



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales

“Efecto de la adición de V como elemento microaleante en aceros avanzados de baja densidad austeníticos y dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C sobre el comportamiento de la fluencia plástica en caliente y envejecimiento por precipitación”.

Tesis que para obtener el grado de
Doctor en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales
presenta:

M.C. Marcos García Domínguez

Asesor:

Dr. Ignacio Mejía Granados
Departamento de Metalurgia
Mecánica IIMM-UMSNH

Co-Asesor:

Dr. José María Cabrera Marrero
Departamento de Ciencia e Ingeniería
de Materiales-UPC, España

Morelia, Michoacán, México, Mayo de 2026.

OFICIO DE ASIGNACIÓN DE MESA SINODAL



Morelia Mich., 30 de abril de 2026

M. C. MARCOS GARCÍA DOMÍNGUEZ

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Doctor en Ciencias Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada *“Efecto de la adición de V como elemento microaleante en aceros avanzados de baja densidad austeníticos y dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C sobre el comportamiento de la fluencia plástica en caliente y envejecimiento por precipitación”*, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

93002670	Dr. Ignacio Mejía Granados	Director de Tesis
17010001	Dr. José María Cabrera Barrero	Co-Director de Tesis
01003062	Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde	Vocal
01001531	Dr. José Lemus Ruiz	Vocal
13010068	Dr. Pedro Garnica González	Vocal
01000489	Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez	Suplente

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

U. M. S. N. H.



de Investigación
en Metalurgia y Materiales
Dr. Ariosto Medina Flores
Director

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

#HumanistaPorSiempre

AGRADECIMIENTOS

Institucionales:

*A la **Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI)** por el apoyo económico otorgado para realizar mis estudios de doctorado. N°b: 1004083.*

*A la **Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH)** por ser la casa de estudios durante los dos años del programa de maestría.*

*Al **Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIMM)**, expreso mi más sincero agradecimiento por brindarme la oportunidad de realizar mis estudios de doctorado durante estos cuatro años de formación académica. Asimismo, agradezco el apoyo institucional, académico y científico proporcionado a lo largo de este programa, el cual fue fundamental para el desarrollo y culminación de este proyecto de investigación.*

*A la **Universitat Politècnica de Catalunya (UPC)**, en Barcelona, España, expreso mi más sincero agradecimiento por haberme recibido durante mi estancia de investigación y por todo el apoyo brindado. Agradezco la oportunidad de formar parte de un entorno científico de alto nivel y de contribuir al desarrollo experimental de una de las etapas más importantes de este proyecto de investigación.*

Personas:

*A mi asesor y director de tesis, **Dr. Ignacio Mejía Granados**, agradezco sinceramente por su apoyo invaluable, orientación y confianza durante el desarrollo de esta investigación. Gracias por compartir sus conocimientos, por el tiempo dedicado, la paciencia, los consejos y la exigencia académica que contribuyeron significativamente a mi formación profesional y personal. Agradezco profundamente la oportunidad de desarrollar este trabajo bajo su dirección y por motivarme constantemente a mejorar día con día.*

*A mi co-asesor, **Dr. José María Cabrera Marrero**, mi más sincero agradecimiento por todo el apoyo, enseñanza, motivación y observaciones brindadas durante esta etapa de mi formación académica. Asimismo, agradezco la oportunidad de permitirme realizar una estancia de investigación en la UPC, Barcelona, España, una experiencia que enriqueció ampliamente mi formación científica y personal. También agradezco ampliamente el apoyo brindado por el **Dr. Pere Barriobero-Vila** durante la estancia de investigación en la UPC, particularmente por las facilidades para el uso de los sincrotrones ALBA y PETRA III.*

*A los integrantes de mi comité tutorial: **Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde**, **Dr. José Lemus Ruiz** y **Dr. Pedro Garnica**, expreso mi más sincero agradecimiento por sus valiosos consejos, observaciones, y comentarios brindados a lo largo del desarrollo de este proyecto de investigación. Gracias por el tiempo dedicado y el apoyo proporcionado durante esta importante etapa de mi formación.*

*A todo el personal técnico y administrativo de los distintos departamentos dentro del IIMM, **Dr. Ariosto**, **Dr. Verduzco**, **Contadora Indra**, **Vero**, **Tony**, **Sayil**, **Simón**, **Yorch**.*

DEDICATORIA

A mis padres, les estaré infinitamente agradecido por haberme formado como la persona que soy. Muchos de mis logros se los debo a ustedes, entre ellos la culminación de esta importante etapa de mi vida. Gracias por su amor, esfuerzo, apoyo incondicional y confianza durante todos estos años, así como por ser la principal motivación para alcanzar cada una de mis metas y sueños. Todo esto también es suyo. Gracias, Papá y Mamá.

A mis hermanos, Cristian y Liz, les agradezco profundamente por todos los momentos especiales, el cariño, la convivencia y el apoyo que me han brindado a lo largo de todos estos años. Gracias por permanecer siempre unidos, tanto en los buenos como en los momentos difíciles. Finalmente, agradezco a Dios por bendecirme con una familia tan especial y maravillosa.

ÍNDICE GENERAL

Resumen	21
Abstract	23
CAPITULO 1	1
INTRODUCCIÓN	1
1.1 Hipótesis	5
1.2 Objetivos	6
1.3 Justificación	7
1.4 Metas científicas/tecnológicas	8
CAPITULO 2	9
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y ESTADO DEL ARTE	9
2.1 Aceros de baja densidad	10
2.1.1 Generalidades	10
2.1.2 Propiedades de los aceros de baja densidad	10
2.1.2.1 Propiedades físicas	10
2.1.2.2 Propiedades mecánicas	10
2.2 Clasificación de los aceros de baja densidad	12
2.2.1 Aceros austeníticos	12
2.2.2 Aceros ferríticos	12
2.2.3 Aceros dúplex base austenita	13
2.2.4 Aceros dúplex base ferrita	13
2.3 Aplicaciones de los aceros de baja densidad	14
2.4 Sistema Fe-Mn-Al-C	14
2.4.1 Diagramas de equilibrio de fases	14
2.4.2 Diagramas de transformación isotérmica TTT y enfriamiento continuo CCT	15
2.4.3 Austenita	16
2.4.4 Ferrita	16
2.5 Efecto de los elementos de aleación del sistema Fe-Mn-Al-C	17
2.5.1 Efecto del Mn	17
2.5.2 Efecto del Al	17

2.5.3 Efecto del C	17
2.6 Efecto de los elementos microaleantes del sistema Fe-Mn-Al-C	18
2.6.1 Efecto del Ti	18
2.6.2 Efecto del Nb	18
2.6.3 Efecto del Mo	18
2.6.4 Efecto del V	18
2.7 Envejecimiento por precipitación de aceros de baja densidad	19
2.7.1 Mecanismos generales	19
2.7.1.1 Cinética de precipitación	19
2.7.1.2 Nucleación	19
2.7.1.3 Crecimiento	19
2.7.2 Descomposición espinodal	20
2.7.3 Reacción eutectoide	20
2.7.3 Precipitación de segundas fases	21
2.7.3.1 Fase kappa	21
2.7.3.2 Fase Mn- β	21
2.7.3.3 Fases B2 y D0 ₃	21
2.8 Mecanismos de deformación plástica y endurecimiento de aceros de baja densidad .	22
2.8.1 Energía de falla de apilamiento (SFE)	22
2.8.2 Mecanismo de deslizamiento de dislocaciones	22
2.8.3 Mecanismo de corte	22
2.8.4 Mecanismo de microbandas de corte	23
2.8.5 Mecanismo de endurecimiento a bajas temperaturas	23
2.9 Deformación plástica en caliente de aceros de baja densidad	23
2.9.1 Descripción de la curva de fluencia en caliente	23
2.9.2 Energía de activación para la deformación en caliente Q _{HW}	24
2.9.3 Modelos matemáticos	24
2.9.3.1 Etapa I de endurecimiento y ablandamiento	24
2.9.3.2 Etapa II de recristalización dinámica	25
2.9.3.3 Etapa III de esfuerzo pico y estado estable	27
2.10 Mapas de procesamiento	28
2.10.1 Generalidades de mapas de procesamiento	28

2.10.2 Sensibilidad a la velocidad de deformación	29
2.10.3 Eficiencia y parámetro de inestabilidad.....	30
2.10.4 Criterios de inestabilidad de la fluencia plástica	30
2.10.4.1 Criterio de Prasad	30
2.10.4.2 Otros criterios de la inestabilidad de la fluencia plástica	31
2.11 Estado del arte.....	32
2.11.1 Modelación de la fluencia plástica en caliente	32
2.11.2 Mapas de procesamiento.....	32
2.11.3 Cinética de precipitación y transformaciones de fases	35
CAPITULO 3	37
METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	37
3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental.....	38
3.2 Materiales	39
3.2.1 Composición química	39
3.2.2 Espectroscopía de emisión óptica por chispa	39
3.3 Acondicionamiento microestructural	40
3.3.1 Tratamiento térmico de homogeneizado	41
3.3.2 Tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente	41
3.3.3 Tratamiento térmico de solubilizado	41
3.4 Ensayos de compresión uniaxial en caliente.....	42
3.4.1 Fabricación de probetas	42
3.4.2 Condiciones de ensayos de compresión uniaxial en caliente	43
3.4.3 Determinación de la energía de activación Q_{HW}	44
3.4.4 Modelación de curvas de fluencia	45
3.4.4.1 Modelado de la etapa I de endurecimiento y ablandamiento por restauración dinámica	45
3.4.4.2 Modelado de la etapa II de recristalización dinámica	47
3.4.4.3 Modelado de la etapa III de esfuerzo pico y estado estable	48
3.5 Mapas de procesamiento.....	49
3.5.1 Determinación del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m)	49
3.5.2 Determinación del parámetro de eficiencia de disipación de energía (η).....	50
3.5.3 Construcción de mapas de procesamiento	50

3.6 Ensayos de dilatometría	51
3.6.1 Fabricación de probetas	51
3.6.2 Condiciones de ensayos de dilatometría	51
3.6.3 Determinación de curvas Precipitación Tiempo Temperatura (PTT)	54
3.6.3.1 Método de las tangentes	54
3.6.3.2 Método de la derivada	55
3.7 Ensayos mediante radiación sincrotrón	56
3.7.1 Sincrotrón ALBA	56
3.7.2 Sincrotrón PETRA III	58
3.8 Tratamientos térmicos de envejecimiento por precipitación	61
3.9 Técnicas de caracterización metalográfica, estructural y mecánica	62
3.9.1 Caracterización metalográfica	62
3.9.1.1 Microscopía óptica de luz (LOM)	62
3.9.1.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)	63
3.9.1.3 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	63
3.9.2 Caracterización estructural	63
3.9.2.1 Difracción de rayos-X	63
3.9.2.2 Refinamiento Rietveld	64
3.9.3 Caracterización mecánica	65
3.9.3.1 Ensayos de microdureza Vickers (HV)	65
3.9.3.2 Ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente	65
CAPITULO 4	68
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	68
4.1 Análisis de composición química	69
4.2 Modelación de curvas de fluencia plástica en caliente	69
4.3 Construcción de mapas de procesamiento	87
4.3.1 Parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación m	87
4.3.2 Mapas de eficiencia de disipación de energía η	96
4.3.3 Mapas de procesamiento de los aceros avanzados LD	99
4.3.4 Evolución microestructural durante la fluencia plástica en los aceros avanzados LD	107
4.4 Dilatometría	124

4.4.1	Análisis de las curvas de relajación de esfuerzos y cambio de longitud	124
4.4.1.1	Método de las tangentes	124
4.4.1.2	Método de la derivada	127
4.4.2	Construcción de las curvas PTT (Precipitación Tiempo Temperatura)	128
4.4.3	Caracterización metalográfica mediante LOM.....	134
4.4.3.1	Aceros LD austeníticos.....	134
4.4.3.2	Aceros LD dúplex.....	143
4.4.4	Microdureza Vickers (HV)	153
4.5	Difracción de rayos-X por radiación sincrotrón (DRX-Sincrotrón).....	154
4.5.1	Análisis mediante sincrotrón (ALBA-synchrotron)	154
4.5.1.1	Difractogramas	154
4.5.1.2	Caracterización metalográfica mediante LOM.....	159
4.5.1.3	Microdureza Vickers (HV)	162
4.5.2	Análisis mediante sincrotrón-dilatómetro (PETRA III-synchrotron)	163
4.5.2.1	Patrones-anillos de difracción LD austeníticos y dúplex	163
4.5.2.2	Difractogramas	165
4.5.2.3	Porcentaje de fases.....	170
4.5.2.4	Cambio de longitud y relajación de esfuerzos.....	172
4.5.2.5	Caracterización metalográfica SEM/LOM.....	178
4.5.2.6	Microdureza Vickers (HV)	185
4.6	Tratamientos térmicos de envejecimiento por precipitación	186
4.6.1	Caracterización metalográfica mediante LOM.....	186
4.6.2	Microdureza Vickers (HV)	193
4.7	Ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente	195
4.7.1	Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles	195
4.7.2	Caracterización metalográfica LOM/SEM.....	197
4.7.3	Microdureza Vickers (HV)	205
5.	Conclusiones.....	207
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		210
METAS ALCANZADAS.....		222
PRODUCTIVIDAD CIENTÍFICA.....		223

ÍNDICE DE FIGURAS:

Figura 2.1 Módulo de Young en función del contenido de Mn bajo distintas condiciones de procesamiento térmico y termo-mecánico [3].	11
Figura 2.2 Gráfico de resistencia a la tracción y elongación de diferentes aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C [4].	12
Figura 2.3 Comportamiento de las propiedades mecánicas de los aceros ferríticos LD respecto a la variación en el contenido de Al [36].	13
Figura 2.4 Secciones politérmicas de los diagramas de fase de aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C calculadas mediante FactSage. a) en función del contenido de Al para Mn=20% y C=0.85%; b) en función del contenido de Mn para Al=7% y C=0.85%; líneas punteadas son la región de formación de fase kappa; las líneas con puntos son las regiones para las temperaturas de transición [39].	15
Figura 2.5 Diagrama TTT de descomposición de la solución sólida γ en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un envejecido isotérmico. Área 1: Descomposición espinodal, área 2: Precipitación homogénea de carburos- κ , área 3: Formación de un carburo- κ^* en límite de grano, área 4: Producto de la reacción discontinua $\alpha(B2/D0_3)$ en límites de grano, área 5: formación de fases de equilibrio [40].	16
Figura 2.6 a) Representación esquemática de contenido (G) y co-contenido (J) para un material teniendo una ecuación constitutiva representada por la curva de $\sigma = f(\epsilon)$. La energía total disipada está dada por el rectángulo. b) Representación esquemática mostrando J_{max} que ocurre cuando el parámetro de la sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de un material es igual a 1 [69].	29
Figura 3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental.	38
Figura 3.2 Diagramas de fases en equilibrio de los aceros a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.	40
Figura 3.3 Ciclo del tratamiento térmico y termo-mecánico de homogeneizado y laminación en caliente de los aceros avanzados LD.	42
Figura 3.4 Ciclo de ensayos de compresión uniaxial en caliente de los aceros avanzados LD.	43
Figura 3.5 Ciclo de tratamiento térmico de envejecimiento para los ensayos de dilatometría aplicado a los aceros LD austeníticos y dúplex.	51

Figura 3.6 Dilatómetro del Centro Tecnológico de Manresa (CTM) España, a) probeta y termopares, b) probeta montada sobre el dilatómetro, c) cámara de vacío y d) componentes de control del dilatómetro.....	53
Figura 3.7 Ciclo termo-mecánico de solubilizado, deformación y envejecimiento durante los ensayos de dilatometría.....	54
Figura 3.8 Representación gráfica del método de las tangentes para la determinación del inicio (P_s) y final (P_f) de precipitación en las curvas de relajación de esfuerzos [94].	55
Figura 3.9 a) Túnel acelerador de partículas del sincrotrón ALBA [92].	57
Figura 3.10 Ciclo de tratamiento térmico de los aceros LD para el análisis sincrotrón ALBA.	58
Figura 3.11 a) Túnel acelerador de partículas DESY PETRA III. b) Conjunto de elementos laboratorio de radiación sincrotrón PU-07 [92].	59
Figura 3.12 Ciclo de tratamiento termo-mecánico de los aceros LD para los ensayos de dilatometría y relajación de esfuerzos en el sincrotrón PETRA III.	60
Figura 3.13 Diagrama TTT de descomposición de la solución sólida γ en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un envejecido isotérmico. Área 1: Descomposición espinodal, área 2: Precipitación homogénea de carburos- κ , área 3: Formación de un carburo- κ^* en límite de grano, área 4: Producto de la reacción discontinua $\alpha(B2/D0_3)$ en límites de grano, área 5: formación de fases de equilibrio [95].....	61
Figura 3.14 Ciclo del tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación de los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C.....	62
Figura 3.15 Refinamiento Rietveld de los difractogramas del acero bajo estudio durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas mediante el software MAUD 2.9.	64
Figura 3.16 Dimensiones de las probetas planas para los ensayos de tracción uniaxial.	65
Figura 3.17 Ciclos de los tratamientos térmicos de envejecimiento de los aceros avanzados LD. a) Ciclo correspondiente a los aceros LD austeníticos; b) ciclo correspondiente a los aceros LD dúplex.....	66
Figura 3.18 Máquina universal de ensayos mecánicos Instron 4507, utilizada para los ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente en los aceros LD. a) Vista general de la máquina universal de ensayos mecánicos, b) vista general del sistema de ensayo con la probeta montada entre las mordazas, c) acercamiento de las mordazas y la	

probeta durante el ensayo, y d) imagen digital del ensayo obtenida mediante la cámara de adquisición.	67
Figura 4.1 Curvas de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-A-REF y LD-A-V a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. a), c), e) y g) LD-A-REF; b) d) f) y h) LD-A-V.	71
Figura 4.2 Curvas de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-D-REF y LD-D-V a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. a), c), e) y g) LD-D-REF; b) d) f) y h) LD-D-V.	73
Figura 4.3 Comparativa de las curvas esfuerzo-deformación verdaderas experimentales y calculadas de los aceros LD austeníticos.	77
Figura 4.4 Comparativa de las curvas esfuerzo-deformación verdaderas experimentales y calculadas de los aceros LD dúplex.	79
Figura 4.5 Mapas de granos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD deformados a 700 °C y 1000 °C (izquierda y derecha), respectivamente, con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. a), b) LD-A-REF; c), d) LD-A-V; e), f) LD-D-REF; g), h) LD-D-V.	81
Figura 4.6 Mapas de Kernel de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD deformados a 700 °C y 1000 °C (izquierda y derecha), respectivamente, con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. a), b) LD-A-REF; c), d) LD-A-V; e), f) LD-D-REF; g), h) LD-D-V.	83
Figura 4.7 Mapas de fases de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD deformados a 700 °C y 1000 °C (izquierda y derecha), respectivamente, con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. a), b) LD-A-REF; c), d) LD-A-V; e), f) LD-D-REF; g), h) LD-D-V.	85
Figura 4.8 Diagramas de fases en equilibrio de los aceros austeníticos bajo estudio calculados mediante el software JMatPro® 9.1.2. a), b) Acero LD-A-REF y c), d) Acero LD-A-V.	86
Figura 4.9 Diagramas de fases en equilibrio de los aceros dúplex bajo estudio calculados mediante el software JMatPro® 9.1.2. a), b) Acero LD-D-R y c), d) acero LD-D-V.	87
Figura 4.10 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \epsilon$ del acero LD-A-REF para diferentes niveles de deformación: 0.15, 0.35 y 0.65.	89
Figura 4.11 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \epsilon$ del acero LD-A-V para diferentes niveles de deformación: 0.15, 0.35 y 0.65.	90

Figura 4.12 Mapa 3D del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de los aceros LD austeníticos de referencia y microaleado.....	92
Figura 4.13 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \varepsilon$ del acero LD-D-REF.	93
Figura 4.14 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \varepsilon$ del acero LD-D-V.	94
Figura 4.15 Mapa 3D del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de los aceros LD dúplex de referencia y microaleado.....	95
Figura 4.16 Mapas de disipación de energía de los aceros LD-A-REF y LD-A-V con ajuste del polinomio de segundo y tercer grado con nivel de deformación de 0.65.....	97
Figura 4.17 Mapas de disipación de energía de los aceros LD-D-REF y LD-D-V con ajuste del polinomio de segundo y tercer grado.	98
Figura 4.18 Mapas de procesamiento del acero LD-A-REF.	100
Figura 4.19 Mapas de procesamiento del acero LD-A-V.	102
Figura 4.20 Mapas de procesamiento del acero LD-D-REF.	104
Figura 4.21 Mapas de procesamiento del acero LD-D-V.....	105
Figura 4.22 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-A-REF a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹	109
Figura 4.23 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-A-V a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹	111
Figura 4.24 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-D-REF a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹	113
Figura 4.25 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-D-V a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹	114
Figura 4.27 Micrografías obtenidas por SEM de los aceros LD austeníticos y dúplex de baja densidad deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹ . a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y LD-D-V.	117

Figura 4.28 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-A-REF deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.1 s ⁻¹ . a) Partículas de nitruro de aluminio (AlN) y carburos κ ; b) mapeo químico por SEM de partículas de AlN y carburos κ ; c) mapa químico de aluminio (Al) y d) mapa químico de carbono (C).	118
Figura 4.29 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-A-V deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹ . a) Partícula de sulfuro de manganeso (MnS); b) mapeo químico elemental por SEM del sulfuro de manganeso; c) mapa químico de manganeso (Mn) y d) mapa químico de azufre (S).	120
Figura 4.30 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-D-REF deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹ . a) Mezcla de carburos- κ y ferrita; b) mapeo químico elemental por SEM de la mezcla de fases $\alpha + \kappa$; c) mapa químico del hierro (Fe) y d) mapa químico del carbono (C).	122
Figura 4.31 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-D-V deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s ⁻¹ . a) Partícula de carburo de vanadio (VC); b) mapeo químico elemental por SEM de la partícula VC; c) mapa químico de carbono (C) y d) mapa químico de vanadio (V).	123
Figura 4.32 Curvas de relajación de esfuerzos obtenidas mediante ensayos de dilatometría. a), b) acero LD-A-REF, c) y d) acero LD-D-REF.	125
Figura 4.33 Curvas de relajación de esfuerzos obtenidas mediante ensayos de dilatometría. a), b) acero LD-A-V, c) y d) acero LD-D-V.	126
Figura 4.34 Superposición de las curvas de relajación de esfuerzos y de cambio de longitud obtenidas mediante los ensayos de dilatometría. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.	127
Figura 4.35 Curvas de relajación de esfuerzos con su derivada para la determinación de los puntos de inflexión de los cambios de pendiente en la curva. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.	128
Figura 4.36 Curvas PTT obtenidas mediante el método de las tangentes. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.	129
Figura 4.37 Inicio de curvas PTT obtenidas mediante la derivada de la señal de relajación de esfuerzos.	131
Figura 4.38 Nube de puntos de curvas PTT obtenidas mediante las técnicas de dilatometría, relajación de esfuerzos y su derivada.	134

Figura 4.39 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 450 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	135
Figura 4.40 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 500 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	136
Figura 4.41 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 550 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	138
Figura 4.42 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 600 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	139
Figura 4.43 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 650 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	141
Figura 4.44 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 700 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	142
Figura 4.45 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 750 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.....	143
Figura 4.46 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 450 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	144
Figura 4.47 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 500 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	146
Figura 4.48 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 550 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	147
Figura 4.49 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 600 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	149

Figura 4.50 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 650 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	150
Figura 4.51 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 700 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	151
Figura 4.52 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 750 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.....	152
Figura 4.53 Difractogramas obtenidos con intensidad desde 2,500 a 80,000 (a.u.) mediante radiación sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante tiempos de 1, 60 y 120 minutos. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.....	155
Figura 4.54 Acercamiento de los difractogramas con intensidad desde 2,500 a 15,000 (a.u.) obtenidos mediante radiación sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante tiempos de 1, 60 y 120 minutos. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.....	157
Figura 4.55 Difractogramas obtenidos con intensidad desde 2,500 a 80,000 (a.u.) mediante radiación sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 700 °C durante tiempos de 1, 60 y 120 minutos. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.....	159
Figura 4.56 Micrografías obtenidas a través de microscopia óptica de luz (LOM) de las probetas de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante 2 horas, ensayadas en el sincrotrón ALBA. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.....	160
Figura 4.57 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas ensayadas mediante el sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 700 °C durante 2 horas: a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.	162
Figura 4.58 Anillos de difracción correspondientes a los patrones de difracción obtenidos mediante radiación sincrotrón HEXRD. a), c), e), g) aceros LD en condición de solubilizado (después de 10 minutos de permanencia), b), d), f), h) aceros LD después de 2 h del tratamiento de envejecimiento a 600 °C.	164
Figura 4.59 Difractogramas obtenidos mediante radiación sincrotrón de los aceros LD austeníticos durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C durante	

diferentes tiempos de permanencia: a) 7 min, b) 40 min, c) 60 min, d) 80 min, e) 100 min and f) 120 min.	166
Figura 4.60 Difractogramas obtenidos mediante radiación sincrotrón de los aceros LD dúplex durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C durante diferentes tiempos de permanencia: a) 7 min, b) 40 min, c) 60 min, d) 80 min, e) 100 min and f) 120 min.	169
Figura 4.61 Porcentaje de fases (% vol.) de los aceros LD austeníticos y dúplex durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C. a), b) austenita, c), d) ferrita y e), f) kappa.	171
Figura 4.62 Curvas de relajación de esfuerzos obtenidas durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas en los aceros LD. a) LD-A-REF y c) corresponden al acero LD-D-R, mientras que las señales b) y d) corresponden al acero LD-D-V.	173
Figura 4.63 Curvas de cambio de longitud obtenidas durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas de los aceros LD austeníticos y dúplex. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.	174
Figura 4.64 Cálculos termodinámicos de la concentración de V y C en la fase austenita en los aceros LD dúplex, realizados mediante el software JMatPro® 9.1.2. a) Acero LD-D-R, b) Acero LD-D-V y c) superposición de las predicciones de concentración de C y V para ambos aceros.	177
Figura 4.65 Micrografías de SEM del acero LD-D-V después del tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas. a), c) Microestructura general mostrando la coexistencia de γ y $\alpha + \kappa$ con algunas partículas de VC localizadas en los límites de γ y α . b) Mapeo elemental mediante EDS con partículas VC y colonias de $\alpha + \kappa$. d) Imagen de alta magnificación resaltando la morfología laminar de $\alpha + \kappa$ en el límite de γ/α	179
Figura 4.66 Micrografías SEM y mapeos químicos elementales del acero LD-D-V después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h. a), c) Microestructura de colonias lamelares $\alpha + \kappa$ coexistiendo con austenita (γ), con partículas de VC localizadas en los límites de grano. b), d) Mapas elementales de partículas de VC dentro de las regiones $\alpha + \kappa$ y en los límites de grano.	180
Figura 4.67 Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica de luz (LOM) de las muestras de los aceros LD-A-REF (a, c, e, g) y LD-D-V (b, d, f, h) después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h, obtenidas a diferentes aumentos.	182

