a, I. Mejía^{a,*}, A. Boulaajaj^{b,c}, J.M. Cabrera^{b,c}

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

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

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

ARTICLE INFO

Article history:

Received 27 May 2012

Received in revised form

27 September 2012

Accepted 27 September 2012

Available online 5 October 2012

Keywords:

Twinning induced plasticity (TWIP) steel

Microalloying elements

Hot flow behavior

Dynamic recrystallization (DRX)

Austenitic grain size

ABSTRACT

This research work studies the effect of microalloying elements such as Nb, V and Ti on the hot flow behavior of high-Mn austenitic TWIP steel. For this purpose, isothermal uniaxial hot compression tests were carried out at three temperatures (900, 1000 and 1100 °C) and four constant strain rates (10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} and 10^{-4} s⁻¹). Experimental results revealed that hot flow curves of microalloyed TWIP steels show single peak curves for all test conditions. Results are discussed in terms of the peak stress (σ_p) and peak strain (ϵ_p) and its dependence on the strain rate ($\dot{\epsilon}$) and temperature. The addition of microalloying elements such as Nb, V and Ti in TWIP steels generates a slight increase in the σ_p value, and Ti microalloyed TWIP steel exhibits the highest σ_p value. Hot deformed microstructures were analyzed by the Electron Back-Scattering Diffraction Technique (EBSD). The most important results of the austenitic recrystallized grain refinement were obtained for V and Ti microalloyed TWIP steels.

© 2012 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Application areas of advanced high-Mn austenitic TWIP steels with high strength-ductility properties are now involved in high speed-trains, automobile and building industries [1]. Their characteristic mechanical properties result from different acting deformation mechanisms: crystallographic slip, possible martensitic transformation and mainly twinning effect. Such mechanisms are related to different stacking fault energy (SFE) values [2], which depend strongly on Mn, Al, Si and C contents, as well as on temperature [3–5]. An accepted chemical composition to reach a total elongation up to 80% at room temperature is with a C content of 0.4–0.8% and Mn ranging from 17% to 22% [6]. Nowadays, the researches attention is focused to analyze the influence of alloying elements such as Al [7,8], Cr and Cr–N [9] on the hot working of TWIP steels. Cabañas et al., [10] have reported that high Mn content increases the activation energy for hot working, and delay the dynamic recrystallization (DRX) mechanism. Kliber et al., [11] established for high-Mn steels that increasing temperature from 900 to 1100 °C, the flow stress is reduced from 300 to 160 MPa, and increasing the strain rate from 5 to 100 s⁻¹ generates an increase of 50 MPa in the maximum flow stress at

1100 °C. Bleck et al., [12] showed that DRX is promoted by Mn contents in solid solution for three high-Mn steels (Fe–22Mn–0.6C, Fe–16Mn–0.6C and Fe–9Mn–0.9C), and slightly increased the maximum flow stresses at 1100 °C. They determined that at 1200 °C the flow stress values were similar for all investigated compositions. The stresses at strain rate of 10 s⁻¹ were three times higher than that at 0.01 s⁻¹, and at lower temperatures like 900 °C the effect is smaller and reduces up to a factor of 2.

Hot flow curves are traditionally divided in three successive stages: (i) The work hardening and dynamic recovery (DRV) stage at low strains [13], (ii) The onset of DRX, which starts in boundaries of elongated grains acting as nucleating sites for new recrystallized grains (necklace structure), and depends on the initial grain size, strain rate, temperature, solutes and second phase particles [14,15], (iii) And finally a third stage once DRX is completed, where a steady state is reached and a dynamically stable microstructure (with equiaxed grains) is attained through continuous nucleation and grain growth [16]. DRX can take place in the two different forms showed in Fig. 1(a) as single peak type curves, at low temperatures and high strain rates, and Fig. 1(b) as multiple peak curves at high temperatures and/or low strain rates. In the particular case of relatively large strain rates or very low temperatures, DRX can be inhibited, being DRV the only active softening mechanism [13]. When a critical dislocation density determined by a critical strain (ϵ_c) value is reached, DRX nucleates and spreads into the crystalline structure. Fernández et al., [17] have determined that microalloying particles pinning

* Corresponding author. Tel.: +52 443 322 3500x4034;

fax: +52 443 322 3500x4010.

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



Author's personal copy

Materials Science & Engineering A 562 (2013) 46–52



Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

Materials Science & Engineering A

journal homepage: www.elsevier.com/locate/msea



Rapid communication

Hot deformation activation energy (Q_{HW}) of austenitic Fe–22Mn–1.5Al–1.5Si–0.4C TWIP steels microalloyed with Nb, V, and Ti

F. Reyes-Calderón^a, I. Mejía^{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, México

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

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

ARTICLE INFO

Article history:
Received 4 June 2012
Received in revised form
26 October 2012
Accepted 30 October 2012
Available online 17 November 2012

Keywords:
Microalloyed TWIP steel
Hot flow behavior
Hot deformation activation energy
Hyperbolic sine function

ABSTRACT

The activation energy for hot deformation (Q_{HW}) of high-Mn microalloyed TWIP steels was determined from experimental uniaxial hot compression curves. The presence of microalloying elements such as Nb, V, and Ti, increases the Q_{HW} value from 366 in the non-microalloyed one to 446 kJ/mol in the V-microalloyed TWIP steel. This change represents an increase from 16% up to 22% of Q_{HW} values.