Figura 4.68 Micrografías obtenidas mediante LOM de las muestras de los aceros LD-D-R (a, c, e, g) y LD-D-V (b, d, f, h) después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h, obtenidas a diferentes aumentos.....	184
Figura 4.69 Análisis de imagen cuantitativo de fases de γ y $\alpha + \kappa$ mediante el software ImageJ. a) Acero LD-D-REF y b) Acero LD-D-V.	185
Figura 4.70 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de solubilizado. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.	187
Figura 4.71 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 5 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	188
Figura 4.72 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 10 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	190
Figura 4.73 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 15 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	191
Figura 4.74 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 20 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	193
Figura 4.75 Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles de los aceros avanzados LD. a) Condición de tratamiento térmico de solubilizado, b) condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 450 °C (aceros austeníticos) y 550 °C (aceros dúplex).	196
Figura 4.76 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD en condición de solubilizado: a) y b) LD-A-REF, c) y d) LD-A-V.....	198
Figura 4.77 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD dúplex en condición de solubilizado: a) y b) LD-D-REF, c) y d) LD-D-V.....	200
Figura 4.78 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD austeníticos en condición de envejecimiento a 550 °C: a) y b) LD-A-REF, c) y d) LD-A-V.	201
Figura 4.79 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD dúplex en condición de envejecimiento a 450 °C: a) y b) LD-D-REF, c) y d) LD-D-V.	203

Figura 4.80 Superficies de fractura obtenidas a través de SEM de las probetas de tracción de los aceros LD en condición de envejecimiento: a) Acero LD-A-REF, b) Acero LD-A-V, c) Acero LD-D-REF y d) Acero LD-D-V. 205

ÍNDICE DE TABLAS:

Tabla 2.1 Criterios de la inestabilidad de la fluencia plástica en caliente.....	31
Tabla 3.1 Composición química nominal de los aceros de baja densidad diseñados (% en masa).....	39
Tabla 4.1 Composición química de los aceros avanzados LD obtenidos mediante espectroscopía de emisión óptica por chispa y EDS.....	69
Tabla 4.2 Valores de los parámetros de cada etapa de modelación de las curvas de fluencia plástica en caliente.....	74
Tabla 4.3 Valores de microdureza Vickers (HV) de los aceros LD austeníticos y dúplex posterior a los ensayos de dilatometría.....	154
Tabla 4.4 Valores de dureza HV obtenidos de las probetas ensayadas durante los tratamientos de envejecimiento en el sincrotrón ALBA.....	163
Tabla 4.5 Valores de microdureza Vickers (HV) de los aceros LD austeníticos y dúplex en condición los ensayos de sincrotrón PETRA III.....	186
Tabla 4.6 Valores de microdureza HV de los diferentes tiempos de los tratamientos isotérmicos de envejecimiento por precipitación.....	194
Tabla 4.7 Valores de microdureza Vickers (HV) de las probetas ensayadas por tensión uniaxial a temperatura ambiente en condición de solubilizado y tratamiento térmico de envejecimiento....	206

Resumen

Los aceros avanzados de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C son materiales con excelentes propiedades de resistencia, ductilidad y baja densidad. Actualmente estos aceros continúan en plena investigación y desarrollo, ya que tienen el potencial para posibles aplicaciones en la industria automotriz, sector aeronáutico y militar, así como biomateriales y a temperaturas criogénicas. El presente proyecto de investigación tiene como objetivo principal determinar el efecto del V como elemento microaleante en los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C sobre la fluencia plástica en caliente, mapas de procesamiento y cinética de precipitación de la fase kappa. Se utilizaron aceros avanzados LD austeníticos (Fe-30Mn-8Al-1C) y dúplex base austenita (Fe-12Mn-8Al-1C), de referencia y microaleados con V (0.2% en peso). El acondicionamiento microestructural se llevó a cabo mediante tratamientos térmicos y termomecánicos de homogeneizado, laminación en caliente y solubilizado. Se realizaron ensayos de compresión uniaxial en caliente a temperaturas de 700, 800, 900 y 1000 °C, con velocidades de deformación de $5 \cdot 10^{-4}$, 0.001, 0.01 y 0.1 s^{-1} para obtener las curvas esfuerzo-deformación verdaderas y realizar la modelación matemática utilizando los modelos de base física que rigen el comportamiento de la deformación plástica en caliente (Kocks, Estrin, Mecking, Bergstrom, Avrami y Sellars). Se calculó la energía de activación para la deformación en caliente Q_{HW} y se realizó la construcción de los mapas de procesamiento. Por otro lado, se aplicó el tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación de fase kappa a las muestras solubilizadas de los cuatro aceros a temperaturas de 550 °C. También, se realizaron ensayos de dilatometría a temperaturas de 450, 500, 550, 600, 650, 700 y 750 °C para determinar las curvas de precipitación (PTT). Se realizó caracterización metalográfica (LOM, SEM y EBSD), caracterización estructural mediante difracción de rayos-X (DRX) y radiación sincrotrón in situ. Por otro lado, se realizó caracterización mecánica mediante ensayos de micro dureza Vickers y ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente. La modelación de la fluencia en caliente mediante las ecuaciones constitutivas de base física permitió predecir con buen ajuste el comportamiento de las curvas experimentales en los aceros LD austeníticos y dúplex, particularmente a altas temperaturas (900-1000 °C) y bajas velocidades de deformación (0.001 y 0.0005 s^{-1}), donde predominan los mecanismos de recuperación dinámica y recrystalización dinámica. Por otro lado, los mapas de procesamiento permitieron identificar con precisión ventanas seguras de deformación a altas temperaturas (> 800 °C) y bajas velocidades de deformación ($< 0.01 \text{ s}^{-1}$), así como regiones de inestabilidad a bajas

temperaturas ($< 900\text{ }^{\circ}\text{C}$) y altas y bajas velocidades de deformación, asociadas a la evolución microestructural y transformaciones de fases. El análisis mediante dilatometría y la construcción de curvas PTT evidenciaron que la cinética de precipitación y transformación de fases está influenciada por la deformación previa, lo que favorece tiempos de inicio cortos incluso a bajas temperaturas, principalmente los aceros dúplex, los cuales presentan una cinética de transformación más acelerada en comparación con los aceros austeníticos, atribuida a la presencia de $\alpha + \kappa$. Por otro lado, el análisis mediante difracción de rayos-X con radiación sincrotrón permitió cuantificar la evolución de fases durante el envejecimiento, confirmando que en los aceros dúplex ocurre la descomposición de la austenita en estructuras laminares de ferrita + carburos- κ , mientras que en los aceros austeníticos predomina una mayor estabilidad de la fase γ . Los tratamientos térmicos de envejecimiento mostraron que la adición de V modifica significativamente la cinética de transformación, al retrasar la recrystalización y suprimir parcialmente la precipitación de carburos- κ mediante la formación preferencial de VC. Este efecto reduce hasta en un 55 % la fracción transformada ($\alpha + \kappa$) en los aceros dúplex. Finalmente, la caracterización mecánica mostró que los aceros LD austeníticos presentan una mejor combinación de resistencia y ductilidad en comparación con los aceros dúplex, tanto en condición de solubilizado como de envejecimiento, lo cual se asocia a la mayor estabilidad de la fase austenítica. En conjunto, estos resultados proporcionan una base científica sólida para el diseño y optimización de rutas de procesamiento termo-mecánico en aceros avanzados de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C.

Palabras clave: Aceros de baja densidad; V elemento microaleante; Fluencia en caliente; Mapas de procesamiento; Sincrotrón; Dilatometría; Precipitación; Austenita; Ferrita; Fase kappa.

Abstract

Advanced low-density (LD) steels of the Fe-Mn-Al-C system are materials with an excellent combination of strength, ductility, and reduced density. These steels are currently the subject of intensive research and development due to their potential applications in the automotive, aerospace, and military sectors, as well as in biomaterials and cryogenic environments. The main objective of this research was to determine the effect of vanadium (V) microalloying on the hot flow behavior, processing maps, and κ -phase precipitation kinetics of austenitic and duplex LD steels in the Fe-Mn-Al-C system. Austenitic LD steels (Fe-30Mn-8Al-1C) and austenite-based duplex LD steels (Fe-12Mn-8Al-1C), both in reference and V-microalloyed (0.2 wt.% V), were investigated. Microstructural conditioning was performed through homogenization, hot rolling, and solution heat and thermo-mechanical treatments. Hot uniaxial compression tests were conducted at temperatures of 700, 800, 900, and 1000 °C and strain rates of 5×10^{-4} , 0.001, 0.01, and 0.1 s^{-1} in order to obtain true stress-strain curves and perform mathematical modeling using physically based constitutive models governing hot flow behavior (Kocks, Estrin, Mecking, Bergstrom, Avrami, and Sellars). The activation energy for hot deformation (QHW) was calculated, and processing maps were constructed. In addition, precipitation aging heat treatments were applied to solution-treated steels samples at 550 °C. Dilatometry experiments were performed at 450, 500, 550, 600, 650, 700, and 750 °C to determine precipitation time temperature (PTT) curves. Microstructural characterization was carried out by optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), and electron back-scattered diffraction (EBSD), while structural characterization was performed using X-ray diffraction (XRD) and in situ synchrotron radiation. Mechanical characterization carried out by Vickers microhardness measurements and uniaxial tensile tests at room temperature. Hot-flow modeling based on constitutive equations enabled an accurate prediction of the experimental flow curves for both austenitic and duplex LD steels, particularly at high temperatures (900-1000 °C) and low strain rates (0.001 and 0.0005 s^{-1}), where dynamic recovery and dynamic recrystallization mechanisms dominate. Processing maps allowed the precise identification of safe deformation at high temperatures ($> 800 \text{ °C}$) and low strain rates ($< 0.01 \text{ s}^{-1}$), as well as instability regions at lower temperatures ($< 900 \text{ °C}$) and both high and low strain rates, associated with microstructural evolution and phase transformations. Dilatometry analysis and the construction of PTT diagrams revealed that precipitation and phase transformation kinetics are strongly influenced by prior deformation, leading to short times even at low

temperatures. This effect is more pronounced in duplex steels, which exhibit faster transformation kinetics compared to austenitic steels, mainly attributed to the presence of $\alpha + \kappa$ phases. Furthermore, in situ synchrotron X-ray diffraction analysis enabled the quantification of phase evolution during aging, confirming that duplex steels promote austenite decomposition into lamellar ferrite + κ -carbide structures, whereas austenitic steels exhibit higher γ -phase stability. Aging heat treatments demonstrated that V addition significantly modifies transformation kinetics by delaying recrystallization and partially suppressing κ -carbide precipitation through the preferential formation of VC. This effect reduces the transformed fraction ($\alpha + \kappa$) by up to 55% in duplex steels. Finally, mechanical characterization showed that austenitic LD steels exhibit a superior combination of strength and ductility compared to duplex steels, both in solution-treated and aged conditions, which is attributed to the higher stability of the austenitic phase. Overall, these results provide a solid scientific basis for the design and optimization of thermo-mechanical processing routes in advanced low-density Fe-Mn-Al-C steels.

Keywords: Low-density steels; V microalloying element; Hot flow behavior; Processing maps; Synchrotron radiation; Dilatometry; Precipitation; Austenite; Ferrite; Kappa phase.

CAPITULO 1

INTRODUCCIÓN

Los aceros avanzados de baja densidad (Low Density, LD) del sistema Fe-Mn-Al-C poseen una excelente relación de propiedades físicas y mecánicas por lo que resultan bastante atractivos en distintos sectores tales como el aeronáutico, militar y automotriz, además en aplicaciones criogénicas, biomateriales, resistencia a la oxidación y a la corrosión y a altas temperaturas [1-4]. Estos materiales presentan alta resistencia de hasta 1500 MPa, elongación superior al 60% y reducción de densidad de hasta 20% respecto a aceros convencionales. Durante los procesos de conformado en caliente estos aceros avanzados LD presentan algunas dificultades, entre las cuales se encuentran condiciones críticas de inestabilidad de la fluencia en caliente. Es bien conocido que durante la fluencia en caliente se presentan tres etapas bien definidas: endurecimiento y ablandamiento, recrystalización dinámica, y estado estable [5]. En la primera etapa, el material experimenta un incremento en el esfuerzo debido al endurecimiento por deformación, el cual es asociado a la acumulación y multiplicación de dislocaciones. Sin embargo, de manera simultánea comienzan a activarse mecanismos de recuperación dinámica, los cuales favorecen la reorganización y aniquilación de dislocaciones, generando un ablandamiento progresivo. La competencia entre ambos fenómenos define el comportamiento inicial de la curva esfuerzo-deformación, caracterizado por un aumento del esfuerzo. Posteriormente, la segunda etapa, el material experimenta un proceso mediante el cual se nuclea y crece una nueva cantidad de granos recrystalizados libres de deformación. Este mecanismo conduce a una disminución del esfuerzo de fluencia, ya que reduce la densidad de dislocaciones acumuladas y refina la microestructura. La DRX está fuertemente influenciada por variables como la temperatura, la velocidad de deformación y la cantidad de energía almacenada en el material. Finalmente, el sistema alcanza un estado estable, en el cual se establece un equilibrio dinámico, entre los mecanismos de recuperación y recrystalización. En esta etapa, el esfuerzo de fluencia tiende a estabilizarse, reflejando una condición en la que la generación y aniquilación de dislocaciones ocurren simultáneamente, dando lugar a una microestructura dinámicamente equilibrada [6]. Durante estas etapas pueden presentarse regiones de inestabilidad en la fluencia plástica, las cuales pueden inducir fallas durante el procesamiento [7-9]. Para identificar condiciones seguras e inseguras durante la fluencia en caliente, se desarrollaron mapas de procesamiento, los cuales permiten evaluar el comportamiento del material en función de la temperatura y la velocidad de deformación, en relación con su evolución microestructural [10-13]. Estos mapas se construyen a partir de la superposición de un mapa de disipación de energía (η) y un criterio de inestabilidad (ξ), lo que permite establecer

regiones seguras y zonas de inestabilidad dentro del dominio seguro. Estos mapas se basan en modelos físicos propuestos por Frost, Ashby, Raj y Gegel [14-15]. Sin embargo, su aplicación es limitada para sistemas complejos. Gegel introdujo el modelo dinámico de materiales (DMM), el cual amplía este enfoque y permite analizar y optimizar el procesamiento en caliente en una mayor variedad de materiales y condiciones [16-20]. Este modelo fue desarrollado de acuerdo con los principios de la mecánica del medio continuo de la fluencia plástica a grandes deformaciones, conceptos de modelización de sistemas físicos, y conceptos termodinámicos, cada uno describe el comportamiento del material durante el conformado, el cual actúa como disipador de energía, donde los conceptos energéticos de contenido disipador y co-contenido disipador se aplican a sistemas mecánicos, eléctricos y magnéticos, y la termodinámica irreversible que describe la estabilidad y la autoorganización de sistemas caóticos [21-23].

Por otro lado, es importante mencionar el efecto de endurecimiento que se genera debido a la precipitación de carburos- κ de acuerdo con las condiciones de los tratamientos térmicos de envejecimiento en aceros LD con alto contenido de Mn (superior al 18 % en peso) Fe-(18-32)Mn-(8-12)Al-(0.7-2)C (% en peso), en los cuales se han encontrado partículas de carburos- κ' (intragranular) dentro de los granos de austenita, los cuales se forman mediante descomposición espinodal. El tamaño de estas partículas es de entre 20 y 40 nm [23-27]. Estas nanopartículas incrementan el esfuerzo de cedencia y el esfuerzo máximo a través del mecanismo de endurecimiento por precipitación [28]. Sin embargo, si no se controlan adecuadamente los parámetros de temperatura y tiempo durante los tratamientos isotérmicos de envejecimiento, puede generarse la precipitación de carburos- κ^* (intergranular) en límites de grano de la austenita. Estos carburos- κ^* presentan estructura laminar junto con ferrita- α [25, 29-33]. Asimismo, pueden precipitar segundas fases como la B2, D0₃ y Mn- β . La presencia de estas fases sin un control adecuado es perjudicial, ya que pueden generar fragilización en el acero.

El análisis mediante dilatometría y relajación de esfuerzos permiten analizar el cambio de longitud y la variación de los esfuerzos internos generados por las transformaciones de fases durante tratamientos térmicos, lo que permite estimar el tiempo y temperatura de precipitación óptimo [34]. Por otro lado, durante las últimas décadas el análisis de difracción de rayos-X mediante la técnica de radiación sincrotrón ha permitido el desarrollo y caracterización de materiales con mayor profundidad. Esta técnica consiste en un haz de alta energía que genera ondas electromagnéticas

cargadas de neutrones, electrones o positrones, estas partículas son aceleradas a una velocidad cercana a la velocidad de la luz (99.9%), por lo que al sincrotrón también se le conoce como un acelerador de partículas. Este equipo genera un haz con un brillo un millón de veces mayor al del sol y a los rayos-X convencionales, por lo que la señal generada por la gran cantidad de fotones emitidos permite tener una alta sensibilidad en el equipo. A diferencia de los rayos-X convencionales, el sincrotrón posee un haz bastante largo que gira alrededor incluso de kilómetros de longitud y se extrae tangencialmente un haz recto, lo que permite mantener la alta velocidad con la menor pérdida de energía incidiendo directamente sobre la muestra. Durante los últimos años, en algunos equipos se ha logrado incorporar ambos instrumentos en conjunto (dilatómetro y sincrotrón) lo que ha permitido realizar mediciones simultáneas durante los ensayos y tratamientos térmicos [35]. Por otro lado, los elementos microaleantes como el Ti, Nb, V y Mo se han empleado en estos aceros para mejorar algunas de sus propiedades físicas y/o mecánicas finales o durante los tratamientos térmicos y termo-mecánicos. La adición del V sobre el comportamiento de la fluencia en caliente en aceros avanzados LD genera refinamiento de grano, formación de partículas precipitadas, adelanto en el inicio de la recristalización dinámica y retraso en la cinética, así como inhibición en la formación de carburos- κ , lo que a su vez reduce el esfuerzo de fluencia.

1.1 Hipótesis

i) Argumentos:

La adición del V como elemento microaleante en los aceros avanzados de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C genera inhibición en el crecimiento de grano debido a la presencia de partículas precipitadas. La adición de V genera endurecimiento, retrasa la cinética de recrystalización promoviendo la recrystalización dinámica discontinua (DDRX) e incrementa el esfuerzo pico y el esfuerzo de estado estable. Por otro lado, es bien sabido que las partículas precipitadas incrementan las regiones de inestabilidad en los mapas de procesamiento. Finalmente, el V tiene alta afinidad por el C y se generan preferentemente en el mismo sitio que la fase kappa, disminuyendo así la fracción volumétrica de esta. También se ha reportado que el V genera inhibición en la formación de los carburos- κ .

ii) Proposición:

En base a los argumentos anteriores, se espera que la adición de V en los aceros avanzados LD genere inhibición en el crecimiento de grano debido a la formación de partículas precipitadas durante los tratamientos térmicos y termo-mecánicos. Durante la fluencia plástica en caliente se espera que en la etapa I el parámetro de ablandamiento (Ω) presente un incremento y el parámetro de endurecimiento (U) disminuya. En la etapa II se espera un adelanto del inicio de la recrystalización y un retraso en la cinética de la misma. En la etapa III, una disminución en los valores de las constantes A y α de esfuerzo pico y del esfuerzo de estado estable. Respecto a los mapas de procesamiento se espera un aumento de las regiones de inestabilidad para los aceros microaleados con V. Finalmente, se espera un retraso en la cinética de precipitación de carburos- κ (intragranulares e intergranulares), así como de las fases B2, D0₃ y Mn- β , y en consecuencia un adelanto de la transformación ferrítica.

1.2 Objetivos

Objetivo general:

Determinar el efecto del V como elemento microaleante de los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C austeníticos y dúplex sobre la fluencia plástica en caliente, mapas de procesamiento y cinética de precipitación de la fase kappa.

Objetivos particulares

1. Aplicar tratamientos térmicos y termo-mecánicos de homogeneizado, laminación en caliente y solubilizado para mejorar la microestructura y sus propiedades.
2. Realizar ensayos de compresión uniaxial en caliente a temperaturas de 700, 800, 900, 1000 y 1100 °C y velocidades de deformación de 0.0005, 0.001, 0.01 y 0.1 s⁻¹.
3. Modelar las curvas esfuerzo-deformación verdaderas obtenidas a partir de los ensayos de compresión uniaxial en caliente mediante ecuaciones constitutivas de fase física.
4. Determinar la energía de activación para la deformación plástica en caliente Q_{HW} para los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C.
5. Elaborar los mapas de procesamiento para cada uno de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex a partir del análisis de la fluencia en caliente.
6. Determinar la cinética de precipitación de la fase kappa mediante ensayos de dilatometría a diferentes temperaturas.
7. Caracterizar microestructuralmente mediante microscopía óptica (LOM), microscopía electrónica de barrido (SEM y EDS), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y EBSD.
8. Caracterizar estructuralmente mediante difracción de rayos-X para determinar las fases presentes.
9. Caracterizar mecánicamente mediante ensayos de microdureza Vickers (HV), ensayos de tracción y micro tracción uniaxial a temperatura ambiente.

1.3 Justificación

Los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C son materiales que presentan una excelente combinación de propiedades físicas y mecánicas respecto a aceros convencionales. Existe muy poca información en literatura especializada sobre el comportamiento de la fluencia plástica en caliente de estos aceros, sin embargo, el conocimiento sobre el comportamiento de la deformación plástica en caliente de estos aceros es necesario para su procesamiento, particularmente del efecto del V como elemento microaleante. Con el fin de tener un gran impacto científico y tecnológico, contribuir con aporte a la investigación en el campo de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C se estudiará a profundidad el efecto de la adición del V como elemento microaleante durante el comportamiento de la fluencia plástica en caliente y el envejecimiento por precipitación, además de su microestructura y sus propiedades mecánicas. Por otro lado, se busca contribuir al desarrollo de mapas de procesamiento que permitan identificar con mayor precisión el comportamiento de la fluencia en caliente de estos aceros, facilitando la identificación de condiciones seguras e inseguras para su procesamiento. Cabe resaltar que el desarrollo de aceros avanzados LD está acorde con las actuales políticas energéticas y ecológicas enfocadas a disminuir el peso de componentes y el consumo de combustibles, que ayudan a mitigar el problema de la contaminación ambiental.

1.4 Metas científicas/tecnológicas

1. Obtener resistencia ≥ 1000 MPa y elongación superior a 40%.
2. Obtener un aumento del parámetro de ablandamiento (Ω) mayor al 20% y una disminución del 20% del parámetro de endurecimiento (U).
3. Obtener un tamaño promedio de granos recristalizados menor a 20 μm .
4. Obtener valores de los parámetros A y α que describen las tensiones de pico y de estado estable menores al 20% de los aceros de microaleados respecto a los de referencia.
5. Determinar las regiones de inestabilidad en los mapas de procesamiento de fluencia en caliente de acuerdo con el criterio de Prasad ($\xi > 0$).
6. Obtener al menos 10% de retraso del inicio y final en la precipitación de fase kappa.

CAPITULO 2

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y ESTADO DEL ARTE

2.1 Aceros de baja densidad

2.1.1 Generalidades

Los aceros de baja densidad (LD por sus siglas en inglés Low-Density) son aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C que presentan una excelente combinación de resistencia mecánica-alargamiento, además de presentar baja densidad comparada con el hierro puro o con aceros convencionales. Esto los convierte en aceros competitivos para distintas aplicaciones en la industria. Los aceros LD se clasifican en cuatro tipos de acuerdo con sus fases presentes y composición química: austeníticos, ferríticos, dúplex base austenita y dúplex base ferrita.

2.1.2 Propiedades de los aceros de baja densidad

2.1.2.1 Propiedades físicas

Densidad

La reducción de la densidad en los aceros Fe-C es la principal fuerza motriz para el desarrollo de aceros avanzados con aplicaciones en la industria automotriz. Los elementos de aleación con una densidad inferior a la del Fe (7.8 g/cm^3) tales como; Al (2.7 g/cm^3), Si (2.3 g/cm^3), Mn (7.21 g/cm^3) y Cr (7.19 g/cm^3) se agregan al sistema Fe-C para reducir la densidad y controlar la estabilidad de las fases. La reducción de la densidad se debe a que los elementos ligeros modifican el parámetro de red, y al mismo tiempo reducen la densidad debido a sus bajas masas atómicas, por ejemplo, el aluminio en un 12 % en masa, reducirá la densidad del hierro puro hasta un 17 %, debido a que la dilatación de la red contribuye en 10 % y la reducción de la masa atómica un 7 % adicional [1-2].

2.1.2.2 Propiedades mecánicas

Módulo de Young

El incremento en el módulo de Young (E) mejora la rigidez de las piezas de automóviles como la carrocería. El alto contenido de Al en los aceros LD disminuye considerablemente el módulo de Young, esto debido a la reducción en la energía de la red de la solución sólida Fe-Al y a la mayor distancia que existe entre los átomos de Fe y Al, mientras que el Mn lo reduce ligeramente [3].

El módulo de Young de los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C depende de las condiciones de procesamiento y composición química. A partir de la Figura 2.1 se puede apreciar que el valor de

E es relativamente bajo en la condición de solidificación, pero aumenta considerablemente en la condición de laminación en caliente. Después de laminación en frío y de un recocido, E vuelve a disminuir ligeramente desde los valores de laminación en caliente. El módulo de Young en condición de solidificación es bajo debido a los defectos generados durante la solidificación, por ejemplo, cavidades de contracción, segregación y estructuras dendríticas [3].

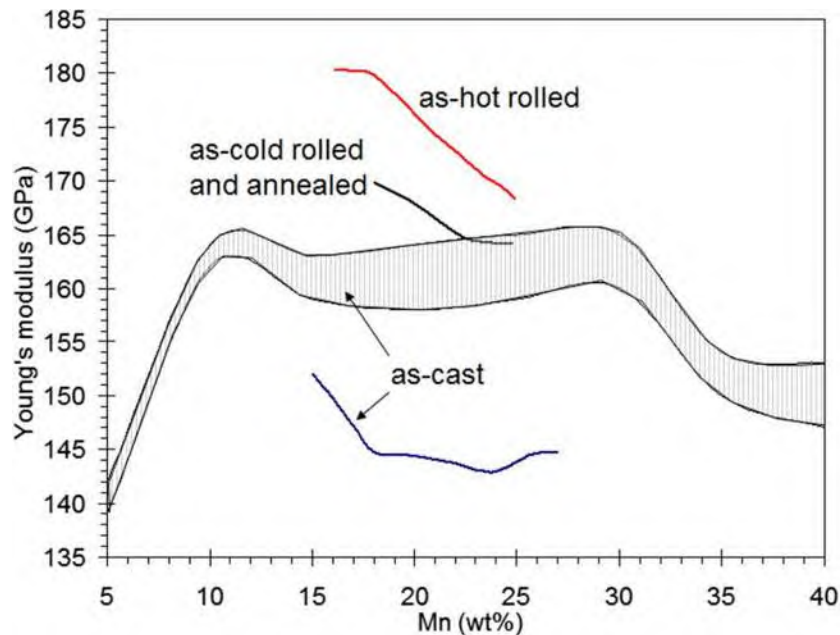


Figura 2.1 Módulo de Young en función del contenido de Mn bajo distintas condiciones de procesamiento térmico y termo-mecánico [3].

Los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C se caracterizan por tener una excelente combinación de propiedades mecánicas, como son; una elevada resistencia de hasta 1500 MPa, combinada con una alta elongación $> 60 \%$, valores de resistencia al impacto $> 200 \text{ J/cm}^2$, dureza superior a 600 HV, en distintas aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C [4]. Estas propiedades pueden modificarse mediante el endurecimiento por solución sólida, el endurecimiento por precipitación o mediante el control de los mecanismos de deformación mencionados anteriormente. En la actualidad, los efectos de la fase kappa y de los mecanismos de deformación plástica continúan siendo investigados, principalmente las variables que se relacionan con el control adecuado de las propiedades y de los mecanismos de deformación de estas aleaciones. En la Figura 2.2 se muestra el gráfico con la combinación de propiedades mecánicas de resistencia a la tracción con respecto a la elongación de distintos aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C.

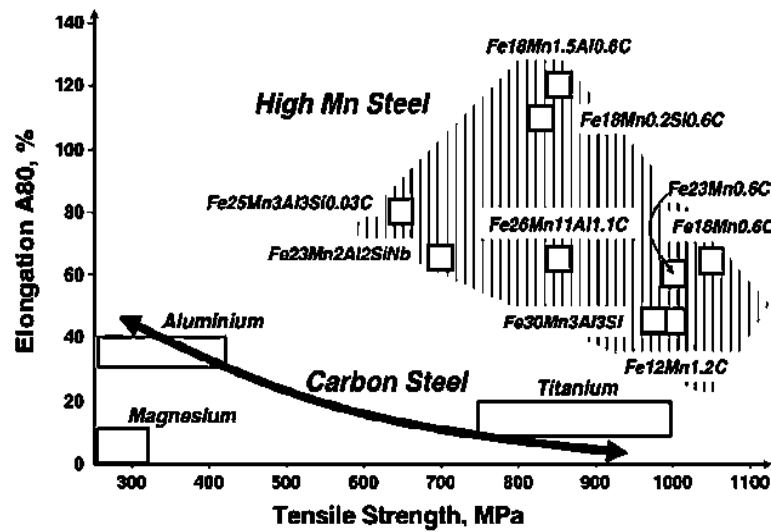


Figura 2.2 Gráfico de resistencia a la tracción y elongación de diferentes aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C [4].

2.2 Clasificación de los aceros de baja densidad

Los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C se clasifican en cuatro dependiendo del contenido relativo de los elementos de aleación como Al, C, Mn (composición química), y de sus fases presentes sobre la microestructura, los cuales son; i) austeníticos, ii) ferríticos, iii) dúplex base austenita, y iv) dúplex base ferrita.

2.2.1 Aceros austeníticos

Estos aceros de baja densidad se caracterizan por tener una estructura completamente austenítica a altas temperaturas, que después de un enfriamiento rápido se vuelve metaestable. La estabilidad de esta fase se atribuye al alto contenido de Mn y de C (normalmente entre el 12 al 30% y 0.6 al 2% en masa, respectivamente) y un contenido de Al por debajo del 8% en masa.

2.2.2 Aceros ferríticos

Los aceros avanzados LD ferríticos pueden contener hasta un 5% de Mn, bajo contenido de C < 0.05% y altos contenidos de Al 5-15%. Este tipo de aleaciones en condición de solidificación (as-

cast) poseen una microestructura alargada de islas de ferrita- δ . Asimismo, pueden presentarse segundas fases como FeAl A2-desordenada, Fe-Al B2-ordenada (K1) y Fe₃Al DO₃-ordenada a temperatura ambiente, dependiendo del contenido de Al [36]. Cada una de estas fases son generadas de acuerdo con la variación del contenido de Al y tiene como consecuencia el cambio en las propiedades mecánicas de estos aceros, tal como se muestra en la Figura 2.3.

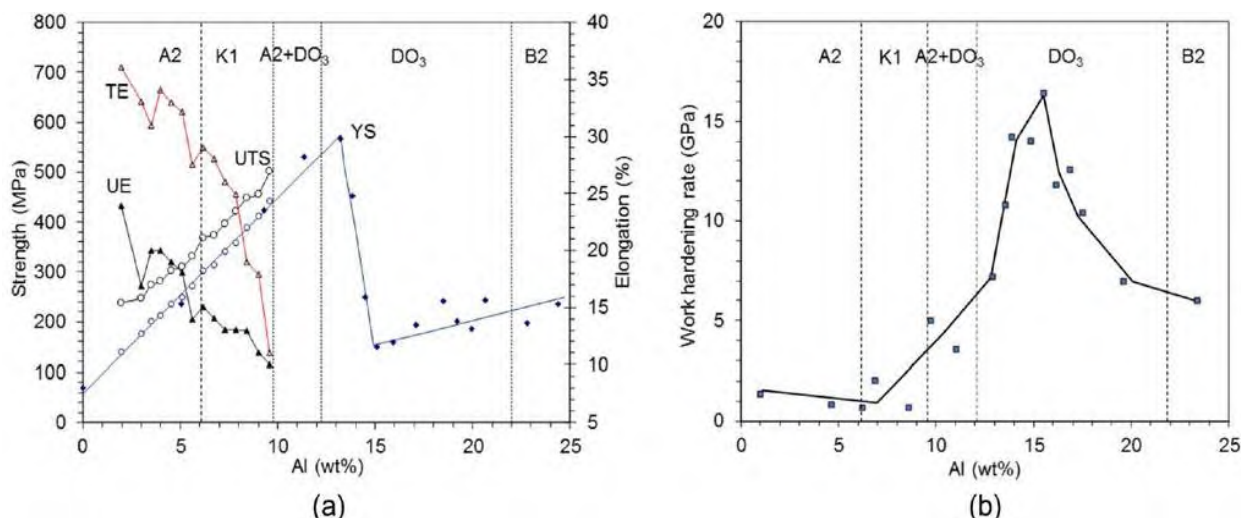


Figura 2.3 Comportamiento de las propiedades mecánicas de los aceros ferríticos LD respecto a la variación en el contenido de Al [36].

2.2.3 Aceros dúplex base austenita

Estos aceros se caracterizan por tener una microestructura de dos fases presentes $\gamma + \delta$ con la fase austenita como matriz continua. La estabilidad de la austenita es bastante alta incluso a temperatura ambiente, debido a las cantidades elevadas de los elementos estabilizadores de la austenita como el Mn y el C. Por otro lado, a estos aceros también se les denomina tríplex, ya que la fase kappa también precipita en la matriz austenítica, y así las tres fases llegan a encontrarse en la microestructura de la fase final con la siguiente relación: pequeñas cantidades de fase ferrita, partículas precipitadas de carburos- κ de tamaño nanométrico intragranulares* o en límites de grano conocidos como intergranulares* y la matriz austenítica.

2.2.4 Aceros dúplex base ferrita

Estos aceros presentan una microestructura de $\gamma +$ ferrita- δ con una fracción mayor al 50 % de ferrita- δ . La estabilidad de la austenita es relativamente baja, debido a la menor cantidad de

elementos estabilizadores de esta fase ($Mn < 12\%$ y $C < 0.5\%$) y también a los parámetros de procesamiento. Esta familia de aleaciones puede presentar comportamientos de transformaciones diferentes y complejas a distintas condiciones de procesamiento [1].

2.3 Aplicaciones de los aceros de baja densidad

Los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C tienen potencial para una amplia variedad de aplicaciones en distintos sectores industriales debido a su excelente relación de propiedades físicas y mecánicas. La industria automotriz, aeronáutica, militar, entre otras, pueden hacer uso de estos aceros avanzados las cuales requieren materiales con estas características de alta resistencia, buena ductilidad y baja densidad. Por otro lado, es importante mencionar la aplicación de estos aceros en la industria biomédica, ya que el alto contenido de Al en este sistema de aceros LD juega un papel importante remplazando a los aceros Cr-Ni con su resistencia a la corrosión, por lo que tienen potencial para la biocompatibilidad en implantes y estructuras que integran las prótesis [37]. Además, estos aceros pueden utilizarse en la fabricación de recipientes para la manipulación de sustancias a temperaturas criogénicas, ya que estos aceros presentan alta tenacidad incluso a muy bajas temperaturas.

2.4 Sistema Fe-Mn-Al-C

2.4.1 Diagramas de equilibrio de fases

Los diagramas de fases en equilibrio de aleaciones cuaternarias como lo es el sistema Fe-Mn-Al-C se han investigado durante décadas. Ishida y col. [38] establecieron varios diagramas de fases en equilibrio de aleaciones cuaternarias de Fe-(20,30Mn)-xAl-yC en rangos de temperaturas de 900 a 1200 °C, además desarrollaron una base de datos termodinámica para aceros con alto contenido de Mn para predecir las fases en equilibrio. La Figura 2.4 muestra los diagramas de fase de las aleaciones Fe-Mn-Al-C en función del Al y Mn con un contenido de C del 0.85 % en masa.

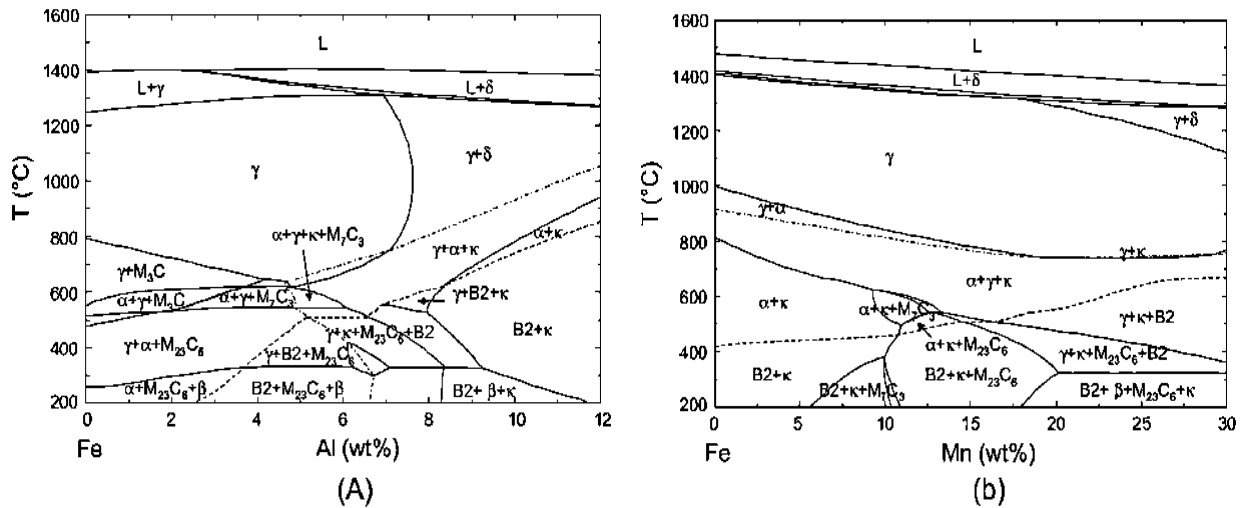


Figura 2.4 Secciones politérmicas de los diagramas de fase de aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C calculadas mediante FactSage. a) en función del contenido de Al para Mn=20% y C=0.85%; b) en función del contenido de Mn para Al=7% y C=0.85%; líneas punteadas son la región de formación de fase kappa; las líneas con puntos son las regiones para las temperaturas de transición [39].

Las fases que se encuentran en equilibrio en el diagrama del sistema Fe-Mn-Al-C en el lado rico en Fe se incluyen: austenita, ferrita, carburo- κ , M_3C , $M_{23}C_6$, M_7C_3 y Mn- β . Estas fases pueden coexistir en condiciones que dependen de la composición y temperatura. La adición de Al a este sistema amplía el campo de fase de la ferrita y suprime la austenita, además de que la temperatura más baja que existe como una sola fase estable, disminuye a 386 °C a medida que el Mn aumenta hasta un 30% en masa.

2.4.2 Diagramas de transformación isotérmica TTT y enfriamiento continuo CCT

Dependiendo de la composición química de las aleaciones, temperatura y tiempo del tratamiento térmico para el sistema Fe-Mn-Al-C se promueve la precipitación de partículas de segundas fases, principalmente la fase kappa, ferrita- α (o B2, D0₃) y/o Mn- β . Algunas otras fases precipitadas como los carburos $M_{23}C_6$, M_7C_3 o M_3C se observan mediante los procesos de envejecimiento si el contenido de Mn es muy bajo o por el efecto de algunos elementos de aleación. Por ejemplo, se ha demostrado que el Si suprime la formación de la fase Mn- β , sin embargo, promueve la formación de fases que afectan las propiedades mecánicas de estos aceros, tales como las fases B2 y D0₃ [40].

En la Figura 2.5 se muestra un diagrama TTT para una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un tratamiento de recocido a un rango de temperatura de 400 a 950 °C.

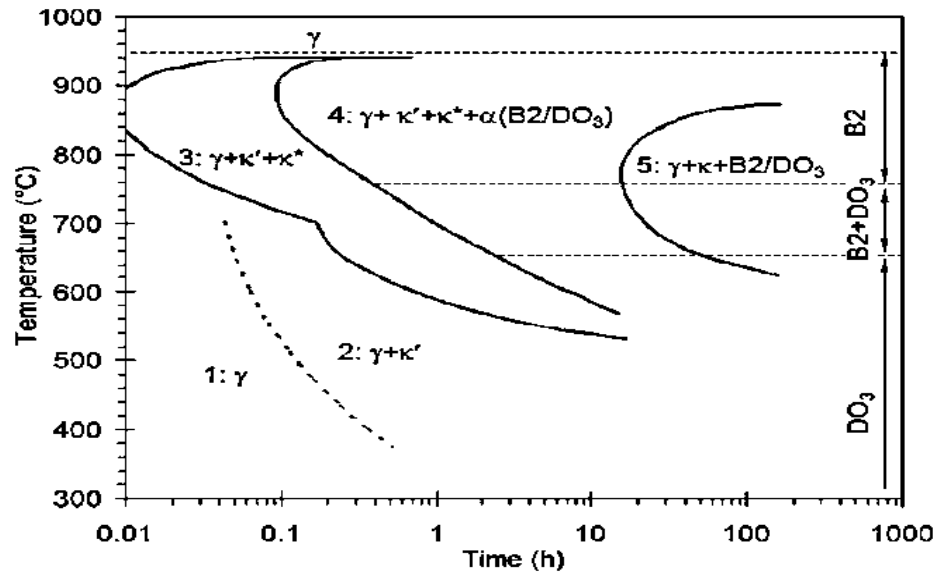


Figura 2.5 Diagrama TTT de descomposición de la solución sólida γ en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un envejecido isotérmico. Área 1: Descomposición espinodal, área 2: Precipitación homogénea de carburos- κ , área 3: Formación de un carburo- κ^* en límite de grano, área 4: Producto de la reacción discontinua $\alpha(B2/DO_3)$ en límites de grano, área 5: formación de fases de equilibrio [40].

2.4.3 Austenita

La fase austenita (FCC) en los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C se caracteriza por presentar mejores propiedades mecánicas que los aceros LD ferríticos, es decir, son aceros más prometedores en términos de propiedades mecánicas y de procesamiento. El endurecimiento por solución sólida es uno de los mecanismos más importantes para elevar la resistencia de estos aceros debido al alto contenido de los elementos de aleación, tales como Mn, Al y C, principalmente el C eleva potencialmente la resistencia de cualquier aleación de este sistema [40].

2.4.4 Ferrita

En los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C se presentan dos ferritas (BCC): la ferrita- δ y la ferrita- α ; la primera ferrita se produce directamente a partir del líquido durante el proceso de solidificación. La ferrita- α se genera a partir de la descomposición de la austenita en solución sólida, por diversos factores, principalmente por el empobrecimiento de elementos estabilizadores

de la austenita- γ como el Mn o el C, además del alto contenido de Al que estabiliza en gran medida la fase ferrita. La fase ferrita presenta valores de resistencia más bajos que los de la austenita, pero se caracteriza por tener mayor ductilidad.

2.5 Efecto de los elementos de aleación del sistema Fe-Mn-Al-C

2.5.1 Efecto del Mn

El efecto principal del Mn en los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C es como estabilizador de la fase austenita- γ a bajas temperaturas. El alto contenido de Mn promueve la aparición de los mecanismos que actúan durante la deformación plástica; TRIP (plasticidad inducida por transformación) y TWIP (plasticidad inducida por maclas) debido a un aumento en la energía de falla de apilamiento, resultando así una alta ductilidad a expensas del límite elástico y la velocidad de endurecimiento por deformación [41].

2.5.2 Efecto del Al

El efecto principal del Al en los aceros LD es reducir el peso de la aleación hasta un 20 %, además de que la adición del Al en un porcentaje entre el 3 y el 13% incrementa la resistencia y a su vez disminuye la ductilidad. El alto contenido de este elemento también incrementa la energía de falla de apilamiento. Por otro lado, el Al es un elemento estabilizador de la ferrita, por lo que en altos contenidos tiende a favorecer a los aceros LD ferríticos y dúplex base ferrita, los cuales presentan contenidos de Mn y C más bajos que los aceros LD austeníticos o dúplex base austenita.

2.5.3 Efecto del C

El efecto principal del C es aportar endurecimiento por precipitación mediante la formación de distintos carburos. El C es un elemento estabilizador de la austenita, por lo tanto, aumenta el rango de formación de la austenita a bajas temperaturas. Kamiya y col. [41] han reportado que para aleaciones austeníticas del sistema Fe-(28-30)Mn-(8.5-9)Al-xC las mejores propiedades mecánicas se obtienen para contenidos de C entre 0.8 y 1% en masa. El C eleva considerablemente la resistencia-dureza del sistema, pero altos contenidos de este elemento limitan la ductilidad y disminuyen el endurecimiento por deformación y el esfuerzo de fluencia.

2.6 Efecto de los elementos microaleantes del sistema Fe-Mn-Al-C

2.6.1 Efecto del Ti

El efecto del Ti como elemento microaleante en los aceros LD con alto contenido de Mn genera refinamiento de grano, además de un incremento en las propiedades mecánicas cuando es agregado en cantidades ≤ 0.1 % en masa. Sin embargo, a mayor contenido no se presenta un incremento. Por otro lado, el Ti presenta alta afinidad con el C y el N, lo que inhibe la formación de AlN los cuales afectan significativamente las propiedades mecánicas de estos aceros [42].

2.6.2 Efecto del Nb

El efecto principal del Nb en los aceros LD consiste en retrasar la recrystalización dinámica y el crecimiento de grano durante la deformación en caliente. Este comportamiento se atribuye principalmente al efecto de arrastre de soluto y a la precipitación de carburos o carbonitruros ricos en Nb, los cuales obstaculizan el movimiento de dislocaciones y límites de grano. Como resultado, se favorece el refinamiento de grano durante el procesamiento termo-mecánico [43].

2.6.3 Efecto del Mo

El efecto del Mo afecta directamente la precipitación de la fase kappa, ya que los átomos de Mo reemplazan directamente al Fe/Mn dentro de la red cristalina de los carburos- κ , lo que aumenta la energía de formación, creando así una supresión en la precipitación de los carburos- κ . Sin embargo, la adición de este elemento favorece la formación de los precipitados MC al disminuir la energía química interfacial de la distorsión de MC/austenita. Por lo tanto, es más probable que el Mo sustituya al Ti/Nb en la red cristalina [43].

2.6.4 Efecto del V

La información sobre el efecto del V como elemento microaleante en los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C es muy escasa; sin embargo, algunos autores como Moon y col. [44] reportan el efecto del V y Nb como elementos microaleantes en aceros de este sistema, donde actúan como inhibidores en el crecimiento de grano durante la recrystalización dinámica, además de que el V aporta endurecimiento por precipitación debido a la formación de partículas precipitadas de carburos de vanadio VC. Además, estos carburos inhiben la precipitación de carburos- κ , ya que el

V presenta alta afinidad con el C, ocupando así el C necesario para la formación de carburos- κ [45].

2.7 Envejecimiento por precipitación de aceros de baja densidad

2.7.1 Mecanismos generales

2.7.1.1 Cinética de precipitación

El tratamiento térmico de envejecimiento activa los mecanismos de precipitación mediante la difusión atómica. Por ello la determinación de los coeficientes de difusión de cada elemento es importante para determinar así la velocidad de difusión y con ello la cinética de precipitación de la de distintas fases ordenadas que se generan a partir de este tratamiento térmico. La descomposición espinodal es un proceso termodinámico donde se genera una transformación sin barrera de energía de activación y donde se puede generar una disminución en la energía libre de Gibbs para el equilibrio y dar lugar a la transformación de la fase kappa.

2.7.1.2 Nucleación

El mecanismo de nucleación requiere de condiciones específicas para llevarse a cabo, las cuales son; coeficiente de potencial químico, energía de activación en función de la temperatura y del tiempo, y la presencia de defectos cristalinos como dislocaciones, límites de grano o interfaces superficiales. El mecanismo de nucleación de la fase kappa ocurre en solución sólida. Zhang y col. [46] investigaron la nucleación de los carburos- κ , y determinaron que la energía interfacial reportada (~ 0.025 J/m²), junto con un desajuste de red muy bajo (~ 0.27 %) y una composición prácticamente equivalente entre la austenita y la nucleación de carburos- κ , conduce a valores muy reducidos de energía elástica (ΔG_{el}) y de la energía libre crítica de nucleación (ΔG^*). Como resultado, la barrera de nucleación es extremadamente baja, favoreciendo la formación directa de carburos- κ dentro de la matriz austenítica.

2.7.1.3 Crecimiento

Con un tiempo y/o temperatura excesivos durante el tratamiento térmico de envejecimiento la velocidad de difusión de los elementos aumenta influyendo directamente en la precipitación de la fase kappa, provocando que los carburos- κ continúen creciendo e incluso migren hacia límites de grano de la fase austenita. La alta coherencia que presentan los carburos- κ con la matriz generan una baja energía de activación ($Q_{\kappa} = \sim 180-300$ kJ/mol) para el crecimiento durante el tratamiento

térmico de envejecimiento [47]. Aunque la nucleación de los carburos- κ presenta una barrera de energía extremadamente baja debido a la baja energía interfacial y al alto grado de coherencia con la matriz austenítica, la cinética global de precipitación está controlada por procesos difusionales. Los valores de energía de activación reportados para la precipitación de carburos- κ , corresponden a mecanismos gobernados por la difusión de elementos sustitucionales, particularmente del Al. Por lo tanto, la nucleación no constituye la etapa limitante, siendo el crecimiento de los precipitados el que controla la evolución microestructural del sistema.

2.7.2 Descomposición espinodal

La descomposición espinodal provoca la modulación de C y Al dentro de la matriz austenítica, la cual se descompone de la austenita de alta temperatura a austenita de baja temperatura: pobre en soluto (C y/o Al) γ' y la fase rica en soluto γ'' , esta última transforma en la fase $L'1_2$ y finalmente la fase transforma en carburo- κ por un ordenamiento de los átomos, iniciando con los átomos de Al que ocupan cada esquina de la celda unitaria, los átomos de Fe/Mn se encuentran en el centro de las caras y el átomo de carbono ocupa el centro de la celda unitaria (sitio octaédrico), dentro de la estructura $L'1_2$ [47].

2.7.3 Reacción eutectoide

En los aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C con microestructura dúplex, el envejecimiento prolongado a temperaturas intermedias ($\sim 550-750$ °C) puede inducir la descomposición eutectoide de la austenita hacia una microestructura laminar compuesta por ferrita y carburos- κ ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$). Esta transformación está controlada por procesos difusivos, particularmente la redistribución de C y Al, y se genera principalmente en los límites de grano de la austenita que actúan como sitios preferenciales de nucleación. La formación de la estructura laminar $\alpha + \kappa$ implica una reducción en la estabilidad de la austenita y un cambio significativo en las propiedades mecánicas, al promover mecanismos de endurecimiento asociados a la precipitación. Asimismo, la cinética de esta reacción depende fuertemente de la temperatura, el tiempo de envejecimiento y composición química del acero, presentándose preferencialmente en aceros dúplex en comparación con aceros completamente austeníticos [48].

2.7.3 Precipitación de segundas fases

2.7.3.1 Fase kappa

La fase kappa o carburo- κ es una partícula precipitada característica del sistema Fe-Mn-Al-C con estequiometría $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$, estructura cristalina FCC y ordenamiento del tipo $L'1_2$ donde los átomos de Al ocupan cada esquina, los átomos de Fe y Mn se ubican en las caras, y un átomo de C se encuentra en el centro de la celda unitaria (sitio octaédrico). Esta fase se caracteriza por elevar la resistencia del material y puede presentarse de dos tipos de acuerdo con su precipitación; carburo- κ' (intragranular) y carburo- κ^* (intergranular). El primero, es de tamaño nanométrico y precipita uniformemente en el interior de los granos, mientras que el segundo precipita en el interior de los límites de grano y en mayor volumen, esto debido a tiempos más prolongados y temperaturas más elevadas durante el tratamiento térmico de envejecimiento.