© 2012 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

The research works about high-Mn Twinning Induced Plasticity (TWIP) steels for automotive applications has been increasing in the last few years [1–6]. The deformation twinning effect in austenitic steels has a significant role on their mechanical properties. Although the twinning effect is mainly controlled by the stacking fault energy (SFE) which is related to the chemical composition, it can be partially affected by the grain size. As well as, the yield point of these steels in the as-received condition is relatively low. Several strategies have been adopted to solve the latter problem, being the grain refinement the preferred one. The control of the grain size requires a careful design of the hot deformation parameters during processing of TWIP steels. It is well known [7,8] that temperature (T), strain (ϵ), and strain rate ($\dot{\epsilon}$) are some of the most important parameters on determining the hot deformation behavior of metals in general, particularly in austenitic steels.

The hot flow behavior is usually characterized by dynamic recovery (DRV) and/or dynamic recrystallization (DRX) mechanisms. Additionally, the activation energy (Q) represents the energy level to overcome in some atomistic mechanisms such as diffusion, deformation, and so on [7]. It could be modified because solute atoms could retard these mobility mechanisms [8], particularly at

low temperature. It is derived from an Arrhenius relationship, which assumes that the microstructure remains constant. Accordingly, this energy is also called 'apparent activation energy' because the microstructure effect is not taken into account [9]. For some metals, the activation energy for secondary creep equals that for self-diffusion (280 kJ/mol in γ -Fe), leading to the theory that cross slipping and climb of edge dislocations are the main deformation mechanisms [7,10]. However, in case of alloys where dynamic recrystallization (DRX) takes place, it is difficult to associate the activation energy with any specific mechanism, since it is usually 20% higher than that for self-diffusion in γ -Fe and much more higher than the necessary for grain boundary migration [11]. This fact supports the previous idea that because of the grain size and the morphology change during processing at high T and $\dot{\epsilon}$, the activation energy must be considered as "apparent" [8,9].

Nowadays, there are limited referenced data on the hot deformation parameters of TWIP steels, particularly the effect of microalloying elements on their hot flow behavior. Cabañas et al. [12] studied the influence of Mn content on the flow stress behavior at elevated temperatures with calculation of the activation energy of binary Fe–Mn alloys (up to 20 wt%) by using hot torsion tests. They reported Q_{HW} values from 230.43 to 349.96 kJ/mol, and determined that Q_{HW} is a function of the Mn content with a limited strengthening effect in the low Mn levels. Hamada et al. [13–15] studied the high-temperature flow resistance of five different high-Mn TWIP steels bearing different Al contents by compression tests, they obtained Q_{HW} values from 300 to 397 kJ/mol. Recently, Li et al. [10,16] studied the hot deformation behavior of TWIP steels bearing different Mn

* Corresponding author. Tel.: +52 443 322 3500x4034;

fax: +52 443 322 3500x4010.

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



Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1373 © 2012 Materials Research Society
DOI: 10.1557/opl.2012.300

Effect of Microalloying Elements (B, Nb, V and Ti) on the Strain Hardening Behavior of High-Manganese TWIP Steels.

F. Reyes-Calderón¹, I. Mejía¹ and J.M. Cabrera^{2,3}

¹Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "U-5", Ciudad Universitaria, 58060-Morelia, Michoacán, México.
fpacor@yahoo.com.mx, imejia@umich.mx.

²Departament de Ciència del Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028-Barcelona, Spain.
jose.maria.cabrera@upc.edu.

³Fundació CTM Centre Tecnològic, Av. de les Bases de Manresa 1, 08242-Manresa (Barcelona), Spain.

ABSTRACT

The present research work analyses the influence of microalloying elements (B, Nb, V and Ti) on the tensile strength and the strain hardening behavior of a high-manganese TWIP steel. The analysis was carried out by means of true stress-true strain curves derived from uniaxial tension tests. The work hardening exponent was determined by using the Hollomon and differential Crussard-Jaoul models. Metallographic characterization was carried out to determine the metallurgical changes associated with n values. The results indicate that the Hollomon analysis results in strain hardening exponent values up to 0.46. On the other hand, the differential Crussard-Jaoul analysis establishes a clear distinction of n value for two stages of plastic deformation which are determined by a sharp slope change in the plot of $\ln(d\sigma/d\varepsilon)$ - $\ln\varepsilon$.