2.7.3.2 Fase Mn- β

La fase Mn- β es un precipitado con estructura cristalina cúbica simple (SC) $A13$ y se genera en aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C mediante la descomposición espinodal a partir de un tiempo excesivo y/o temperatura elevada durante el tratamiento térmico de envejecimiento. Sin embargo, el alto contenido de Mn y el bajo contenido de C son otros factores que promueven la precipitación de esta fase. Por otro lado, estas partículas precipitadas de Mn- β afectan en gran medida las propiedades mecánicas de estos aceros, generando un efecto de fragilización en la matriz y disminuyendo considerablemente la resistencia al impacto [1,49].

2.7.3.3 Fases $B2$ y $D0_3$

Las fases ordenadas $B2$ y $D0_3$ son partículas precipitadas con estequiometría FeAl y Fe_3Al con estructura cristalina BCC. La fase $B2$ presenta un ordenamiento tipo CsCl (grupo espacial $Pm-3m$), donde los átomos ocupan posiciones específicas en los nodos y en el centro de la celda unitaria. Por otra parte, la fase $D0_3$ corresponde a una superestructura más compleja (grupo espacial $Fm-3m$), asociada típicamente al compuesto Fe_3Al que se presentan en estos aceros LD durante el tratamiento térmico de recocido a altas temperaturas y largos tiempos de permanencia. Estas fases ordenadas afectan las propiedades mecánicas de estos aceros, ya que el mecanismo de nucleación y crecimiento se genera en los límites de grano.

2.8 Mecanismos de deformación plástica y endurecimiento de aceros de baja densidad

2.8.1 Energía de falla de apilamiento (SFE)

La energía de falla de apilamiento es la responsable de activar mecanismos durante la deformación plástica de la austenita. El fallo de apilamiento se genera por la interrupción en la secuencia perfecta de planos de un sistema cristalino, debido a la energía almacenada durante el proceso de deformación plástica o durante la solidificación. La cantidad de elementos en la composición química influye en gran medida la cantidad de energía de falla de apilamiento. El alto contenido de Al eleva drásticamente la energía de falla de apilamiento (SFE por sus siglas en inglés, Stacking Fault Energy) del sistema Fe-Mn-Al-C. Sin embargo, se ha reportado que el Si como elemento aleante disminuye considerablemente la cantidad de SFE [50-51].

2.8.2 Mecanismo de deslizamiento de dislocaciones

Los aceros avanzados LD generalmente muestran una mayor energía de falla de apilamiento en comparación con los austeníticos convencionales, lo que facilita el deslizamiento de dislocaciones incluso durante la deformación a temperatura ambiente [52]. Los procesos de deformación en frío y el alto contenido de Al en estos aceros son los principales factores que influyen en el mecanismo de deslizamiento de dislocaciones. El endurecimiento por deformación de estos aceros se genera principalmente por la cantidad de dislocaciones introducidas en el material, específicamente, por el cizallamiento de las fases ordenadas por super-dislocaciones. Esto se corrobora con lo reportado por Morris y col. [53] en donde observaron que las estructuras de dislocaciones después de la deformación a temperatura ambiente muestran una transición de dislocaciones curvadas para fases desordenadas, y super-dislocaciones que forman segmentos de tornillo rectos en fases ordenadas. Lo que explica que las maclas de deformación sólo se formen a bajas temperaturas debido a la falta de movilidad de las dislocaciones.

2.8.3 Mecanismo de corte

El mecanismo de corte tiene lugar durante la deformación plástica principalmente durante una deformación homogénea por cizallamiento a la elongación plástica total en planos cristalográficos específicos. La presencia de partículas precipitadas afecta a este mecanismo, por lo que estas

características demuestran la importancia sobre la distribución regular y homogénea de las partículas nanométricas de carburos- κ coherentes con la matriz [1].

2.8.4 Mecanismo de microbandas de corte

Las microbandas de corte ayudan a prolongar la elongación durante la fluencia en caliente y se generan debido a la reducción progresiva del espaciado del plano de deslizamiento en la red de Taylor formando límites de dominio. Esto contribuye a alta resistencia y plasticidad superior de los aceros. La red de Taylor es una distribución de dislocaciones con orden planar sobre los planos de deslizamiento con altos esfuerzos de tensión internos [54].

2.8.5 Mecanismo de endurecimiento a bajas temperaturas

El comportamiento del esfuerzo y deformación en los aceros avanzados LD es influenciado principalmente por el mecanismo de endurecimiento por solución sólida, ya que es uno de los principales que actúan durante la deformación a bajas temperaturas. Este mecanismo es afectado por el alto contenido de Al, el cual disminuye considerablemente el esfuerzo de cedencia [55].

2.9 Deformación plástica en caliente de aceros de baja densidad

2.9.1 Descripción de la curva de fluencia en caliente

Las curvas de fluencia plástica en caliente de aceros LD presentan las tres etapas de las curvas esfuerzo-deformación durante la fluencia en caliente, las cuales son: etapa I de endurecimiento y ablandamiento por recuperación dinámica, etapa II de ablandamiento por recrystalización dinámica, y etapa III de esfuerzo pico y estado estable. La primera, consiste en el incremento de la densidad de dislocaciones mientras el material es deformado, lo que genera un endurecimiento por deformación. La segunda, presenta una caída de la curva de fluencia debido a la recrystalización dinámica que se presenta en las condiciones de temperatura, cantidad y velocidad de deformación, y da lugar a la nucleación y crecimiento de nuevos granos recrystalizados. Y tercera, genera un cambio microestructural alcanzando un estado de equilibrio dinámico entre el endurecimiento y el ablandamiento producto del esfuerzo y la deformación a alta temperatura [56].

2.9.2 Energía de activación 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, ya que se puede relacionar con el estudio de la cinética de la recrystalización dinámica y de las curvas esfuerzo deformación obtenidas a velocidad de deformación constante. Para determinar este parámetro es necesario aplicar la siguiente ecuación:

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

donde R es la constante universal de los gases (8.314 J/mol·K), n_{av} el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación, α el parámetro del modelo de seno hiperbólico, σ_p el esfuerzo pico, T la temperatura y $\dot{\epsilon}$ la velocidad de deformación.

2.9.3 Modelos matemáticos

Los modelos matemáticos de base física permiten determinar el comportamiento mediante las curvas de fluencia en caliente por medio de una serie de ecuaciones constitutivas, las cuales definen los parámetros que intervienen durante la modelación de cada una de las etapas de la fluencia en caliente.

2.9.3.1 Etapa I de endurecimiento y ablandamiento

Se han propuesto varios modelos para describir el comportamiento de los materiales metálicos que experimentan recuperación dinámica. La mayoría de ellos [57-60] consideran que la densidad de dislocaciones resulta de la diferencia entre las dislocaciones almacenadas y generadas, debido a la aniquilación y reordenación durante la restauración dinámica:

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = \left(\frac{d\rho}{d\epsilon}\right)_{\text{almacenadas}} - \left(\frac{d\rho}{d\epsilon}\right)_{\text{generadas}} \quad (\text{Ec.2})$$

El primer término de la ecuación representa el endurecimiento por deformación (U), mientras que el segundo corresponde a la restauración de las dislocaciones (Ω) almacenadas previamente. La resolución de la Ec.2 [61-62] se considera la respuesta más común para la modelación de la etapa I de

endurecimiento y restauración dinámica durante la deformación en caliente. Una vez solucionada dicha ecuación, se puede determinar el esfuerzo debido al deslizamiento de las dislocaciones, considerando la ecuación de Taylor [63]:

$$\sigma = \alpha' \mu b \rho^{1/2} \quad (\text{Ec.3})$$

donde α' es una constante de proporcionalidad, μ el módulo de cizalladura y b el vector de Burgers. El objetivo fundamental de los modelos mencionados anteriormente es describir y cuantificar los cambios en la microestructura generada, y relacionarlos con el comportamiento mecánico a través de una serie de ecuaciones que presenten la evolución del esfuerzo en función de la deformación.

La restauración dinámica es un mecanismo que se activa a altas temperaturas, por lo que el parámetro de endurecimiento (Ω) depende de la temperatura, velocidad de deformación y del tamaño de grano inicial, y de acuerdo con algunos autores [64-65] se obtienen las siguientes expresiones:

$$\Omega = k_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \quad (\text{Ec.4})$$

$$U = k_U \cdot Z^{m_U} \quad (\text{Ec.5})$$

donde k y m son constantes que dependen de la composición química del material y Z es el parámetro de Zener-Hollomon, que depende de la velocidad de deformación, la energía de activación [65] y de la temperatura.

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{Ec.6})$$

2.9.3.2 Etapa II de recristalización dinámica

En este caso, la cinética de recristalización dinámica se puede expresar por la ecuación de Avrami, tomando en cuenta que el ablandamiento durante la deformación en caliente es proporcional a la fracción en volumen recristalizado. Así, la ecuación constitutiva que se aplica después del inicio de la recristalización dinámica es la siguiente:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot X \quad (\text{Ec.7})$$

donde σ_s es el esfuerzo máximo último (o tensión de pico) antes de la recrystalización σ_{ss} es el esfuerzo de estado estable a altas deformaciones y X es la fracción de volumen recrystalizado, la cual a su vez sigue la cinética de la ecuación de Avrami, de la siguiente manera:

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (\text{Ec.8})$$

donde X en este caso es la fracción de volumen recrystalizado en un tiempo determinado t , B y k son las constantes asociadas con el mecanismo y geometría de nucleación (k) y velocidad de nucleación y crecimiento (B). La cinética de la recrystalización se define en términos del tiempo necesario para el 50% de recrystalización ($t_{50\%}$). Puesto que $\exp(-0.693) = 0.5$, de la **Ec.8** se obtiene la siguiente ecuación:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{t}{t_{50\%}}\right)^k\right) \quad (\text{Ec.9})$$

De manera que $t_{50\%}$ y B están relacionadas como indica la **Ec.10**:

$$t_{50\%} = \left(\frac{0.693}{B}\right)^{\frac{1}{k}} \quad (\text{Ec.10})$$

Sellars y col. [66] reportaron que $t_{50\%}$ depende de las condiciones experimentales y de la propia estructura o tamaño de grano inicial (d_0), de la siguiente forma:

$$t_{50\%} = B * \dot{\epsilon} * \exp\left(\frac{Q_{rec}}{RT}\right) \quad (\text{Ec.11})$$

donde B , m y n son constantes, Q_{rec} es la energía de activación para la recrystalización y R la constante universal de los gases. Sabiendo que los ensayos se realizan a velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) constante, la **Ec.7** se puede expresar en términos de deformación:

$$x = 1 - \exp\left(-B \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\dot{\epsilon}}\right)^k\right) \quad (\text{Ec.12})$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación, ϵ_p es la deformación correspondiente al esfuerzo máximo. Del mismo modo la **Ec.12** se transforma en:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\epsilon_{50\%} - \epsilon_p}\right)^k\right) \quad (\text{Ec.13})$$

Sustituyendo esta expresión de la fracción de volumen recrystalizado en la **Ec.1**, se obtiene la siguiente expresión que es válida cuando $\varepsilon < \varepsilon_p$:

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss})[1 - \exp(-0.693 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\varepsilon'}\right)^k)] \quad (\text{Ec.14})$$

El uso de las **Ec.11**, **Ec.12** y **Ec.13** permite la modelación de la etapa II de fluencia, haya o no recrystalización dinámica.

2.9.3.3 Etapa III de esfuerzo pico y estado estable

La restauración dinámica es muy eficaz y ocurre rápidamente en materiales con alta energía de falla de apilamiento (SFE) evitando que ocurra la recrystalización dinámica, por lo cual los esfuerzos de fluencia aumentan a valores bajos de deformación. Por lo contrario, en materiales con baja energía de falla de apilamiento la restauración dinámica no es eficaz y la densidad de dislocaciones (ρ) es alta, lo que permite el inicio de la recrystalización dinámica.

En ambos casos, el esfuerzo pico (σ_p) y de estado estable (σ_{ss}) se puede relacionar con la temperatura y la velocidad de deformación con las ecuaciones potencial o exponencial siguientes [63]:

$$\dot{\varepsilon} = A * \sigma_{ss}^n * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{Ec.15})$$

$$\dot{\varepsilon} = A' * \exp(\beta * \sigma_{ss}) * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{Ec.16})$$

La **Ec.16** describe ampliamente el comportamiento en un rango amplio de esfuerzos donde A , A' y β son constantes del material, n es el exponente de Avrami, Q la energía de activación y R la constante universal de los gases. La **Ec.15** es válida a valores de esfuerzo bajos, mientras la **Ec.16** a valores de esfuerzo altos. Garofalo [67], Sellars y Tegart [68] propusieron una expresión más general para describir el comportamiento de la fluencia a altos y bajos valores de esfuerzos, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\dot{\varepsilon} = A'' * [\sinh(\alpha * \sigma_{ss})]^n * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{Ec.17})$$

donde A'' es otra constante del material, y α la tensión inversa que señala la variación en el comportamiento de potencial a exponencial. El termino $\alpha * \sigma_{ss} < 0.8$, en la **Ec.15** equivale a la

Ec.16, mientras la **Ec.17** es válida cuando $\alpha \cdot \sigma_{ss} > 1.2 \alpha \cdot n$ y β están relacionadas de la siguiente forma:

$$\beta = \alpha \cdot n \quad (\text{Ec.18})$$

2.10 Mapas de procesamiento

2.10.1 Generalidades de mapas de procesamiento

La construcción de los mapas de procesamiento permite realizar caracterización explícita del comportamiento del material bajo condiciones de deformación en caliente en términos de los cambios microestructurales. Estos mapas se componen de la superposición de dos tipos de mapas; el primero, es un mapa de disipación de energía, y el segundo es un mapa de inestabilidad plástica, ambos desarrollados en base al modelo dinámico de materiales (DMM).

En la Figura 2.6 se muestra una representación esquemática del comportamiento de la energía disipada para alcanzar un cierto rango de deformación. A esto se le conoce como condición límite, lo que tendrá diferentes valores de las constantes del sistema K y m .

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (\text{Ec.19})$$

donde m es el exponente de la sensibilidad a la velocidad de deformación, definido como $m = \partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}$, K es una constante del material dependiente de la temperatura y de la microestructura, y $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación.

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (\text{Ec.20})$$

Este parámetro se relaciona directamente con la disipación de energía durante la deformación, la cual se describe como la energía total (P), compuesta por el contenido disipado (G) y el co-contenido disipador (J) [69-70].

$$\eta = \frac{J}{J_{max}} = \frac{P-G}{J_{max}} = \left(2 - \frac{2G}{P}\right) = \frac{2J}{P} \quad (\text{Ec.21})$$

donde η es la eficiencia de disipación de energía. Y la energía total disipada por unidad de volumen P se define como:

$$P = G + J = \sigma \cdot \dot{\epsilon} \quad (\text{Ec.22})$$

El contenido disipado (G) para una temperatura y una deformación dada:

$$G = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma \cdot d\dot{\epsilon} \quad (\text{Ec.23})$$

El co-contenido disipador J :

$$J = \int_0^{\sigma} \dot{\epsilon} \cdot d\sigma \quad (\text{Ec.24})$$

El co-contenido disipador máximo:

$$J_{max} = \left(\frac{\sigma \cdot \dot{\epsilon}}{2} \right) = \frac{P}{2} \quad (\text{Ec.25})$$

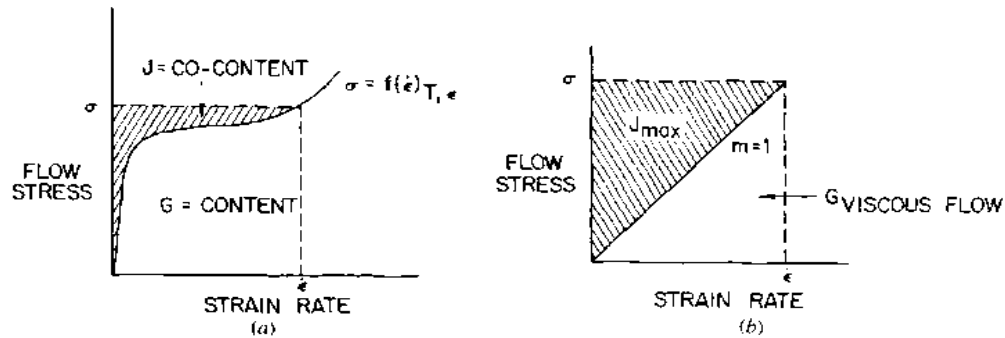


Figura 2.6 a) Representación esquemática de contenido (G) y co-contenido (J) para un material teniendo una ecuación constitutiva representada por la curva de $\sigma = f(\dot{\epsilon})$. La energía total disipada está dada por el rectángulo. b) Representación esquemática mostrando J_{max} que ocurre cuando el parámetro de la sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de un material es igual a 1 [69].

2.10.2 Sensibilidad a la velocidad de deformación

Prasad y col. [71] propusieron construir mapas de procesamiento que representen el comportamiento bajo condiciones de conformado a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, todo esto en términos de cambios microestructurales. Los mapas de procesamiento se construyen mediante la superposición de dos mapas: el mapa de disipación de energía (η) y el mapa de inestabilidad a la fluencia plástica (ξ). El mapa de disipación de energía representa gráficamente la variación en los cambios de energía de acuerdo con los cambios microestructurales en términos de eficiencia de disipación de energía mediante la siguiente ecuación:

$$\eta = \frac{J}{J_{max}} = \frac{2m}{m+1} \quad (\text{Ec. 26})$$

donde m es el coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación. El parámetro η es función del parámetro m , el cual también puede ser sensible a la variación de la temperatura y la velocidad de deformación. El cambio microestructural generado por las diferentes temperaturas y velocidades de deformación genera variación en el parámetro η , y con ello se construye el mapa de disipación de energía. Este mapa ayuda a tener un mejor panorama de las zonas óptimas del conformado, y ayuda a evitar las zonas de inestabilidad a la fluencia plástica.

2.10.3 Eficiencia y parámetro de inestabilidad

Los mapas de inestabilidad a la fluencia plástica también se encuentran en función de la temperatura y de la velocidad de deformación. En estos mapas se representan las zonas que presentan daño microestructural, y está dado por la siguiente expresión:

$$\xi = \frac{\partial \log [m/m+1]}{\partial \log \dot{\epsilon}} + m \quad (\text{Ec. 27})$$

Las zonas que muestran daño microestructural se caracterizan por valores negativos de ξ , pero no necesariamente deben estar por debajo de éste, basta con valores cercanos a cero para que se genere inestabilidad de la fluencia plástica [72].

2.10.4 Criterios de inestabilidad de la fluencia plástica

2.10.4.1 Criterio de Prasad

Anteriormente se tenían distintas limitaciones en los mapas de procesamiento de la fluencia plástica y debido a esto se desarrollaron otros métodos prometedores para el análisis de la inestabilidad plástica y la optimización del proceso de conformado en caliente llamado modelo dinámico de materiales (DDM). El criterio de inestabilidad más comúnmente utilizado es el de Prasad, el cual está dado por la siguiente relación:

$$\frac{\partial \ln J}{\partial \dot{\epsilon}} > 0 \quad (\text{Ec.28})$$

2.10.4.2 Otros criterios de la inestabilidad de la fluencia plástica

Otros criterios de inestabilidad han sido propuestos entre los que se encuentran el de Kumar y Prasad [73] el cual se basa en los procesos de fluencia en caliente aplicando principios de la mecánica de los medios continuos en grandes deformaciones propuesta por Ziegler. Por otro lado, Alexander [74] ha propuesto que, para una fluencia plástica estable durante el proceso de conformado, la evolución de la curva de σ con $\dot{\epsilon}$ debe ser convexa y para una fluencia estable, el esfuerzo de fluencia debe disminuir con el incremento de temperatura, y m debe disminuir con la velocidad de deformación y aumentar con la temperatura. Gegel [75] utilizó los fundamentos de la mecánica de medios continuos de la termodinámica y de la teoría de la estabilidad proponiendo que para una fluencia estable durante procesos de deformación plástica los valores del parámetro m pueden deducirse de consideraciones teóricas, lo cual indica que el esfuerzo de fluencia σ disminuye con la temperatura T a cualquier deformación y velocidad de deformación, lo que indica que para una fluencia estable, la sensibilidad a la velocidad de deformación debe aumentar con la temperatura. Murty y col. [76] reanalizaron el DMM y propusieron otra metodología donde argumentaron que, a una temperatura y deformación dada, el parámetro m varía con $\dot{\epsilon}$, pero si la evolución del esfuerzo de fluencia sigue una ley potencial, m se convierte en un parámetro totalmente independiente de $\dot{\epsilon}$. Jonas y col. [77-78] propusieron el parámetro α correspondiente a la sensibilidad del esfuerzo respecto a la velocidad de deformación es capaz de cuantificar el grado de localización de la fluencia, considerando que la carga F es igual en todos los puntos del material. En la Tabla 2.1 se presentan los diferentes criterios de inestabilidad de la fluencia plástica en caliente.

Tabla 2.1 Criterios de la inestabilidad de la fluencia plástica en caliente.

Criterio	Relación
Prasad [73]	$\frac{\partial \ln J}{\partial \ln \dot{\epsilon}} > 0$
Alexander [74]	$\frac{\partial s}{\partial \ln \dot{\epsilon}} < 0$
Gegel [75]	$\frac{\partial m}{\partial T} < 0$

Murty [76]	$\frac{2m}{\eta} - 1 > 0$
Semaitin y Jonas [77-78]	$1 - \frac{\alpha}{5} < 0$

2.11 Estado del arte

2.11.1 Modelación de la fluencia plástica en caliente

Liu y col. [79] investigaron el comportamiento de deformación en caliente para un acero LD dúplex Fe-11Mn-10Al-0.9C, en donde emplearon temperaturas desde 800 a 1100 °C en intervalos de 50 °C y velocidades desde 0.001 a 10 s⁻¹, y en donde las curvas esfuerzo-deformación presentan una región inestable a bajas temperaturas y bajas velocidades de deformación, y una región estable que se presenta con el incremento de la temperatura.

Mejía y col. [102] realizaron ensayos de compresión en caliente en aceros TWIP en un rango de temperaturas de 900-1100 °C y velocidad de deformación de 0.001 a 0.1 s⁻¹. Emplearon modelos matemáticos basados en la evolución de la densidad de dislocaciones, la cinética de Avrami para la recrystalización dinámica y la ecuación hiperbólica tipo Sellars-Tegart, permitiendo predecir con precisión las curvas esfuerzo-deformación en función del parámetro de Zener–Hollomon.

Por otro lado, Cabañas y col. [103] realizaron ensayos de torsión en caliente en aleaciones binarias Fe–Mn (1–20 % Mn) en un rango de 950-1250 °C y velocidades de deformación de 0.1-2 s⁻¹, obteniendo curvas esfuerzo-deformación verdaderas mediante conversión de torque y ángulo de torsión. Posteriormente realizaron modelación utilizando los modelos matemáticos de base física empleados por Sellars-Tegart, Avrami función del parámetro de Zener–Hollomon. Los resultados muestran una predicción bastante acertada a las curvas esfuerzo-deformación experimentales.

2.11.2 Mapas de procesamiento

Liu y col. [7] analizaron el comportamiento de la deformación en caliente de un acero LD dúplex Fe-11Mn-10Al-0.9C a temperaturas entre 800-1000 °C y velocidades de deformación de 0.001-10

s^{-1} . Desarrollaron mapas de procesamiento, utilizando el modelo dinámico de materiales (DMM), aplicando el criterio de Prasad, determinaron las condiciones óptimas para la deformación, las cuales están en un rango de temperaturas de 950-1100 °C y velocidades de deformación de 0.01-1 s^{-1} . Establecieron que en este dominio, los granos deformados pueden ser remplazados por granos finos recrystalizados, así los altos niveles de energía se disiparon debido a la recrystalización dinámica (DRX). Asimismo, determinaron dos regiones de inestabilidad A y B. La región A se presenta en temperaturas de 800-875 °C a velocidades de deformación arriba de 0.05 s^{-1} , generada por la formación de carburos- κ intergranulares. La región B fue localizada a temperaturas de 950-1100 °C y velocidades de deformación de 1-10 s^{-1} como el resultado de estructuras de collar heterogéneas generadas por la recrystalización dinámica (DRX) parcial.

Mohamadizadeh y col. [12] caracterizaron la deformación en caliente de un acero LD dúplex (Fe-18Mn-8Al-0.8C) en rangos de temperaturas de 600-1000 °C. Utilizaron mapas de procesamiento y determinaron las zonas seguras e inseguras en condiciones de deformación asociadas con la evolución microestructural. El primer dominio (Dominio I) de eficiencia fue a temperaturas de 900-1100 °C y velocidades de 10^{-2} y $10^{-3} s^{-1}$ debido a la recrystalización dinámica de la austenita. El segundo dominio (Dominio II) fue localizado entre 700-900 °C y velocidades de deformación de $1-10^{-1} s^{-1}$. Por otra parte, determinaron dos zonas de inestabilidad, región A ubicada a 600-800 °C y velocidades de deformación de 10^{-2} y $10^{-3} s^{-1}$, y la región B ubicada entre 900 y 1100 °C y velocidades de deformación de $1-10^{-1} s^{-1}$. Estas regiones de inestabilidad se generaron por la presencia de microbandas de corte y por la transformación de austenita en ferrita. El comportamiento de la deformación en caliente de aceros avanzados LD es de suma importancia para el control de la microestructura en el tamaño de grano y propiedades mecánicas durante la deformación en caliente.

Zhao y col. [80] estudiaron el efecto del Nb-V como elementos microaleantes sobre la deformación en caliente y la microestructura en aceros avanzados LD de composición Fe-27.9Mn-7.33Al-1.05C-0.62Mo de referencia y otro microaleado con 0.16Nb y 0.16V % en masa, reportando que el fenómeno de ablandamiento se presenta principalmente a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación. Además, la adición de Nb y V incrementó la energía de activación durante la deformación en caliente. Por otro lado, las partículas precipitadas de V actúan como sitios de nucleación para la recrystalización dinámica (DRX). Estas partículas promueven en cierta medida

la recrystalización dinámica, y evitan el crecimiento significativo de granos. Asimismo, calcularon la energía de activación aparente para la deformación en caliente Q_{HW} para ambos aceros, obteniendo valores de 401.86 kJ/mol para el acero de referencia y 398.12 kJ/mol para el acero microaleado. Además, construyeron mapas de procesamiento y determinaron que la adición del Nb-V influye positivamente en la estabilidad de la deformación en caliente para aceros del sistema Fe-Mn-Al-C, y amplía la región óptima para el procesamiento, la cual para el acero de referencia a una deformación de 0.7 se encuentra en 972-1110 °C / 0.03-0.1 s⁻¹; mientras que para el acero microaleado se ubica en 894-1025 °C / 0.01-0.14 s⁻¹ y 1050-1200 °C / 0.03-0.95 s⁻¹.

Wang y col. [81] estudiaron el comportamiento y la evolución de la microestructura durante la deformación en caliente para un acero LD Fe-30Mn-11Al-1C microaleado con Nb-V. Sus resultados muestran un refinamiento de grano de 2-4 μm durante la deformación a bajas temperaturas de 850-950 °C y con velocidades elevadas de 1-10 s⁻¹. A estas condiciones se presenta una recrystalización parcial o discontinua (DDRX). También, realizaron el cálculo para la determinación de la energía de activación aparente para la deformación plástica en caliente obteniendo valores de 389.9 kJ/mol. Finalmente, realizaron la construcción de mapas de procesamiento a deformaciones de 0.1-0.9, en los que determinaron las regiones seguras para la deformación en caliente, las cuales fueron dos, a velocidades de deformación de 1-10 s⁻¹ y rango de temperatura de 900-1150 °C con una microestructura completamente recrystalizada. La otra zona se localizó a velocidades de deformación de 0.01-0.1 s⁻¹ en un rango de temperaturas de 850-950 °C con una recrystalización dinámica discontinua.

Mozumder y col. [82] investigaron las características de la deformación en caliente de un acero LD dúplex Fe-10Mn-9Al-4Ni-0.7C a temperaturas de 950-1150 °C y velocidades de deformación de 0.001-10 s⁻¹. Utilizaron mapas de procesamiento para determinar las regiones seguras y de inestabilidad a la fluencia en caliente y determinaron que se presentan regiones seguras y de inestabilidad. El dominio óptimo de procesamiento se obtiene a temperaturas entre 950-1077 °C y velocidades de deformación entre 0.001-0.01 s⁻¹. La región de inestabilidad la reportan a temperaturas menores a 1100 °C y a velocidades de deformación mayores a 1 s⁻¹. En esta región de inestabilidad reportan la presencia de microbandas y fracturas a lo largo de los límites de grano de ferrita y austenita.

Sun y col. [83] investigaron el comportamiento de la deformación plástica en caliente de un acero LD austenítico Fe-30Mn-10Al-1C y desarrollaron mapas de procesamiento determinando las condiciones óptimas a temperaturas elevadas entre 975-1100 °C, y velocidades intermedias de deformación entre 0.01 y 1 s⁻¹ con porcentajes de eficiencia en disipación de energía entre 36 y 64%.

2.11.3 Cinética de precipitación y transformaciones de fases

Liu y col. [84] investigaron la precipitación de carburos- κ en un acero avanzado LD austenítico Fe-20Mn-9Al-1.2C-1.0V durante tratamientos térmicos de envejecimiento a temperaturas de 500, 550 y 600 °C durante tiempos de 3 horas de permanencia. Indicaron que al incrementar la temperatura de los tratamientos de envejecimiento la cantidad de carburos- κ incrementa, y a temperaturas de 550 °C ocurre la transformación eutectoide de austenita a ferrita- α + carburo- κ formando carburos- κ^* de tamaño entre 100 y 200 nm. Asimismo, encontraron que el incremento en la temperatura aumenta el esfuerzo de cedencia y la velocidad de endurecimiento por deformación disminuye significativamente. También determinaron que el V presenta alta afinidad con el C generando así gran cantidad de VC, lo que podría estar relacionado con la inhibición en la precipitación de los carburos- κ .

Jeong y col. [85] investigaron el comportamiento de un acero LD dúplex Fe-9Mn-6Al-0.15C durante tratamientos isotérmicos de envejecimiento por precipitación a 550 °C por tiempos de 1, 6, 24 y 48 horas. Determinaron que los carburos- κ comenzaron a precipitar en límites de grano de ferrita y en las interfaces ferrita-austenita después de 1 hora de permanencia. Asimismo, la descomposición de austenita en ferrita y carburos- κ inició por la reacción eutectoide después de 6 horas y se generó el crecimiento de fase- κ en forma de estructura laminar. Kaltzacorta y col. [86] investigaron la evolución microestructural durante tratamientos térmicos de envejecimiento en un acero LD dúplex base austenita 11.4Mn-9.9Al-0.66C. Realizaron ensayos de dilatometría y encontraron que a temperaturas entre 550 °C y 750 °C se genera la precipitación de carburos- κ en límites de grano, los cuales reducen significativamente la ductilidad del acero. Por otro lado, también corroboraron mediante difracción de rayos-X que los picos de austenita disminuyen su intensidad a medida que incrementa la precipitación de fase kappa.

Jimbert y col. [87] investigaron transformaciones de fases en un acero austenítico Fe-30Mn-10Al-1.3C mediante ensayos de dilatometría durante diferentes tratamientos térmicos. Encontraron que la precipitación de carburos- κ se generan entre 650 y 700 °C debido a una caída más pronunciada en la curva de cambio de longitud. Rawat y col. [88] estudiaron las transformaciones de fase en dos aceros LD de composición Fe-10Mn-11Al-1C y Fe-5Mn-11Al-1C, realizaron ensayos de dilatometría durante un ciclo de tratamiento térmico desde temperatura ambiente hasta 1200 °C y determinaron que para la primera aleación la precipitación de carburos- κ se genera a 600 °C y para la segunda a 555 °C y se disuelven a 1017 y 955 °C respectivamente. Hájek y col. [89] realizaron un estudio en las transformaciones de fases que se generan durante el enfriamiento en aceros de baja densidad y determinaron de acuerdo con los ensayos de dilatometría que a velocidades bajas de enfriamiento alrededor de 2.5 °C/s⁻¹ se genera precipitación de fase kappa desde 900 hasta 600 °C. Zhang y col. [90] analizaron transformaciones de fase en un acero LD de composición Fe-25.7Mn-10.6Al-1.2C y reportaron la presencia de carburos- κ de tamaño nanométrico sobre límites de las microbandas de deformación, ya que estos carburos se generan preferentemente sobre defectos cristalinos en donde se concentran grandes cantidades de energía.

Sin embargo, existe muy poca información en literatura sobre el efecto que produce la adición del V durante el comportamiento de la fluencia plástica en caliente y el envejecimiento por precipitación de la fase kappa.

CAPITULO 3

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental

El presente proyecto de investigación se llevó a cabo de acuerdo con las etapas indicadas en el diagrama de flujo de la Figura 3.1.

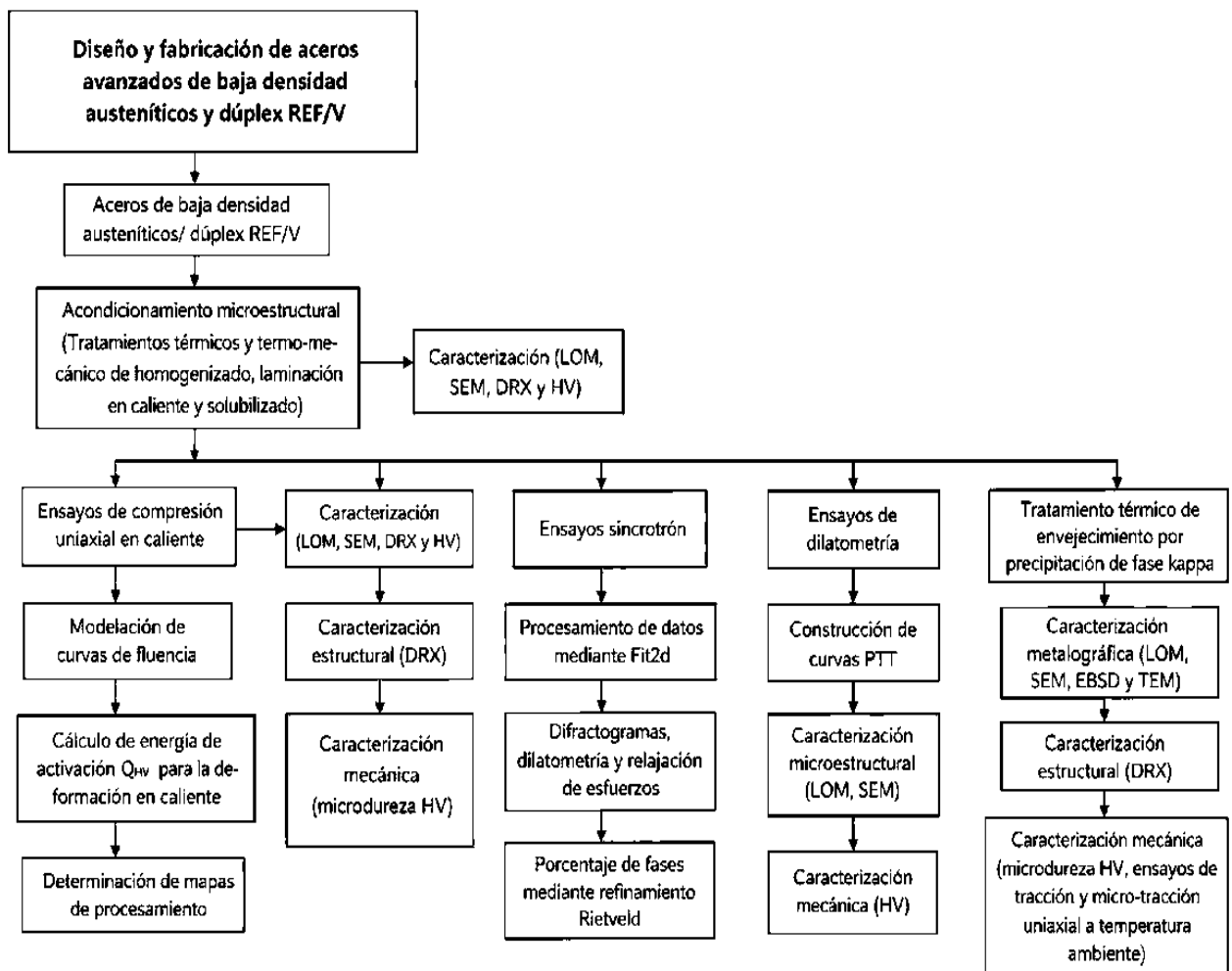


Figura 3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

3.2 Materiales

3.2.1 Composición química

El presente proyecto de investigación se llevó a cabo con la fabricación de cuatro aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C de distinta composición química: dos austeníticos y dos dúplex (uno de referencia y otro microaleado con V en ambos aceros). Dichos aceros se fabricaron en un horno de inducción al vacío de la marca CONSARC, ubicado en el Laboratorio de Fundición del IIMM-UMSNH. Una vez ajustada la carga y limpiada la materia prima, los elementos fueron introducidos en el crisol, a excepción del Al y del Fe-V, los cuales se adicionaron posteriormente, una vez fundidos los demás componentes, con el fin de evitar su oxidación y/o pérdidas por volatilización. Tras la fundición, el metal líquido se vertió en una lingotera metálica de sección rectangular de 5 cm $\times$ 10 cm y una altura de 17.5 cm. La composición química nominal de los cuatro aceros LD se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición química nominal establecida para el diseño de los aceros de baja densidad diseñados (% en masa).

Acero LD:	Fe	Mn	Al	C	V
Fe-30Mn-8Al-REF	Bal.	30	8	1	-
Fe-30Mn-8Al-0.2V	Bal.	30	8	1	0.2
Fe-12Mn-8Al-REF	Bal.	12	8	1	-
Fe-12Mn-8Al-0.2V	Bal.	12	8	1	0.2

3.2.2 Espectroscopía de emisión óptica por chispa

Para determinar cuantitativamente la composición química de los aceros avanzados LD bajo estudio, se realizó análisis químico mediante espectroscopía de emisión óptica por chispa en un equipo Q4 TASMAN BRUKER. Este método consiste en la determinación de elementos químicos mediante la generación de chispas entre dos electrodos, lo que produce un plasma de vapor en el cátodo y la obtención de los elementos químicos mediante la comparación de patrones estandarizados. Cabe mencionar que aún no existe un patrón estandarizado para la determinación

exacta de los elementos que conforman los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C. Por lo que las cantidades de Mn y Al se determinarán mediante el promedio de una serie de análisis puntuales a través del detector EDS en el microscopio electrónico de barrido (SEM) de la marca JEOL modelo JMS-7600 F.

3.3 Acondicionamiento microestructural

Para eliminar la microestructura segregada de la condición de solidificación de los aceros avanzados LD, fue necesario realizar una serie de tratamientos térmicos y termo-mecánicos con el objetivo de generar una microestructura lo más homogénea posible a lo largo de todo el acero. Los tratamientos térmicos y termo-mecánicos se determinaron de acuerdo con los diagramas de fases en equilibrio calculados mediante el software JMatPro mostrados en la Figura 3.2.

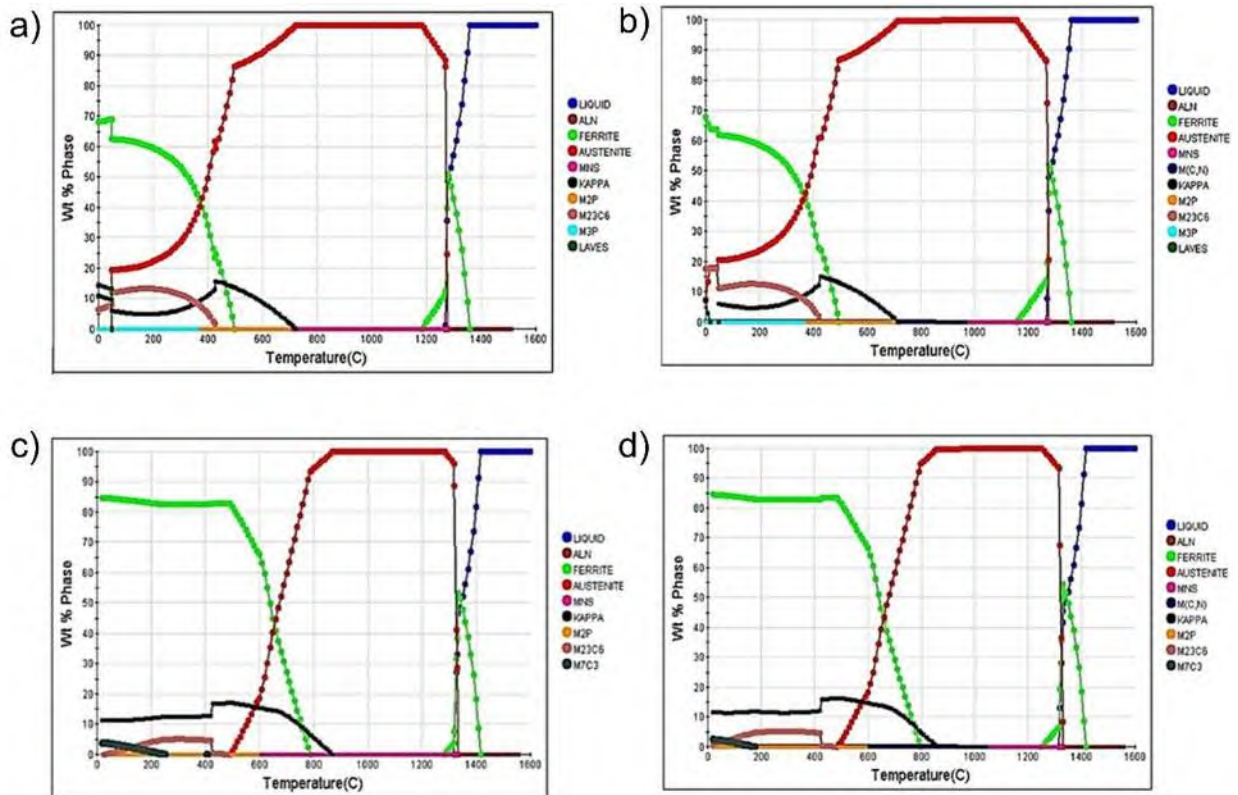


Figura 3.2 Diagramas de fases en equilibrio de los aceros a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

En las predicciones calculadas de los diagramas de equilibrio se observa la austenita estable a temperaturas aproximadas de 1250 °C, sin embargo, es una temperatura bastante elevada y cercana al punto de fusión (1350 °C aproximadamente). Por otro lado, a temperaturas cercanas a 1000 °C

se observa la presencia de partículas de segundas fases como el M(C, N), por lo que para eliminar eficazmente la presencia de estas segundas fases y de la microestructura segregada de solidificación (as-cast), el tratamiento térmico de homogeneizado debe ser mayor a 1000 °C. Asimismo, se diseñó consecutivamente el tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente que debe ser en un rango de temperaturas no menor a AC1, es decir, en este caso 950 °C. Por lo que se diseñó el tratamiento térmico y termo mecánico a 1150 °C. Esto da tiempo de laminar en caliente a una temperatura optima y segura sin que la temperatura del material alcance a descender de los 950 °C.

3.3.1 Tratamiento térmico de homogeneizado

El tratamiento térmico de homogeneizado se realizó en un horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE. El ciclo del tratamiento consistió en colocar las muestras a una temperatura de 1150 °C con un tiempo de permanencia de 2 h/pulg de espesor, con el objetivo de eliminar la microestructura segregada en condición de solidificación, principalmente de los elementos Mn y Al, además de disolver la presencia de posibles segundas fases presentes.

3.3.2 Tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente

El tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente se realizó en un laminador reversible T.J.Pigott-Engineers modelo 6559102 con capacidad de 50 ton. Este proceso se llevó a cabo en dos etapas. La primera consistió en elevar la temperatura a 1100 °C y realizar una laminación con el 62.5% de reducción del área total. En la segunda se introdujo de nuevo al horno para volver a la temperatura de 1100 °C y finalmente se laminó el 26.6%, para realizar una reducción de área total del 72.5%. Después de la etapa de laminación, se enfrió en un horno apagado para evitar choque térmico por corrientes de aire. La velocidad de enfriamiento fue de aproximadamente 150 °C/h.

3.3.3 Tratamiento térmico de solubilizado

El tratamiento térmico de solubilizado se realizó en un horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE y se llevó a cabo a una temperatura de 1200 °C por un tiempo de 1 h/in de espesor seguido de un temple en agua. El objetivo del tratamiento térmico de solubilizado es disolver todas las fases presentes en el material y mantener la estructura austenítica homogénea en toda la matriz del acero. A partir de esta condición se llevó a cabo los ensayos de compresión uniaxial en caliente, dilatometría y los tratamientos térmicos de envejecimiento por precipitación de fase kappa.

En la Figura 3.3 se muestra el ciclo de los tratamientos térmicos y termo-mecánicos de acondicionamiento microestructural que se aplicaron a los aceros avanzados LD.

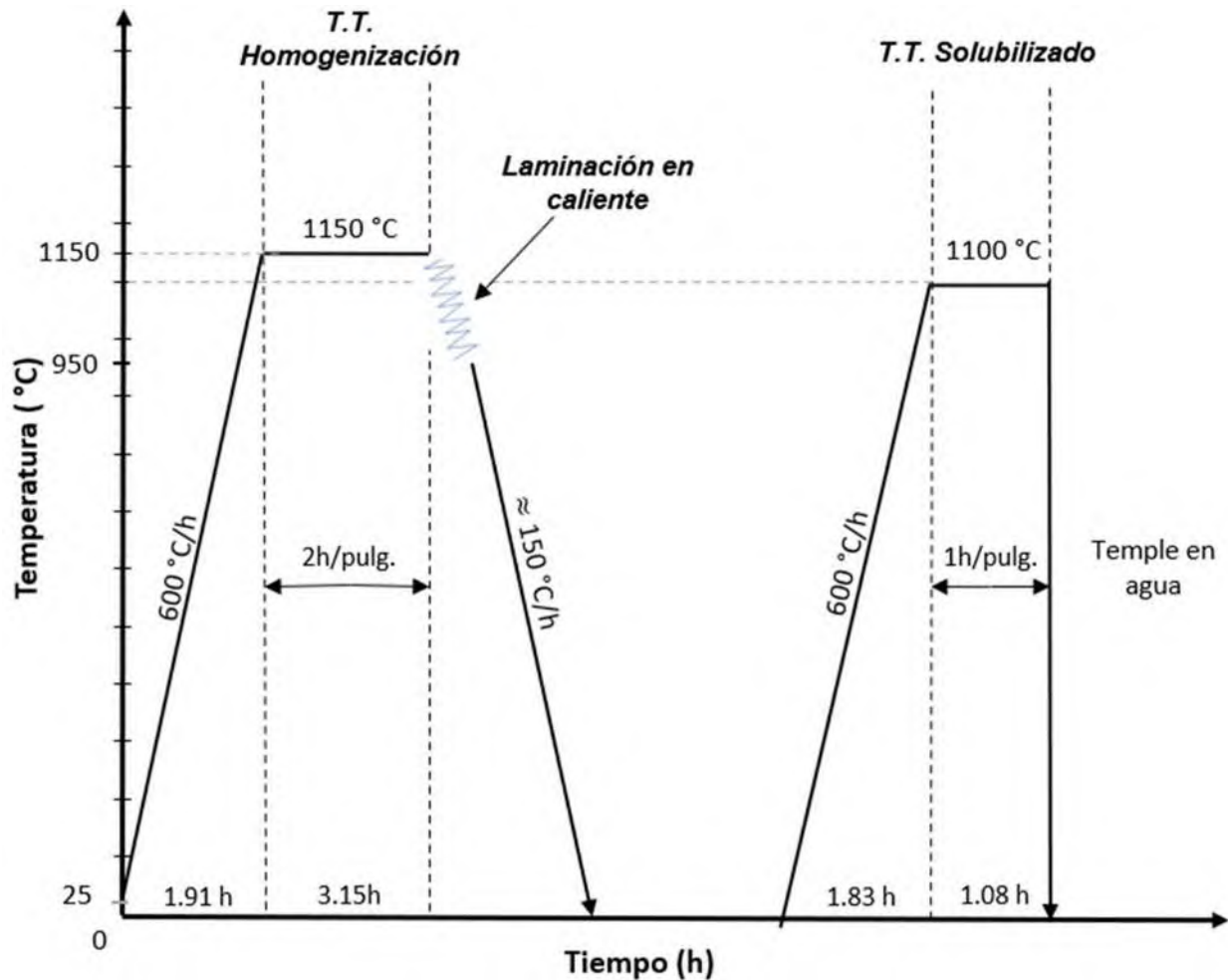


Figura 3.3 Ciclo del tratamiento térmico y termo-mecánico de homogeneizado y laminación en caliente de los aceros avanzados LD.

3.4 Ensayos de compresión uniaxial en caliente

3.4.1 Fabricación de probetas

Las probetas para los ensayos de compresión uniaxial en caliente se maquinaron empleando la técnica de electroerosión por hilo (del inglés, Wire Electric Discharge Machining, WEDM) en un equipo de la marca ONA AX3®. Esta técnica se utiliza para maquinar piezas con formas complejas y de alta precisión en materiales duros o delicados sin afectar térmicamente al material y sin ningún

esfuerzo residual. Las probetas se maquinaron cilíndricas con las siguientes dimensiones: 7 mm de diámetro x 11 mm de longitud.

3.4.2 Condiciones de ensayos de compresión uniaxial en caliente

Los ensayos de compresión en caliente se realizaron en una máquina universal de ensayos mecánicos INSTRON® 4506 equipada con un horno de radiación ChambIR®, modelo E4 Infrared Heating System, con la posibilidad de emplear atmósferas inertes en el Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales de la Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España. Las condiciones de los ensayos fueron las siguientes: temperaturas de deformación 700, 800, 900, 1000 y 1100 °C, con velocidades de deformación de 0.0005, 0.001, 0.01 y 0.1 s⁻¹. Tal como se ilustra en la Figura 3.4.

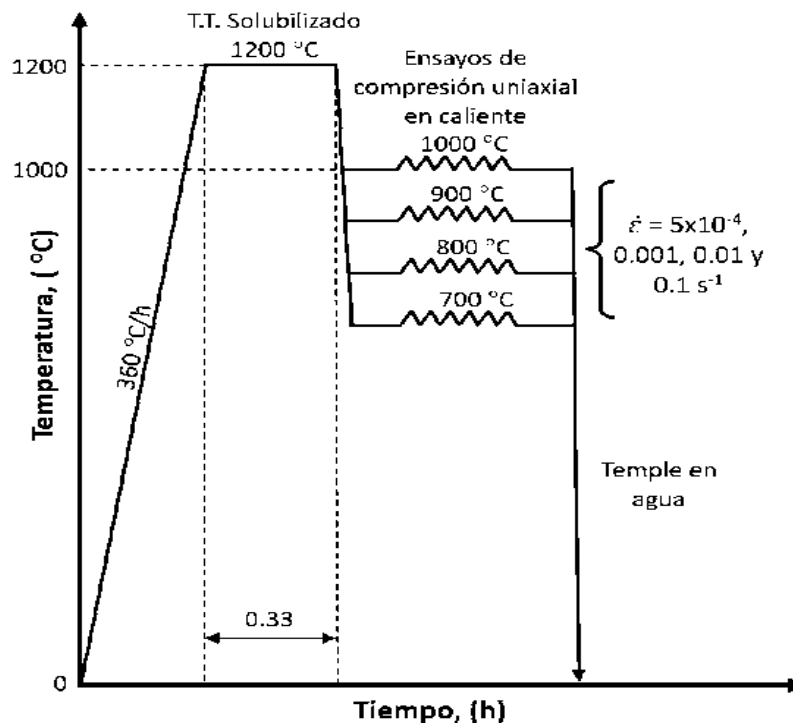


Figura 3.4 Ciclo de ensayos de compresión uniaxial en caliente de los aceros avanzados LD.

3.4.3 Determinación de la energía de activación Q_{HW} .

El cálculo para determinar la constante de la energía de activación aparente necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}) depende de la composición química y de la microestructura (fases presentes en el material). Para determinar su valor es posible relacionarla con el valor del esfuerzo pico ($\sigma = \sigma_p$) de la **Ec.1** en la sección 2.9.1, 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 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 [37], la cual se puede solucionar mediante un método gráfico utilizando un análisis de regresión lineal múltiple.