INTRODUCTION

TWIP steels have been widely considered for many industrial applications, particularly in the automotive sector. These steels can provide both high strength and large ductility because twins can produce plastic deformation and, at the same time, twin boundaries act as an obstacle for dislocation movement [1]. The occurrence of twinning depends strongly on the stacking fault energy (SFE), which in turn depends on chemical composition and temperature [2]. The twinning effect produces a high value of the strain hardening exponent n . Xiong et al. [3], investigated the dynamic tensile properties of TWIP steels and determined that n increases with strain rate due to formation of twins during deformation, which then become an obstacle for dislocation slip. The strain hardening evolves with deformation such that: (i) at the beginning of plastic yielding deformation by dislocation slip is the dominant deformation mode and n decreases; (ii) once the stress required to initiate twinning is reached, primary twins with similar orientations proliferate thereby increasing the n value at a constant rate; (iii) at even higher stresses, secondary twins are formed and intersect primary twins and further increases the n exponent. When secondary twinning occurs while primary twinning is still active, the two mechanisms overlap and this causes a gradual decrease in n value [4, 5]; (iv) further straining of previously formed twins hinder the production of new twins thereby decreasing n . It must be emphasized that the relative extent of each of these strain hardening regions depends on the SFE, grain size and crystallographic orientation [4, 6-9]. The main goal of the present research work is



Effect of V on hot deformation characteristics of TWIP

F. Reyes¹, J. Calvo^{2,3*}, J.M. Cabrera^{2,3} and I. Mejía¹

¹ Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, ² Universitat Politècnica de Catalunya, Spain, ³ CTM Centre Tecnològic, Spain

Corresponding author: jessica.calvo@upc.edu

Abstract TWIP steels, which rely on high Mn contents to promote twinning as the deformation mechanism, exhibit high ultimate strengths together with outstanding combinations of ultimate strength and ductility. Due to these characteristics, TWIP steels are foreseen as candidates for vehicle components aiming for high energy absorption and reduced weight. However, the production and optimization of the mechanical properties of these steels poses challenges at several levels, *i.e.* casting, hot and cold rolling, metal forming, composition design, deformation mechanisms... In terms of mechanical properties, one of the most important microstructural features is grain size. Even though there are some discrepancies on the interaction between grain size and twinning, the evolution of grain size should be controlled during the production routes. In particular, the knowledge of the kinetics of recrystallization mechanisms, *i.e.* dynamic recrystallization (DRX) and static recrystallization (SRX), can be used in order to control the grain size of the final product by a proper rolling schedule design. The focus of this work is the characterization of the dynamic recrystallization kinetics of two TWIP steels. The basic composition of the steels is Fe-21Mn-0.4C-1.5Al-1.5Si, and one of them is further alloyed with 0.12%V. This element is used to increase the strength of steels by precipitation. The characterization of the hot deformation behavior of these steels was done by compression testing. Compression samples followed a reheating treatment at 1200°C for 1h to homogenize the microstructure after hot rolling. Compression tests were subsequently carried out at 900°C, 1000°C and 1100°C and strain rates ranging from $1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ to $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Furthermore, metallographic observation by optical microscopy (OM) was done to assess the evolution of grain size for the different deformation conditions. The effect of V on hot deformation characteristics will as well be discussed.

Keywords TWIP steel, Ti microalloying, hot deformation behavior, dynamic recrystallization



HIMS 2011

May 15-18, 2011 / Grand Hilton Hotel / Seoul, Korea

Effect of microalloying elements (B, Nb, and V) on solution heat treatment microstructure of Fe-Mn-Al-Si-C TWIP steels

F. Reyes-Calderón¹, I. Mejía¹, A. Bedolla-Jacuinde¹, J. Calvo^{2,3}, J.M. Cabrera^{2,3}.

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México, ² Departament de Ciència del Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya, Spain, ³ Centre Tecnològic de Manresa, Spain

Abstract The twinning induced plasticity (TWIP) steels (Fe-C-Mn-Al-Si) offer great advantages to the requirements of the automotive and construction industries. Twins formation during cold forming generates a high hardening, high strength, and high deformation, breaking with the paradigms of conventional steels. However they constitute a technical challenge for steelmaking factories. In addition, crystalline grains of these austenitic steels are susceptible to be altered during the thermomechanical processing which causes an excessive grain growth that plays an important role controlling the mechanical properties. The grain size for industrial operations is controlled by adding small amounts of alloying elements, which through precipitation in the austenitic phase inhibit the grain growth. Many researchers have studied the effect of low and high additions of C, Al, Si and Mn; but there are few evidences about the influence of microalloying elements on TWIP steels. Because austenitic grains in TWIP steels are susceptible to change in size and morphology during heating, the present work was focused on the analysis of the influence of microalloying elements such as B, Nb, and V on the TWIP steel microstructures during heating operations. The microstructural and metallographic characterizations were made using optical microscopy (OM). The results allowed quantify the grain size, the effectiveness of B, Nb, and V, used to inhibit the grain growth and the annealed microstructure after the solution heat treatment practiced.

Keywords TWIP steel, microalloying elements, solution heat treatment, austenitic grain

1. Introduction

TWIP steels have a tendency to instability of the austenite phase with increasing temperature, allowing an overgrowth of grain. Intending to avoid this adverse effect, microalloying elements are added to these steels. During the steel reheating, microalloying elements below its solution temperature precipitates in the form of carbides and/or nitrides, pinning austenite grain