Para la determinación de la energía de activación aparente para la deformación plástica en caliente se aplicó la ecuación del seno hiperbólico:

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \cdot \exp\left(-\frac{Q_{HW}}{RT}\right) \quad (\text{Ec.29})$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación, A , α y n son constantes del material que dependen de la composición química, σ es el esfuerzo pico, Q_{HW} es la energía de activación aparente para la deformación plástica en caliente, R la constante universal de los gases y T la temperatura de deformación. Por otro lado, el parámetro de Zener Hollomon también relaciona estas constantes como se muestra en la siguiente ecuación:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q_{HW}}{RT}\right) \quad (\text{Ec.30})$$

Igualando las **Ecs. 29** y **30** se obtiene la relación:

$$Z = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (\text{Ec.31})$$

Para determinar el valor de la constante α se aplica la siguiente ecuación:

$$\alpha = \frac{\beta}{n} \quad (\text{Ec.32})$$

donde β y n son los valores promedio determinados por las pendientes de la regresión lineal de las gráficas de los logaritmos de la velocidad de deformación y el esfuerzo pico, como se muestra a continuación:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \cdot \ln [\sinh(\alpha \sigma)] - \left(\frac{Q_{HW}}{RT} \right) \quad (\text{Ec.33})$$

$$\partial(\ln \dot{\epsilon}) = n \cdot \partial \{ \ln [\sinh(\alpha \sigma)] \} - \left(\frac{Q_{HW}}{R} \right) \partial \left(\frac{1}{T} \right) \quad (\text{Ec.34})$$

La velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ y la temperatura T permanecen constantes para cada curva esfuerzo-deformación-verdadera por lo que se obtiene la siguiente ecuación:

$$Q_{HW} = R \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma)]} \right]_T \left[\frac{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma)]}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (\text{Ec.35})$$

$$Q_{HW} = R \cdot n_{promedio} \cdot S_{promedio} \quad (\text{Ec.36})$$

donde $n_{promedio}$ y $S_{promedio}$ corresponden a la pendiente promedio de la relación de logaritmos a diferentes velocidades de deformación.

3.4.4 Modelación de curvas de fluencia

Las curvas de fluencia en caliente obtenidas mediante los ensayos de compresión uniaxial en caliente se modelaron mediante la aplicación de modelos matemáticos de base física que rigen el comportamiento de la deformación plástica en caliente de Kocks, Estrin, Mecking, Bergstrom, Avrami y Sellars.

3.4.4.1 Modelado de la etapa I de endurecimiento y ablandamiento por restauración dinámica

En la primera etapa de la fluencia en caliente las dislocaciones generadas y almacenadas generan un balance, el cual se presenta como densidad de dislocaciones generadas durante el endurecimiento, y las eliminadas durante el proceso de restauración dinámica. La ecuación aplicada para este mecanismo es la que se presenta en la **Ec.1** indicada en la sección 2.9.2. El resultado de la **Ec.1** es la respuesta más simple para la modelación de la etapa de endurecimiento y restauración

dinámica durante la fluencia en caliente. Mediante la aplicación de la **Ec.2** se obtiene la densidad de dislocaciones, y para la determinación del esfuerzo se aplica la **Ec.3** indicada en la sección 2.9.3.1.

La Etapa I de la deformación en caliente emplea la ecuación de la densidad de dislocaciones en condiciones de altas temperaturas y bajas velocidades de deformación. Según el modelo de Estrin, Mecking [58] y Bergström [59-61], la expresión para calcular la densidad de dislocaciones es la siguiente:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = U - \Omega\rho \quad (\text{Ec.37})$$

donde el endurecimiento por deformación “ U ” y el ablandamiento causado por la restauración dinámica “ Ω ” se involucran, al igual que la densidad de dislocaciones ρ . Bajo la suposición de que el recorrido medio de dislocaciones es constante geométricamente, la integración de la **Ec.38** da como resultado la siguiente relación:

$$\rho = \rho_0 e^{-\Omega\varepsilon} + \frac{U}{\Omega} (1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \quad (\text{Ec.38})$$

Si se introduce la **Ec.38**, resolviendo y reagrupando se obtiene:

$$\sigma^2 = [\sigma_s^2 + \sigma_0^2 - \sigma_s^2] \cdot e^{-\Omega\varepsilon} \quad (\text{Ec.39})$$

Siendo $\sigma_0 = \alpha\mu b\rho_0^{0.5}$ y $\sigma_s = \alpha\mu b(U/\Omega)^{0.5}$ donde σ_0 es el esfuerzo correspondiente a la densidad de dislocaciones inicial ρ_0 y σ_s es el esfuerzo máximo o de saturación en el caso de la ausencia de la recrystalización dinámica.

Para obtener el término “ Ω ”, se realizó el ajuste no lineal de dos variables aplicando la fórmula:

$$\sigma = \sigma_p [1 - e^{-\Omega\varepsilon}]^{-0.5} \quad (\text{Ec.40})$$

Posteriormente del ajuste no lineal, se realizó un ajuste lineal del valor obtenido de “ Ω ”, con el parámetro de Zener-Hollomon (Z), mediante la ecuación:

$$\Omega = k_\Omega \cdot Z^{m_\Omega} \quad (\text{Ec.41})$$

Para obtener el termino de “ U ”, de la **Ec.2**, el termino μ puede ser escrito de la siguiente manera:

$$\mu = \mu_0 \left[1 + \frac{T-300}{T_f} \cdot \left(\frac{T_f - d\mu}{\mu \cdot dT} \right) \right] \quad (\text{Ec.42})$$

donde el tercer término representa la dependencia de la temperatura con el módulo de corte. Sustituyendo valores en la **Ec.2** y reacomodando términos se obtiene:

$$U(\alpha b)^2 = \frac{\sigma p^2 * \Omega}{\{8.1 \times 10^4 [1 + (\frac{T-300}{1643.15}) * (-0.91)]\}^2} \quad (\text{Ec.43})$$

Al hacer un ajuste lineal de la ecuación del $\log U(\alpha b)^2$ vs $\log Z$ se obtuvo el valor del parámetro de endurecimiento.

$$U(\alpha b)^2 = k_U \cdot Z^{m_U} \quad (\text{Ec.44})$$

3.4.4.2 Modelado de la etapa II de recristalización dinámica

La etapa II que inicia desde el esfuerzo pico (σ_p) hasta el primer valor del esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) y representa el progreso de la recristalización dinámica, se modeló empleando la ecuación propuesta por Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami [63-64, 71]. 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 $t_{50\%}$. La ecuación constitutiva que se aplica después del inicio de la recristalización dinámica ha sido indicada como **Ec.7**, en la sección 2.9.1.2. Ya que X sigue la cinética de Avrami, se puede expresar como se indica en la **Ec.8** de la sección 2.9.2. En términos del tiempo para el 50% de recristalización, $t_{50\%}$ y puesto que $\exp(-0.693) = 0.5$, la **Ec.7** se transforma en la **Ec.8** indicada en la sección 2.9.3.2.

Como siguiente paso se calculó el tiempo para determinar el 50% de la recristalización, que es el tiempo en el cual se produce la mitad del ablandamiento, es decir, en la gráfica esfuerzo-deformación verdadera, es el valor medio entre σ_p y σ_{ss} . Para esto se realizó un ajuste no lineal para obtener los coeficientes $K_{t50\%}$, $m_{t50\%}$, estos a su vez relacionados con la energía de activación para que se de este 50% de recristalización ($Q_{t50\%}$). Aquí el $t_{50\%}$ representa el valor teórico encontrado y “ t ”, el valor experimental. El tiempo para el 50% de recristalización depende de las condiciones de deformación tanto como del tamaño de grano inicial, tal como se indica en la **Ec.10**. Es importante señalar que para esta modelación el tamaño de grano inicial es constante, por lo que su efecto queda

incluido en la constante de la Ec.10. Cuando la velocidad de deformación es constante, el tiempo y la deformación son equivalentes, por lo que la **Ec.7** se puede representar en términos de la deformación, como se indica en la **Ec.11**. Del mismo modo, la **Ec.11** se transforma en la **Ec.12**. Mediante su uso se establece una relación para la fracción recrystalizada para un $t_{50\%}$ experimental y uno teórico.

Para poder determinar K_n y m_n para cada acero se realizó un ajuste lineal de cada uno de los exponentes de Avrami relacionándolos con el parámetro de Zener-Hollomon.

$$\frac{\varepsilon_{50\%} - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}} = B \cdot \dot{\varepsilon}^{m_{t50\%}} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{Ec.45})$$

3.4.4.3 Modelado de la etapa III de esfuerzo pico y estado estable

La etapa III se modeló empleando el modelo de Sellars y Tegart [68], el cual fue modificado por Cabrera et al. [91] como una función del módulo de Young dependiente de la temperatura. La modelación de esta etapa relaciona el esfuerzo de pico (σ_p) y el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) con la temperatura y la velocidad de deformación. Aquí es de vital importancia el uso del valor de la energía de activación necesaria para la deformación en caliente (Q_{HW}). El valor que se utilizó fue el calculado para cada uno de los aceros avanzados LD de este sistema.

La restauración dinámica ocurre rápidamente en materiales con alta energía de falla de apilamiento (SFE) evitando así que la recrystalización dinámica ocurra. Por otro lado, en los materiales con baja SFE la restauración dinámica es poco eficaz, lo que da lugar al mecanismo de recrystalización dinámica, ya que la densidad de dislocaciones es muy elevada. En ambos casos, el esfuerzo pico y el esfuerzo de estado estable se pueden relacionar con la temperatura y la velocidad de deformación de acuerdo con las **Ecs.12** y **13** indicadas en la sección 2.9.3.

La **Ec.12** solamente se aplica cuando los valores de esfuerzo son bajos, mientras la **Ec.13** cuando los valores de esfuerzo son altos. Garofalo [71] en condiciones de endurecimiento, Sellars y Tegart [72] en condiciones de deformación en caliente, determinaron una expresión más general que describe el comportamiento de la deformación a bajos y altos valores de esfuerzo, tal como se indica en la **Ec.14**.

Para $[(\alpha\sigma)] < 0.8$ la **Ec.12** es equivalente a la **Ec.13**, mientras la **Ec.13** es válida cuando $[(\alpha\sigma)] > 1.2$. En este caso se puede comprobar que α , n y β están relacionadas tal como se indica en la **Ec.15**.

Por otro lado, se establece una relación entre la difusividad del acero en función de la temperatura $D(T)$. Para esto apoyándose de la literatura [63], se emplearon las constantes $D_0 = 1.8 \times 10^{-5}$, $Q_{HW} =$ *valor calculado para cada acero*, $R = 8.314 \text{ Jmol/K}$; también se determinó el módulo de Young en función de la temperatura $E(T)$ derivado del módulo de corte $\mu = 8.1 \times 10^4$, el coeficiente de Poisson $\nu = 0.33$ y una temperatura de fusión de $T_m = 1643.15 \text{ K}$.

La ecuación queda en los siguientes términos:

$$\left[\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right]^{1/5} = A\sigma_p * \text{Senh}\left[\alpha\left(\frac{\sigma_p}{E(T)}\right)\right] \quad (\text{Ec.46})$$

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. De igual manera para el esfuerzo de estado estable, la ecuación se reescribe como:

$$\left[\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right]^{1/5} = A\sigma_{ss} * \text{Senh}\left[\alpha\left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)\right] \quad (\text{Ec.47})$$

Posteriormente, se calculó y se estableció en función de $(\dot{\epsilon}/D(T))^{1/5}$ tanto para $(\sigma_p/E(T))$ como para $(\sigma_{ss}/E(T))$ en cada una de las temperaturas y velocidades de deformación. Mediante una regresión lineal se obtuvo la relación de ambas expresiones matemáticas, y posteriormente se realizó el ajuste de regresión correspondiente de estas curvas mediante una función de seno hiperbólico, para obtener los parámetros $A\sigma_p$, $A\sigma_{ss}$, $\alpha\sigma_p$ y $\alpha\sigma_{ss}$ y posteriormente modelar el esfuerzo pico y el estado estable.

3.5 Mapas de procesamiento

3.5.1 Determinación del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m)

Para la construcción de los mapas de procesamiento se realizó una serie de pasos. Primeramente, se estableció la deformación verdadera ($\epsilon = 0.15, 0.35$ y 0.65) para cada una de las condiciones en cada una de las curvas esfuerzo-deformación verdaderas a las distintas temperaturas de ensayo ($700, 800, 900$ y $1000 \text{ }^\circ\text{C}$) y velocidades de deformación de $5 \cdot 10^{-4}, 0.001, 0.01$ y 0.1 s^{-1} . Los datos

obtenidos de las curvas esfuerzo-deformación se graficaron en función del logaritmo del esfuerzo ($\log \sigma$) respecto al logaritmo de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) para cada una de las temperaturas y velocidades de deformación, con los resultados obtenidos se realizó un ajuste polinomial como se muestra en la siguiente ecuación:

$$\log \sigma = a + b(\log \dot{\epsilon}) + c(\log \dot{\epsilon})^2 + d(\log \dot{\epsilon})^3 \quad (\text{Ec.48})$$

derivando la Ec.26 en función de $\dot{\epsilon}$ se obtiene el parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación “ m ” como se muestra en la **Ec.49**:

$$m = \frac{\Delta \log \sigma}{\Delta \log \dot{\epsilon}} = b(\log \dot{\epsilon}) + 2c(\log \dot{\epsilon}) + 3d(\log \dot{\epsilon})^2 \quad (\text{Ec.49})$$

Posteriormente se obtuvieron los valores de “ m ” para cada temperatura y velocidad de deformación, tomando valores de $\dot{\epsilon}$ para poder realizar los gráficos en tres dimensiones de “ m ”.

3.5.2 Determinación del parámetro de eficiencia de disipación de energía (η)

Una vez obtenidos los valores de m , estos valores se utilizaron para calcular los valores de la eficiencia de disipación de energía η , los cuales son fundamentales para la construcción de los mapas de disipación de energía. Posteriormente se realizó un ajuste cúbico de las curvas de $\log(m/m + 1)$ vs $\log \dot{\epsilon}$ para obtener la **Ec.50**:

$$\log m = a + b(\log \dot{\epsilon}) + c(\log \dot{\epsilon})^2 + d(\log \dot{\epsilon})^3 \quad (\text{Ec.50})$$

derivando en función de $\dot{\epsilon}$ se obtiene la **Ec.51**:

$$\xi(\dot{\epsilon}) = b + 2c(\log \dot{\epsilon}) + 3d(\log \dot{\epsilon})^2 \quad (\text{Ec.51})$$

3.5.3 Construcción de mapas de procesamiento

Una vez determinados los valores del parámetro de eficiencia de disipación de energía, se aplicó el criterio de la inestabilidad de Prasad (ξ) como lo indica la **Ec.20**. Bajo condiciones de velocidad de deformación constante el parámetro ξ debe ser evaluado en función de la temperatura y velocidad de deformación para obtener los mapas de inestabilidad en las regiones donde la deformación es más inestable durante la fluencia ocurre a valores negativos de este parámetro.

3.6 Ensayos de dilatometría

Los ensayos de dilatometría tienen como objetivo principal determinar la cinética de transformaciones de fases en los aceros durante tratamientos térmicos en condición isotérmica.

3.6.1 Fabricación de probetas

La fabricación de probetas se realizó en una máquina de electroerosión por hilo (WEDM) en un equipo de la marca ONA AX3® con dimensiones de 4 mm de diámetro y 10 mm de longitud. Las probetas fueron maquinadas en condición de tratamiento térmico de solubilizado para iniciar con una microestructura completamente homogénea y sin la presencia de segundas fases en los aceros.

3.6.2 Condiciones de ensayos de dilatometría

Los ensayos de dilatometría se llevaron a cabo en un dilatómetro DIL 805D de la marca Netzsch-Gerätebau, ubicado en el Centro Tecnológico de Manresa, España. Las dimensiones de las muestras empleadas fueron de 4 mm de diámetro y 10 mm de longitud. Se realizaron ensayos a temperaturas desde 450 hasta 750 °C, en intervalos de 50 °C durante 2 horas de permanencia para el tratamiento térmico de envejecimiento en cada uno de los aceros.

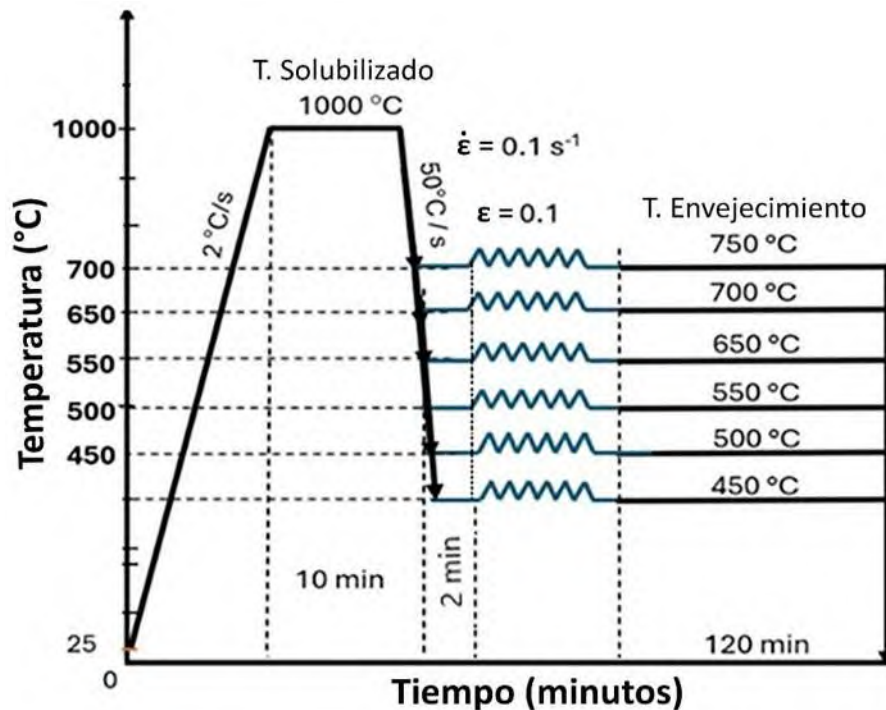


Figura 3.5 Ciclo de tratamiento térmico de envejecimiento para los ensayos de dilatometría aplicado a los aceros LD austeníticos y dúplex.

La Figura 3.6 muestra el dilatómetro utilizado para realizar los ensayos de dilatometría, así como sus principales componentes. En la Figura 3.6a) se muestra la probeta cilíndrica utilizada en los ensayos, junto con los termopares empleados para el monitoreo preciso de la temperatura durante los ciclos térmicos. La Figura 3.6b) muestra la probeta montada en el dilatómetro, sujeta mediante el sistema del pistón, así como la bobina de inducción utilizada para el calentamiento controlado del material. Este sistema permite aplicar ciclos térmicos rápidos y reproducibles, asegurando un control preciso de la velocidad de calentamiento y enfriamiento. Por otro lado, en la Figura 3.6c) se presenta la cámara de vacío del dilatómetro, la cual permite realizar los ensayos bajo condiciones de atmósfera controlada, minimizando la oxidación superficial de las probetas durante el tratamiento térmico. Finalmente, la Figura 3.6d) muestra el sistema de control del dilatómetro, incluyendo el ordenador de adquisición de datos y el controlador de vacío, los cuales permiten programar los ciclos térmicos, registrar la variación en el cambio de longitud y durante la relajación de esfuerzos de la probeta en función del tiempo y temperatura, y asegurar la repetibilidad de los ensayos.

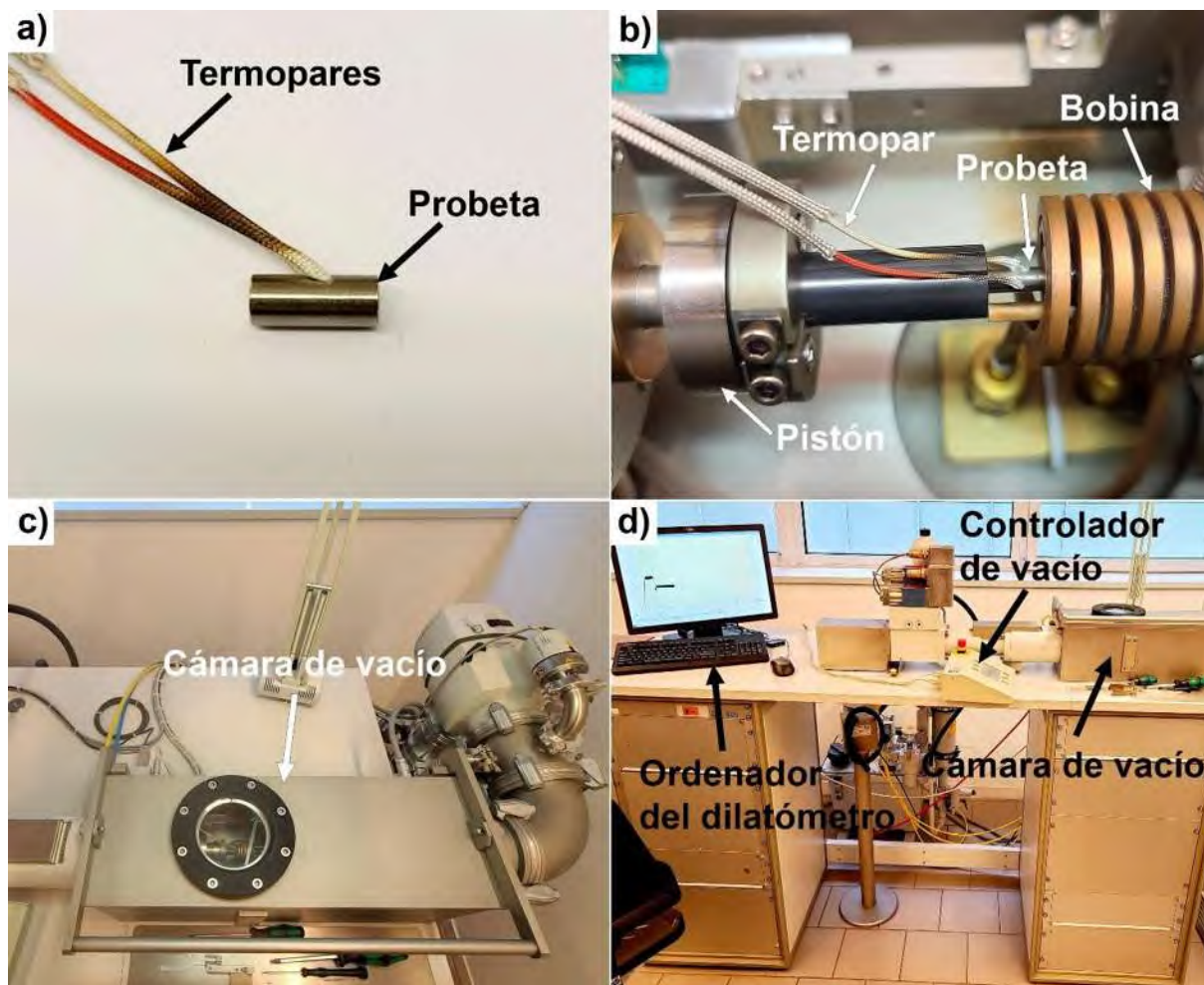


Figura 3.6 Dilatómetro del Centro Tecnológico de Manresa (CTM) España, a) probeta y termopares, b) probeta montada sobre el dilatómetro, c) cámara de vacío y d) componentes de control del dilatómetro.

En la Figura 3.7 se muestran los ciclos que se llevaron a cabo durante los ensayos de dilatometría. En color negro se muestra el ciclo de temperatura y la deformación del tratamiento termomecánico, el cual consistió en calentar las muestras a una velocidad de $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ hasta alcanzar una temperatura de $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ con una permanencia de 10 minutos para homogeneizar la microestructura. Posteriormente, se realizó un enfriamiento rápido hasta la temperatura de permanencia para retener la microestructura de solubilizado, seguido de una deformación de la probeta del 10 % a una velocidad de 0.1 s^{-1} . Las muestras permanecieron a temperatura constante durante 2 horas como parte del tratamiento térmico de envejecimiento. En color verde se muestra la curva de cambio de longitud, la cual refleja la deformación del 10 % inducida inmediatamente después del tratamiento

térmico de homogeneizado y del enfriamiento rápido. En color azul se muestra la curva de esfuerzo durante el tratamiento.

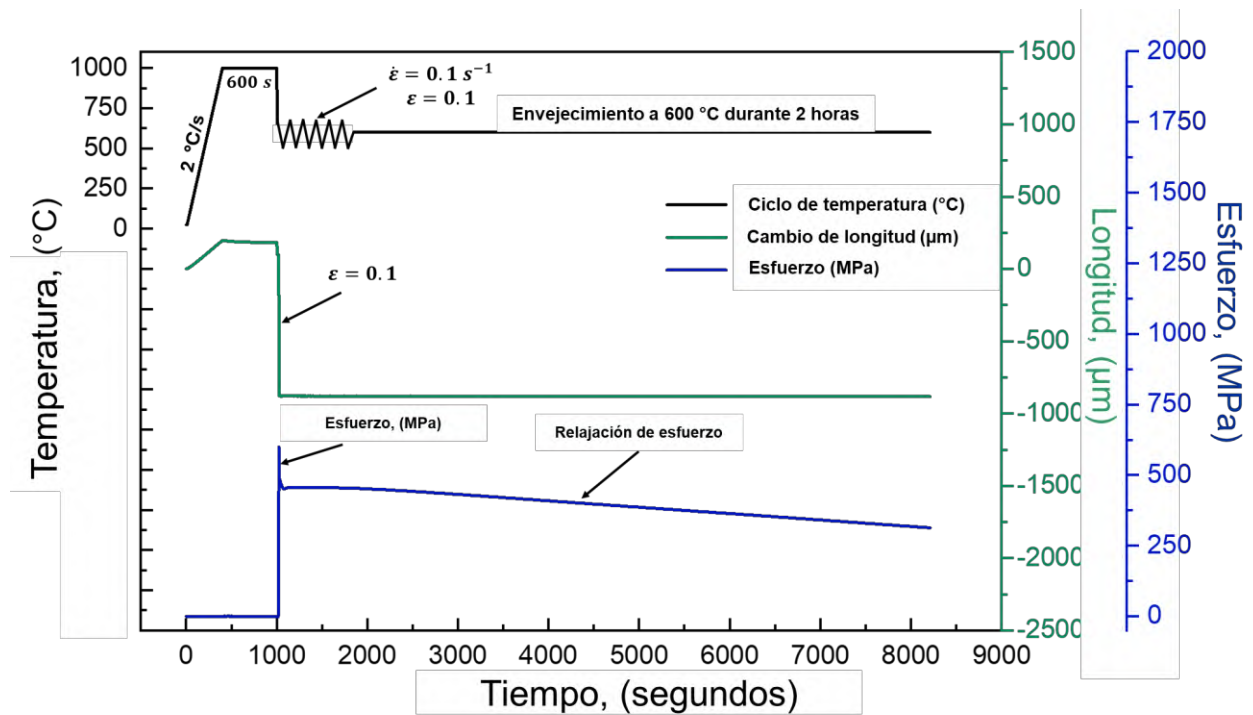


Figura 3.7 Ciclo termo-mecánico de solubilizado, deformación y envejecimiento durante los ensayos de dilatometría.

3.6.3 Determinación de curvas Precipitación Tiempo Temperatura (PTT)

3.6.3.1 Método de las tangentes

La determinación de las curvas PTT (tiempo-temperatura-precipitación) se llevó a cabo utilizando el método de las tangentes. Este método consiste en identificar, a partir de las señales obtenidas mediante dilatometría, el punto en el que inicia el cambio en la tendencia del ablandamiento, así como el punto donde esta tendencia concluye. Dichos puntos corresponden al inicio y al final de la precipitación, respectivamente, y se determinan trazando tangentes en las porciones lineales de la curva para identificar los cambios de pendiente.

En la Figura 3.8 se ilustra un ejemplo de este procedimiento, destacando los puntos clave de inicio y fin de precipitación. Una vez identificados estos puntos para todas las temperaturas y tiempos evaluados, se graficaron en función de las condiciones isotérmicas del tratamiento térmico. De esta manera, se construyeron los diagramas PTT específicos para cada uno de los aceros en estudio,

proporcionando información fundamental sobre su comportamiento de precipitación bajo las condiciones evaluadas [93-94].

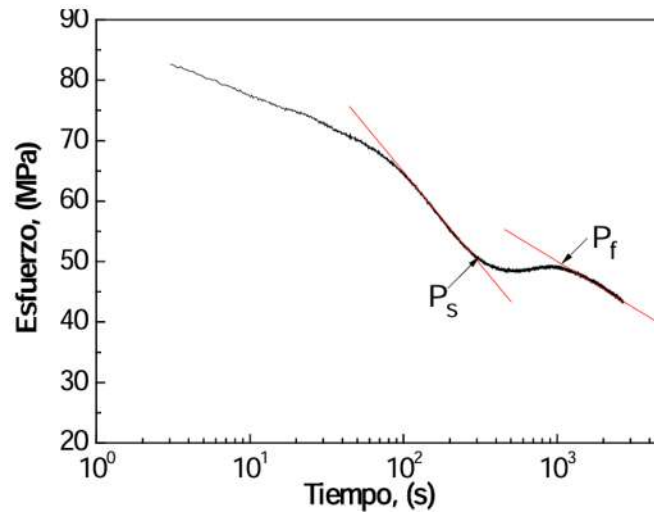


Figura 3.8 Representación gráfica del método de las tangentes para la determinación del inicio (P_s) y final (P_f) de precipitación en las curvas de relajación de esfuerzos [94].

3.6.3.2 Método de la derivada

Debido a la dificultad para identificar con precisión los cambios de pendiente en las señales de relajación de esfuerzos y dilatometría a temperaturas superiores a 550 °C, también se empleó el método de la derivada, el cual se aplicó directamente a la señal de relajación de esfuerzos. Este enfoque incrementa la sensibilidad a las variaciones presentes en estas señales, lo que permite una detección más precisa de los cambios de pendiente asociados con fenómenos microestructurales. El procedimiento consiste en calcular la derivada de la señal original para obtener una nueva curva, en la cual los puntos que cruzan o se encuentran por encima del valor cero representan los puntos de inflexión o cambios de pendiente en la señal original. Este análisis resultó particularmente útil para identificar eventos sutiles que pudieron pasar desapercibidos al examinar únicamente la señal primaria.

3.7 Ensayos mediante radiación sincrotrón

Para el análisis de la evolución microestructural y cinética de precipitación se utilizaron dos fuentes de radiación sincrotrón: ALBA Synchrotron y PETRA III-DESY. Los experimentos realizados en ALBA estuvieron enfocados principalmente en la caracterización microestructural y análisis de fases mediante difracción de rayos-X de alta resolución bajo condiciones específicas de tratamiento térmico detalladas más adelante. Por otro lado, los experimentos realizados en el PETRA III permitieron el análisis in situ de la evolución de fases durante tratamientos termo-mecánicos mediante dilatometría, relajación de esfuerzos y HEXRD de alta energía a diferente temperatura comparado con el sincrotrón ALBA. El uso combinado de ambas instalaciones permitió obtener información complementaria sobre la cinética de precipitación y transformación de fases en los aceros LD austeníticos y dúplex.

3.7.1 Sincrotrón ALBA

Los ensayos de dilatometría y relajación de esfuerzos a través del análisis en el sincrotrón se realizaron utilizando probetas cilíndricas 1 mm de diámetro y de 10 mm de longitud maquinadas mediante electroerosión por hilo. Las probetas fueron previamente solubilizadas a una temperatura de 1050 °C durante 10 minutos y posteriormente se realizó un temple en agua.

En la Figura 3.9 se muestra el túnel acelerador de partículas del sincrotrón ALBA en Cerdanyola del Vallès (Barcelona), España. Los análisis estructurales se llevaron a cabo en la línea de investigación BL04-MSPD del sincrotrón, encargada del estudio de Ciencia de Materiales y Difracción de Polvos, el cual opera entre 8 y 50 KeV. Una vez obtenidos los difractogramas se procedió a indexar las fases mediante las tarjetas cristalográficas utilizando el software MAUD 2.9 con las tarjetas cristalográficas austenita γ 1100132, ferrita α 9008536 y fase kappa κ 9010849 y posteriormente a calcular el porcentaje de fases mediante refinamiento Rietveld.

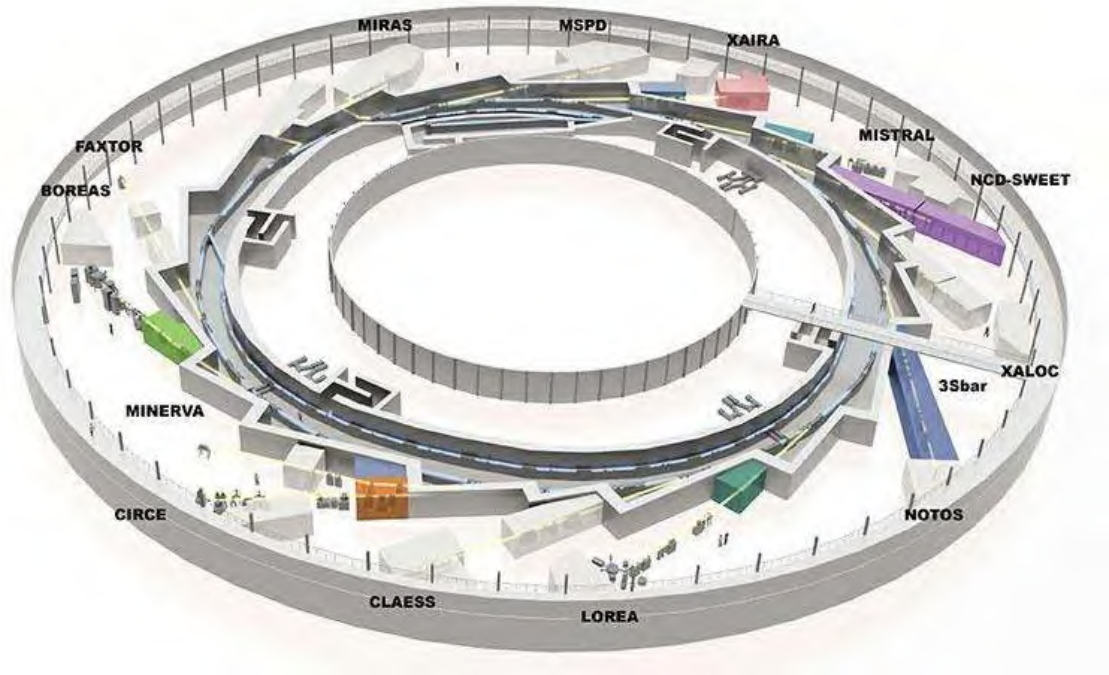


Figura 3.9 a) Túnel acelerador de partículas del sincrotrón ALBA [92].

Por otro lado, en la Figura 3.10 se muestra el ciclo del tratamiento térmico de envejecimiento que se aplicó durante el análisis estructural en el sincrotrón. El ciclo se estableció de acuerdo con la temperatura eutectoide (550 °C) y con temperaturas más elevadas para determinar el inicio y final de precipitación de fase kappa, se estableció solamente este rango de temperaturas (550 y 700 °C) debido a la limitación del número de ensayos disponibles durante las sesiones sincrotrón. Sin embargo, se encuentran en el rango de las condiciones óptimas para la determinación de la cinética de precipitación de fase kappa.

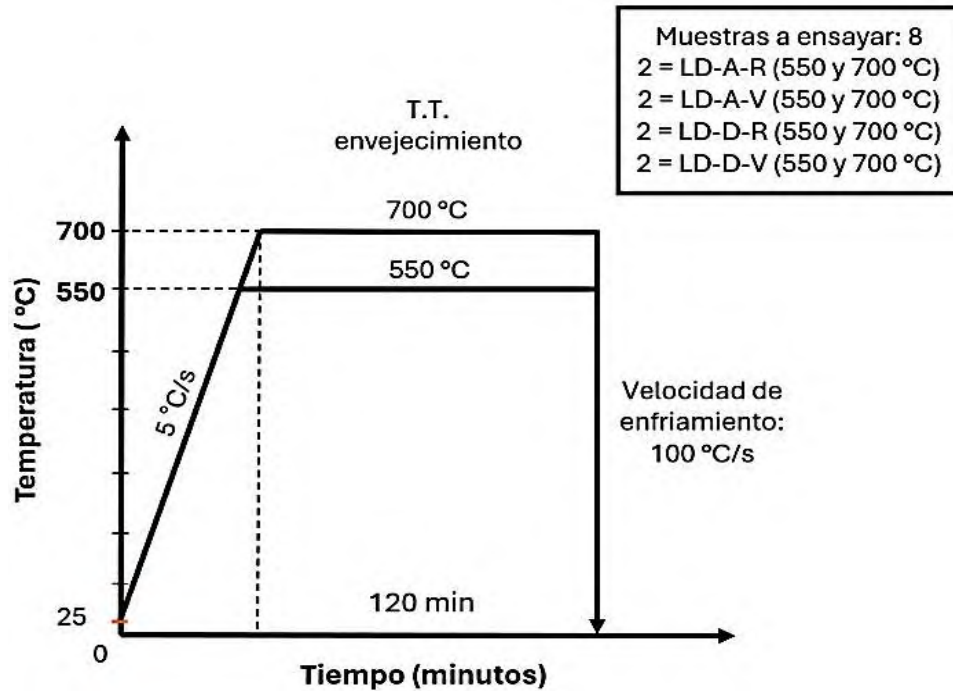


Figura 3.10 Ciclo de tratamiento térmico de los aceros LD para el análisis sincrotrón ALBA.

De acuerdo con las predicciones de JMatPro mostrados en la Figura 3.2, la fase kappa, se disuelve por encima de los 850 °C, lo que permite tener una microestructura austenítica homogénea y a partir de esta iniciar el tratamiento térmico de envejecimiento. Por otro lado, se observa que, para los aceros austeníticos, la precipitación de fase kappa se genera a partir de los 550 °C y para los aceros dúplex a 450 °C.

3.7.2 Sincrotrón PETRA III

En la Figura 3.11 se muestra el equipo que conforma el laboratorio de análisis sincrotrón Petra III en las instalaciones DESY (“Deutsches Elektronen Synchrotron”, o Sincrotrón Alemán de Electrones) de Hamburgo, Alemania, equipado con un dilatómetro DIL 805D de la marca Netzsch-Gerätebau el cual fue utilizado para los ensayos de dilatometría y radiación sincrotrón de los aceros avanzados LD estudiados en el presente trabajo. La radiación sincrotrón se genera con un haz con una energía de 6.08 GeV, el cual genera ondas electromagnéticas cargadas de neutrones, electrones o positrones, estas partículas son aceleradas a una velocidad cercana a la velocidad de la luz (99.99%), e indican directamente sobre la muestra generando difracción de rayos-X. Las probetas utilizadas para los ensayos del sincrotrón fueron probetas cilíndricas de 4 mm de diámetro por 10 mm de longitud.

a)



b)

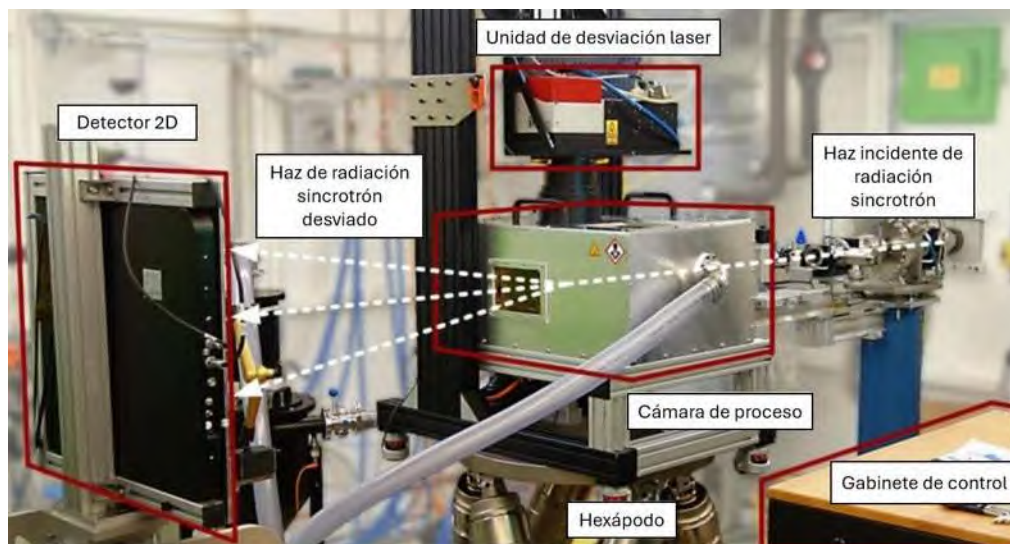


Figura 3.11 a) Túnel acelerador de partículas DESY PETRA III. b) Conjunto de elementos laboratorio de radiación sincrotrón PU-07 [92].

En la Figura 3.12 se muestra el ciclo del tratamiento termo-mecánico aplicado durante los ensayos de dilatometría y sincrotrón PETRA III. El ciclo del tratamiento termo-mecánico consistió, primeramente, en calentar las muestras a una velocidad de $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ hasta una temperatura de $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 10 min para homogeneizar la microestructura, posteriormente, se realizó un

enfriamiento rápido para retener la microestructura de alta temperatura y enseguida deformar la probeta un 10% a una velocidad de 0.1 s^{-1} con la finalidad de introducir gran cantidad de dislocaciones y acelerar la cinética de precipitación de la fase kappa. El esfuerzo aplicado se mantuvo al alcanzar la deformación deseada, manteniendo las mordazas fijas con el fin de medir la relajación de esfuerzos. Seguido de esto se aplicó el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C durante 2 horas para promover la precipitación de fase kappa, seguido de un enfriamiento rápido con el propósito de mantener la microestructura y posteriormente poder analizarla mediante microscopía óptica de luz (LOM) y electrónica de barrido (SEM).

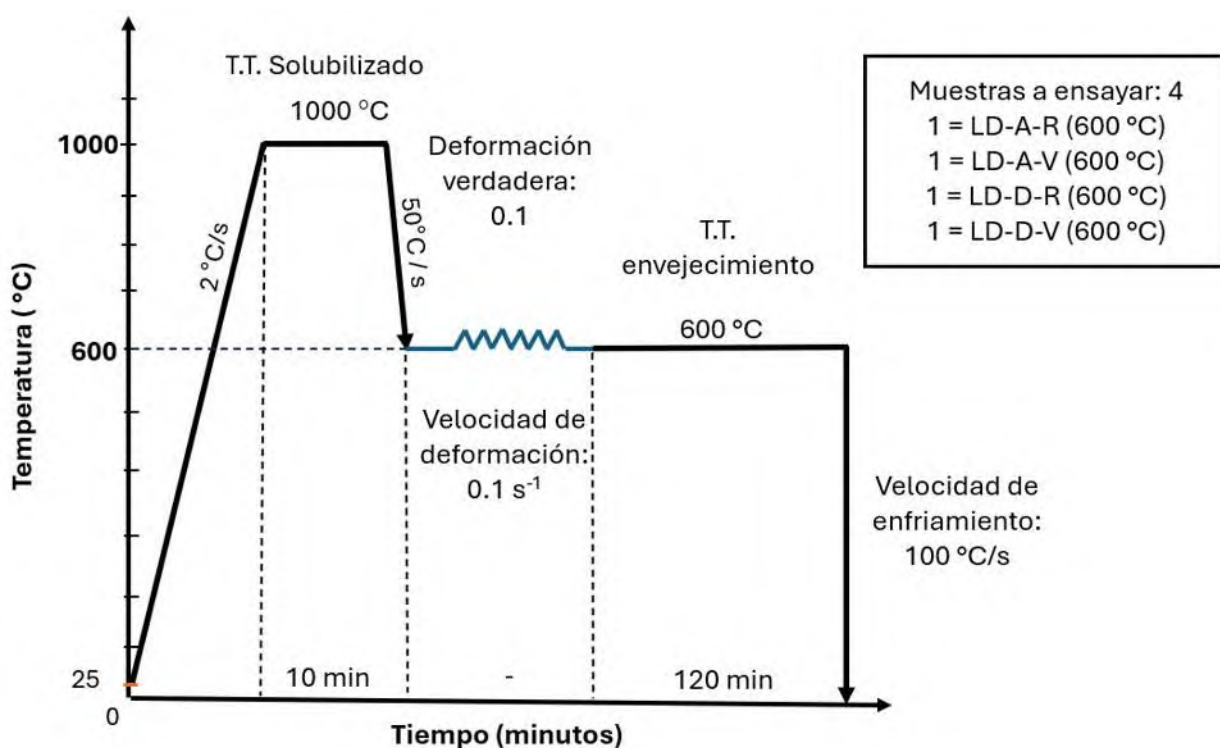


Figura 3.12 Ciclo de tratamiento termo-mecánico de los aceros LD para los ensayos de dilatometría y relajación de esfuerzos en el sincrotrón PETRA III.

Los resultados obtenidos de los ensayos de sincrotrón fueron patrones de difracción bidimensionales tipo Debye-Scherrer, los cuales contienen información angular sobre la distribución de intensidades asociadas a las fases presentes durante los tratamientos térmicos y termo-mecánicos, dichos patrones se tuvieron que procesar mediante el software Fit2d para obtener

los difractogramas, de manera simultánea también se obtuvieron los gráficos de dilatometría y relajación de esfuerzos.

3.8 Tratamientos térmicos de envejecimiento por precipitación

El tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación de aceros LD es un tratamiento de recocido que tiene como objetivo principal promover la precipitación de carburos- κ . Este tratamiento térmico se realizó en un horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE y se llevó a cabo a temperatura isotérmica de 550 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min durante distintos tiempos de permanencia desde 2.5 hasta 20 horas en intervalos de 2.5 horas, ya que de acuerdo con el diagrama TTT de la Figura 3.13 en estas regiones se promueve la precipitación de carburos- κ' (intragranulares), y a tiempos cercanos a 10 horas se encuentra la región de precipitación de carburos- κ^* (intergranulares), además es posible la precipitación de fases ordenadas como la B2 y DO₃.

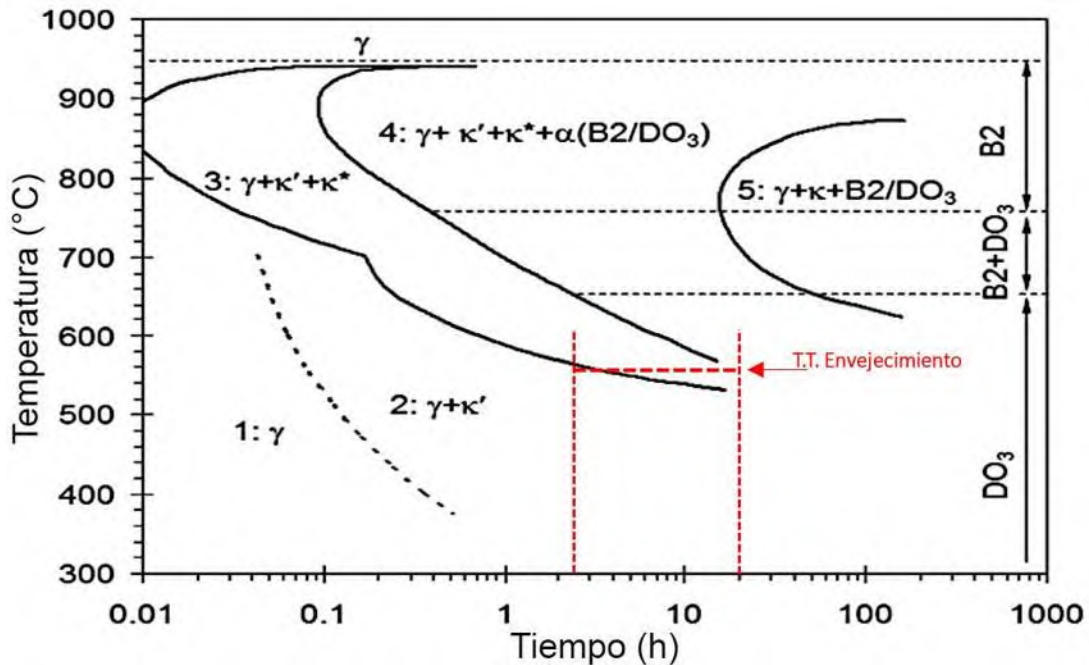


Figura 3.13 Diagrama TTT de descomposición de la solución sólida γ en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un envejecido isotérmico. Área 1: Descomposición espinodal, área 2: Precipitación homogénea de carburos- κ , área 3: Formación de un carburo- κ^* en límite de grano, área 4: Producto de la reacción discontinua $\alpha(B2/DO_3)$ en límites de grano, área 5: formación de fases de equilibrio [95].

En la Figura 3.14 se muestra en ciclo del tratamiento isotérmico de envejecimiento que se aplicó a los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex.

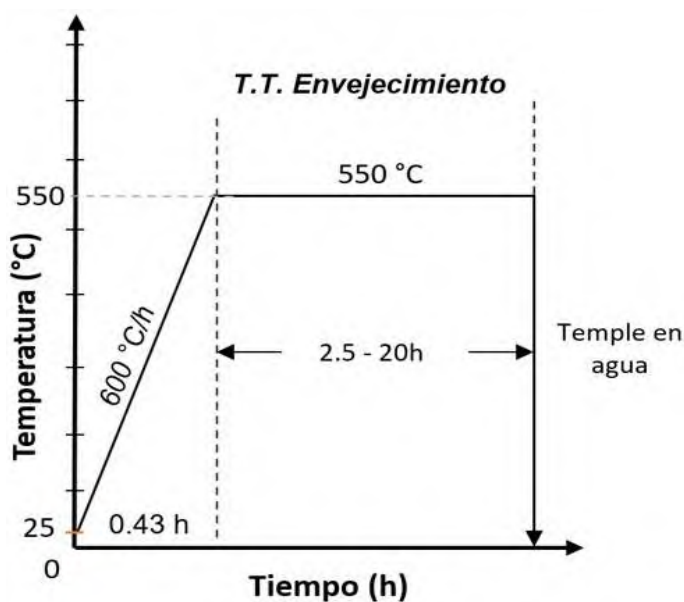


Figura 3.14 Ciclo del tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación de los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C.

3.9 Técnicas de caracterización metalográfica, estructural y mecánica

3.9.1 Caracterización metalográfica

Para realizar la caracterización metalográfica de los aceros avanzados LD bajo las distintas condiciones de los tratamientos térmicos de envejecimiento, se realizó la preparación de las muestras, donde primeramente se seccionó la muestra a caracterizar mediante una cortadora con disco de alúmina, seguido de un rectificado de la superficie, después se realizó un desbaste con lijas de SiC partiendo desde granos burdo-medio a fino (420-2000), posteriormente se realizó un pulido con pasta de diamante desde 9 μm hasta 0.1 μm . Finalmente, se realizó un ataque químico con Nital al 5% durante un tiempo de permanencia de entre 30 a 60 segundos para revelar la microestructura.

3.9.1.1 Microscopía óptica de luz (LOM)

Las muestras se analizaron en un microscopio óptico Carl Zeiss, el cual permite observar la microestructura y determinar la morfología de los granos, así como la presencia de partículas

precipitadas o segundas fases mediante el uso de varios aumentos que inician desde 50x hasta 1000x. Se realizó una captura de imágenes de entre 5 y 10 por cada lente de aumento del microscopio. Se determinó el tamaño de grano promedio mediante el método de intercepción lineal, tomando en cuenta los valores promedio resultantes de acuerdo con la norma ASTM 112 [96]. También se determinó el porcentaje de las fases presentes en la microestructura mediante el análisis de imagen con el software ImageJ.

3.9.1.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)

Para determinar la naturaleza química de los aceros, partículas precipitadas o de segundas fases y de inclusiones no metálicas, las muestras se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM de la marca JEOL modelo JMS-7600) con detector EDS. La muestra se analizó desde el extremo hacia la superficie, determinando la naturaleza mediante análisis químicos puntuales en las zonas de interés y realizando mapeos químicos elementales de partículas precipitadas.

3.9.1.3 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) se utilizó para determinar la orientación específica de los granos deformados y recristalizados después del tratamiento termomecánico de laminación en caliente y ensayos de compresión uniaxial en caliente. Esta técnica fue utilizada mediante el mismo SEM de la marca JEOL modelo JMS-7600 con detector EBSD e flash HD. La preparación de las muestras consistió en una preparación metalográfica utilizando pastas de diamante de 9 hasta 0.5 micras y posteriormente aplicar un electropulido en un equipo de la marca STRUERS Lectropol-5 con una solución de ácido perclórico al 5% con un voltaje de 30 V durante 30-60 segundos.

3.9.2 Caracterización estructural

3.9.2.1 Difracción de rayos-X

La caracterización estructural se realizó mediante difracción de rayos-X en un difractómetro D8 Advance Brunker en un rango de barrido 2θ de 30 a 120° con incrementos de 0.02 y radiación de $\text{CuK}\alpha$. Los planos cristalográficos fueron identificados mediante indexación y comparación con otros autores en literatura, ya que actualmente no se cuenta con la base de datos para el sistema Fe-Mn-Al-C. La preparación de la muestra consistió solamente de un desbaste con lijas y posteriormente pulido con pasta de diamante de 9 μm . Posteriormente, se realizó la indexación de

los picos utilizando el software MAUD 2.9 con las tarjetas cristalográficas de cada una de las fases, como son: austenita γ código 1100132, ferrita α código 9008536 y fase kappa κ código 9010849.

3.9.2.2 Refinamiento Rietveld

El método de análisis que utiliza el software para realizar la determinación del porcentaje de fases a través de los picos de un difractograma es mediante la técnica de refinamiento Rietveld, el cual es un método que se utiliza para ajustar un modelo estructural teórico a los datos experimentales obtenidos de un difractograma de rayos-X, de neutrones o de electrones de una muestra policristalina [97]. En la Figura 3.15 se muestra un patrón de difracción procesado con el software MAUD 2.9 mediante el cual se realizó el refinamiento de los picos para determinar la cuantificación de las fases de acuerdo con las tarjetas cristalográficas de cada una de las fases, como son: austenita γ (color verde) código 1100132, ferrita α (color azul) código 9008536 y fase kappa (κ) (color rosa) código 9010849. Una vez ajustado el modelo teórico respecto a los datos experimentales (difractogramas) se obtuvieron los valores de los porcentajes de cada una de las fases presentes.

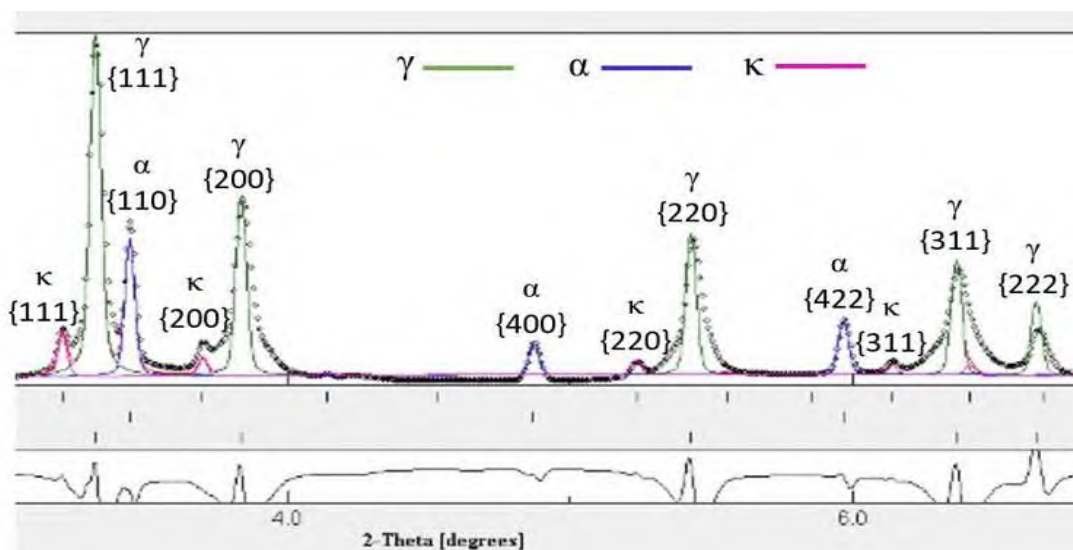


Figura 3.15 Refinamiento Rietveld de los difractogramas del acero bajo estudio durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas mediante el software MAUD 2.9.

3.9.3 Caracterización mecánica

3.9.3.1 Ensayos de microdureza Vickers (HV)

Los ensayos de microdureza Vickers (HV) se realizaron en un microdurómetro Wilson Hardness Tukon 1102. Se aplicaron distintas fuerzas para determinar la dureza en diferentes zonas dependiendo de la microestructura, además de la determinación de los valores de dureza del material en general. Se realizaron 20 indentaciones con separaciones mínimas de 1.5 veces la longitud diagonal de la huella desde el centro hasta la superficie de cada una de las muestras obteniendo así el promedio de los valores de dureza obtenidos de acuerdo con los criterios estipulados por la norma ASTM E384 [98].

3.9.3.2 Ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente empleando probetas planas, las cuales fueron fabricadas mediante electroerosión por hilo (WEDM). En la Figura 3.16 se presenta un esquema con las dimensiones de las probetas utilizadas. Las probetas fueron sometidas a tratamientos térmicos de envejecimiento a 450 °C para los aceros dúplex y a 550 °C para los aceros austeníticos durante un tiempo de 2.5 h de permanencia, con el objetivo de promover precipitación controlada de carburos- κ . El ciclo térmico se muestra en la Figura 3.17. A partir de esta información se determinaron las curvas esfuerzo-deformación ingenieriles.

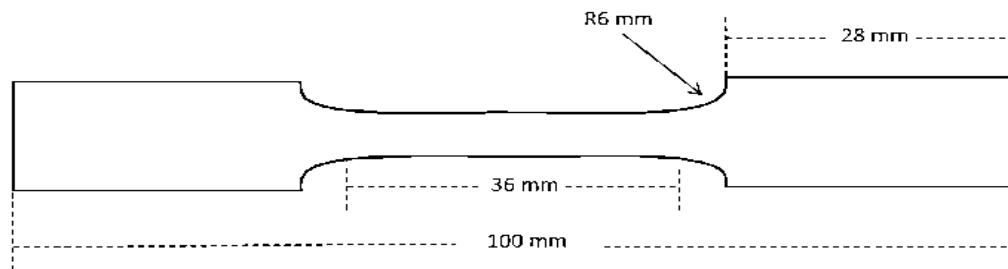


Figura 3.16 Dimensiones de las probetas planas para los ensayos de tracción uniaxial.

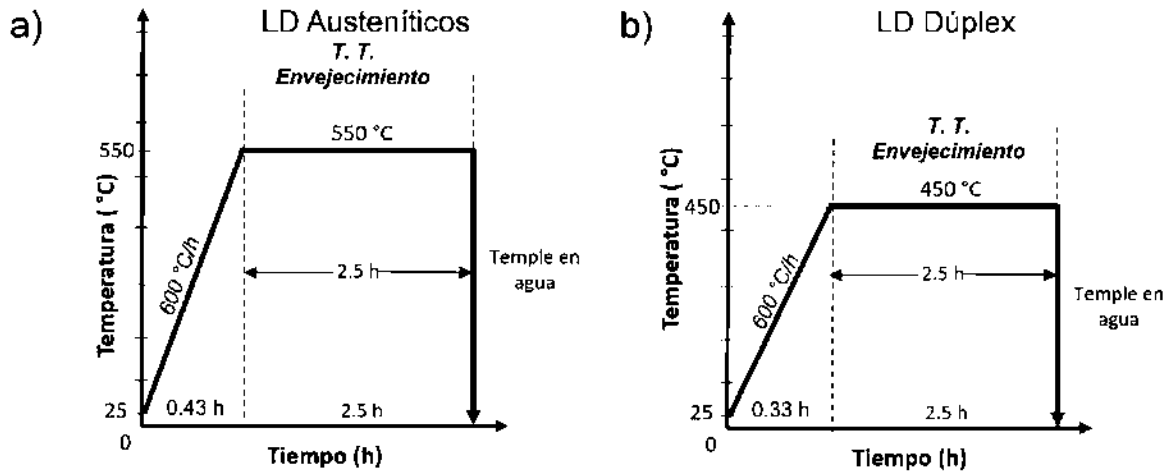


Figura 3.17 Ciclos de los tratamientos térmicos de envejecimiento de los aceros avanzados LD.
a) Ciclo correspondiente a los aceros LD austeníticos; b) ciclo correspondiente a los aceros LD dúplex.

En la Figura 3.18 se muestra el equipo empleado para la realización de dichos ensayos, la cual corresponde a una máquina universal de ensayos mecánicos INSTRON 4507, ubicada en la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Barcelona, España. Los ensayos de tracción uniaxial se llevaron a cabo utilizando una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.08 mm/s y una longitud calibrada de 25 mm. A partir de estos ensayos se obtuvieron las curvas esfuerzo-deformación ingenieril de los aceros avanzados LD en condición de solubilizado y envejecimiento. Los valores de alargamiento se determinaron mediante un sistema óptico de adquisición de datos, controlado por el software del propio equipo. Para ello, las probetas se recubrieron previamente con una capa de pintura blanca, sobre la cual se aplicaron pequeñas marcas aleatorias de pintura negra, permitiendo así el seguimiento del desplazamiento mediante galgas digitales virtuales y facilitando la medición precisa de la deformación durante el ensayo.

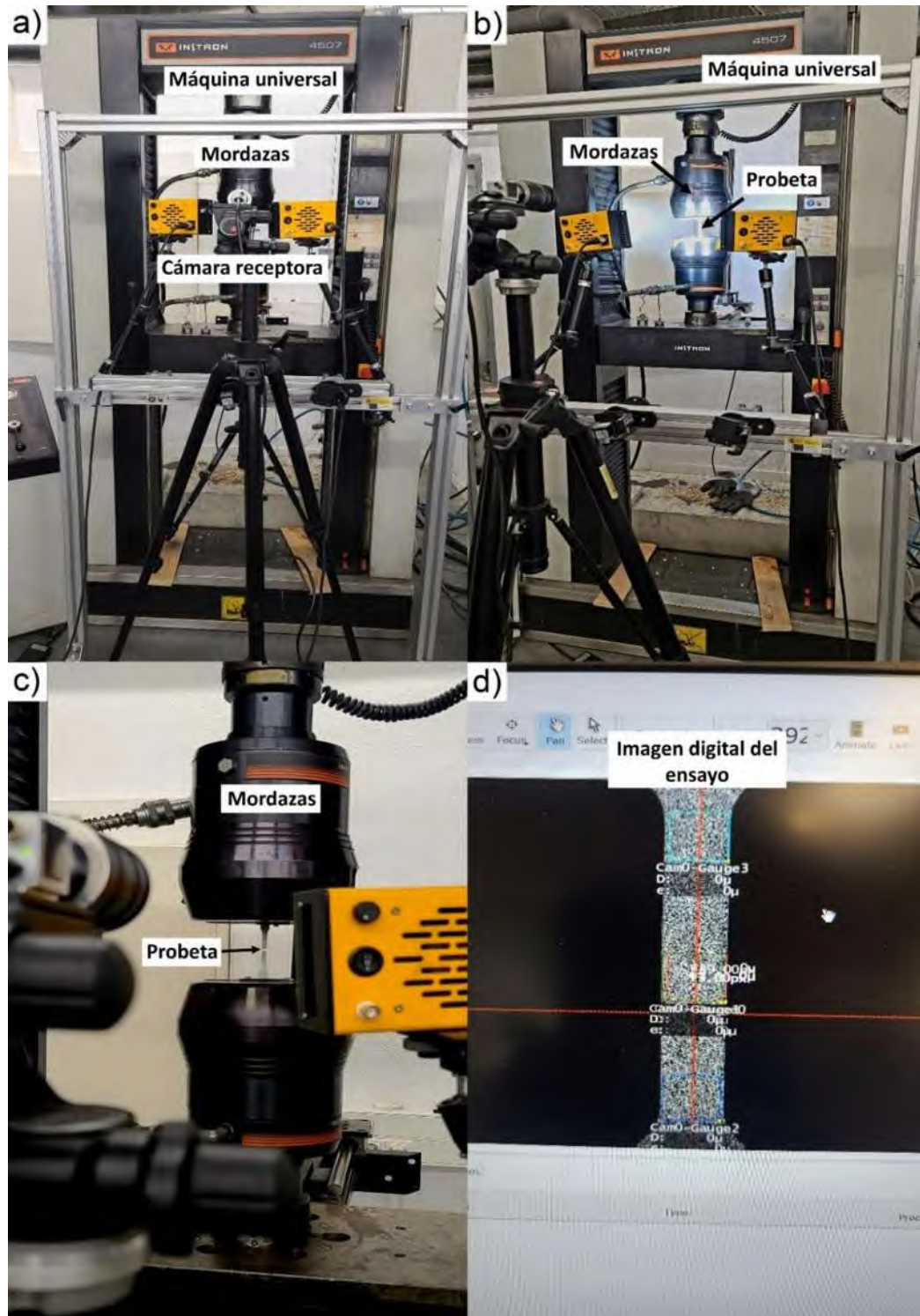


Figura 3.18 Máquina universal de ensayos mecánicos Instron 4507, utilizada para los ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente en los aceros LD. a) Vista general de la máquina universal de ensayos mecánicos, b) vista general del sistema de ensayo con la probeta montada entre las mordazas, c) acercamiento de las mordazas y la probeta durante el ensayo, y d) imagen digital del ensayo obtenida mediante la cámara de adquisición.

CAPITULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Análisis de composición química

Los resultados del análisis químico mediante espectroscopía de emisión óptica por chispa y EDS se muestran en la Tabla 4.1, en la cual se observa una pequeña variación en el contenido de Mn en los aceros austeníticos. Por otro lado, en los aceros dúplex se observa la composición bastante similar entre sí; así como la presencia del elemento microaleante V en los aceros LD-A-V y LD-D-V.

Tabla 4.1 Composición química real de los aceros avanzados LD obtenidos mediante espectroscopía de emisión óptica por chispa y EDS (% en masa).

Acero LD:	Fe	Mn	Al	C	V
Fe-30Mn-8Al-REF	Bal.	29.3	7.5	0.99	-
Fe-30Mn-8Al-0.2V	Bal.	27.6	7.2	0.98	0.21
Fe-12Mn-8Al-REF	Bal.	12.3	7.9	0.99	-
Fe-12Mn-8Al-0.2V	Bal.	12.2	7.9	0.99	0.22

4.2 Modelación de curvas de fluencia plástica en caliente

En la Figura 4.1 se pueden observar las curvas experimentales de fluencia en caliente, obtenidas a partir de los ensayos de compresión uniaxial, los cuales fueron realizados en los aceros avanzados LD austeníticos. En estas curvas se muestra la influencia de la temperatura y la velocidad de deformación en el comportamiento del material. A temperaturas más bajas (700 y 800 °C) y mayores velocidades de deformación (0.1 y 0.01 s⁻¹) se registran niveles de esfuerzo más elevados, lo cual indica una mayor resistencia a la deformación. Por el contrario, a temperaturas más elevadas (900 y 1000 °C) y menores velocidades de deformación (0.001 y 0.0005 s⁻¹), los niveles de esfuerzo disminuyen de forma considerable, facilitando la deformación. Este comportamiento es característico de la interacción entre los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento presentes en el material. El endurecimiento es, en gran medida, un proceso atómico, independiente del tiempo y la temperatura, mientras que los mecanismos de ablandamiento, como la recristalización dinámica y la recuperación dinámica, están impulsados por la difusión atómica, lo que los hace

dependientes del tiempo [95]. Este equilibrio entre ambos fenómenos explica las variaciones observadas en los niveles de esfuerzo bajo diferentes condiciones de temperatura y velocidad de deformación, y resulta consistente con lo reportado en la literatura [99-100].

Por otro lado, el efecto del V como elemento microaleante se refleja en la respuesta mecánica de los aceros, mostrando una dependencia con la temperatura y la velocidad de deformación. A 700 °C y altas velocidades de deformación (0.1 y 0.01 s⁻¹), el acero microaleado presenta valores de esfuerzo inferiores en comparación con el acero de referencia. Este comportamiento sugiere que, bajo estas condiciones, el tiempo disponible para la activación de mecanismos de endurecimiento asociados al V es limitado, favoreciendo una respuesta dominada por mecanismos de ablandamiento. Sin embargo, a la misma temperatura, pero a bajas velocidades de deformación (0.001 y 0.0005 s⁻¹), se observa un incremento en los valores de esfuerzo para el acero microaleado respecto al de referencia. Este cambio en la tendencia puede atribuirse al mayor tiempo efectivo de deformación, el cual favorece la precipitación de carburos de vanadio (VC), que actúan como obstáculos al movimiento de dislocaciones, incrementando la resistencia del material. Este comportamiento evidencia que el efecto del V no es inmediato, sino dependiente de la cinética de precipitación durante la deformación en caliente. Por lo que el acero microaleado con V introduce un mecanismo adicional de endurecimiento dependiente del tiempo, que se vuelve relevante a bajas velocidades de deformación, mientras que a altas velocidades su efecto es limitado debido a la insuficiente evolución microestructural durante el proceso.

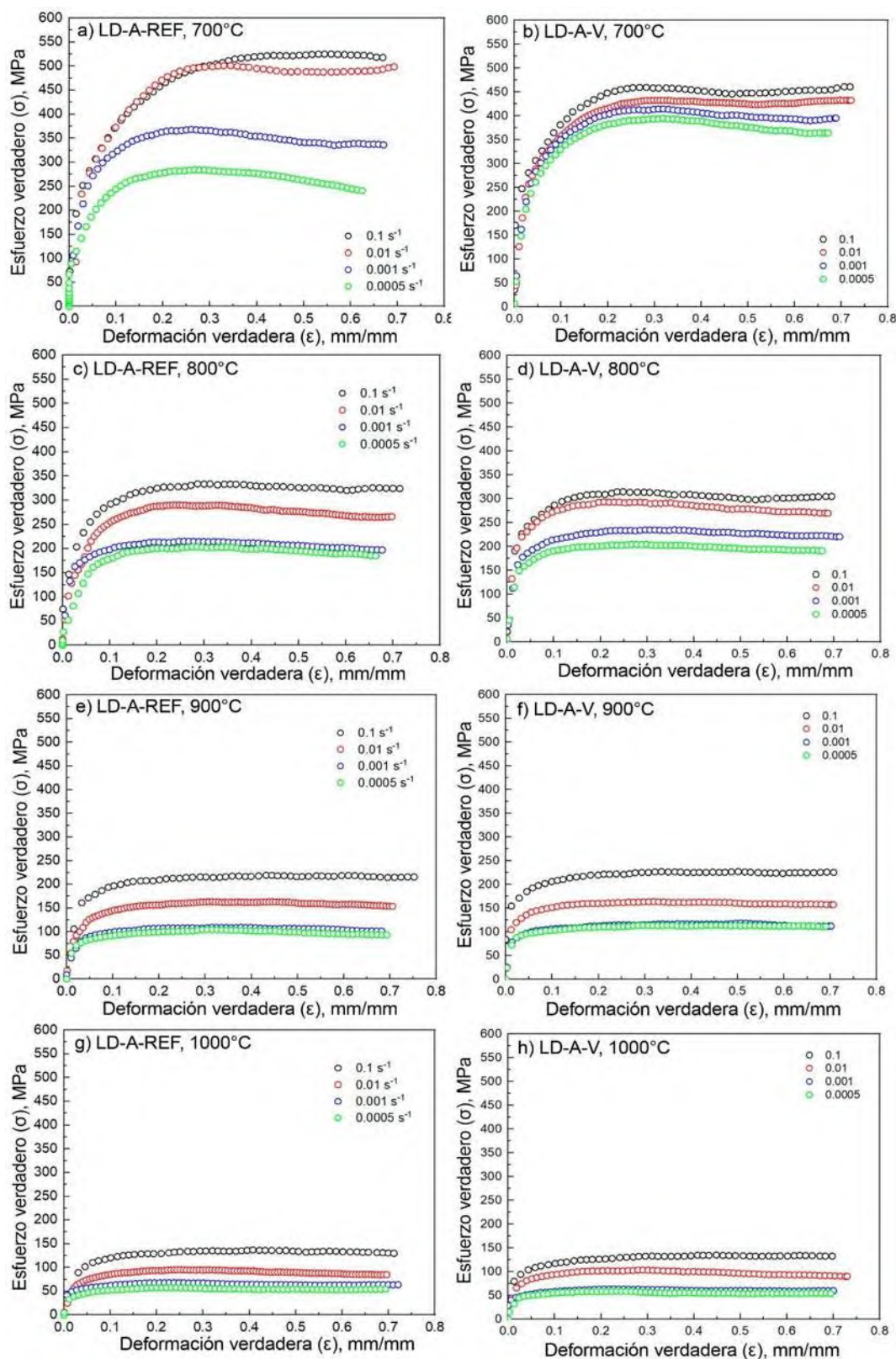


Figura 4.1 Curvas de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-A-REF y LD-A-V a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. a), c), e) y g) LD-A-REF; b) d) f) y h) LD-A-V.

Por otro lado, en la Figura 4.2 se muestran las curvas esfuerzo-deformación verdaderas de los aceros avanzados LD dúplex, en la cual se puede observar un comportamiento similar al de los aceros austeníticos, donde a bajas temperaturas (700 y 800 °C) y altas velocidades de deformación (0.1 y 0.01 s⁻¹) se presentan valores de esfuerzo elevados y a altas temperaturas (900 y 1000 °C) y bajas velocidades de deformación (0.001 y 0.0005 s⁻¹) valores de esfuerzos bajos. Sin embargo, en estos aceros se presenta un comportamiento diferente, donde la temperatura de 700 °C y a velocidades de deformación de 0.001 y 0.0005 s⁻¹ (Figuras 4.2a y b) se presentan caídas fuertes en el esfuerzo después de alcanzar el esfuerzo pico. Desde un punto de vista microestructural, esto puede atribuirse directamente a transformaciones de fase durante estas condiciones de deformación, específicamente la descomposición de la austenita en ferrita y carburos- κ ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$), ya que esta transformación induce un ablandamiento adicional asociado tanto a la formación de fases más blandas como a la redistribución de elementos de aleación, lo cual no es considerado en el modelo empleado [7, 101].

Asimismo, en los aceros dúplex se observa un comportamiento similar del efecto del elemento microaleante V, respecto a los aceros austeníticos. En este sistema, el acero microaleado presenta valores de esfuerzo más elevados respecto al acero de referencia, incluso a altas velocidades de deformación. Este incremento en el esfuerzo sugiere que el efecto del V en aceros dúplex no depende del tiempo de deformación, sino que está también influenciado por la estabilidad microestructural del sistema bifásico. La presencia de ferrita y austenita, junto con la posible formación de carburos ricos en V, puede generar un efecto combinado de endurecimiento por solución sólida, precipitación, lo que incrementa la resistencia. Adicionalmente, el V puede contribuir a la modificación de la cinética de transformación de fases, retrasando procesos como la descomposición de la austenita ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$), lo que favorece la conservación de fases con mayor resistencia mecánica durante la deformación [82, 117]. Este efecto resulta en una respuesta más resistente del material, incluso en condiciones donde típicamente se esperaría un ablandamiento más pronunciado.

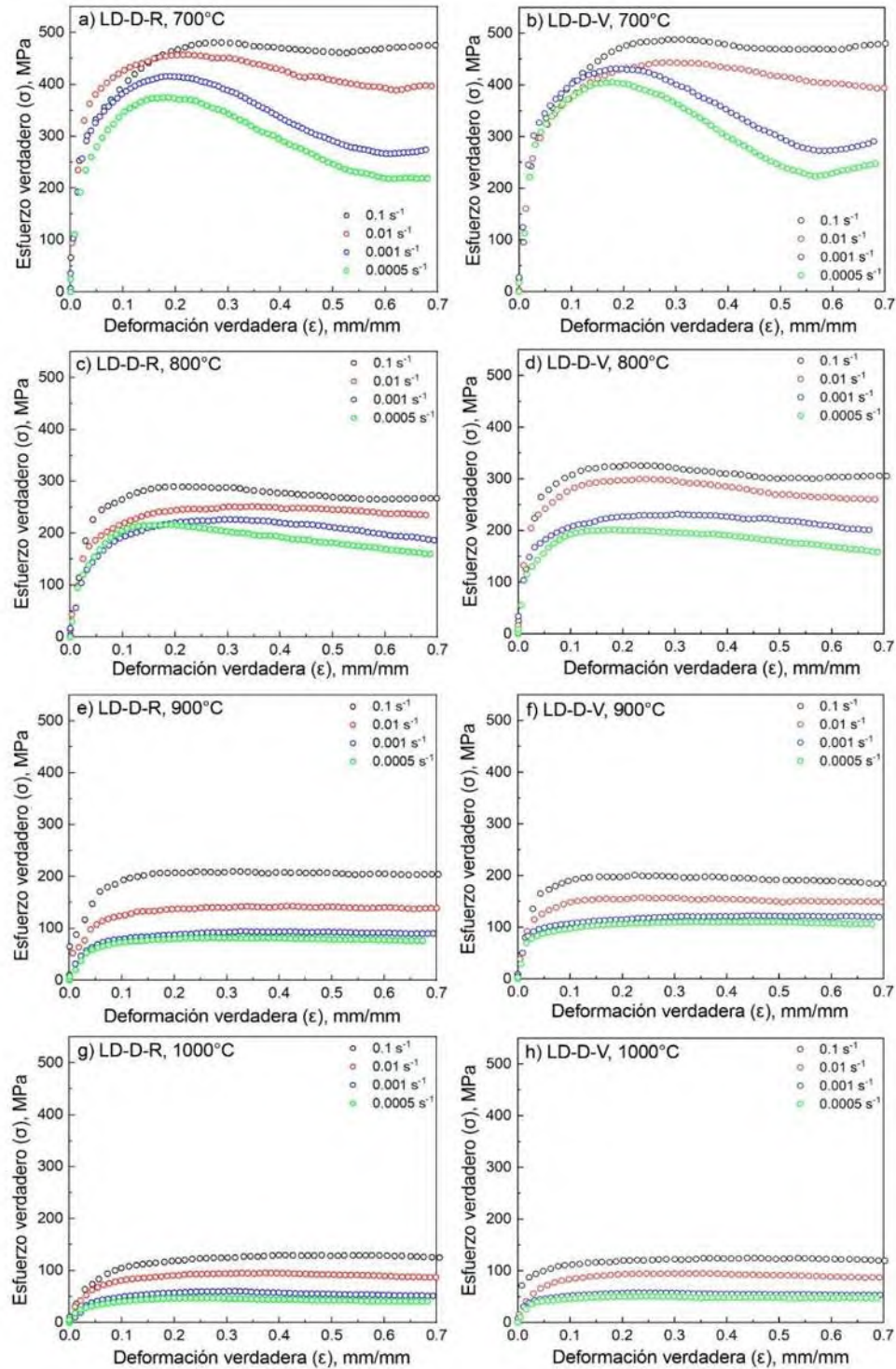


Figura 4.2 Curvas de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-D-REF y LD-D-V a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. a), c), e) y g) LD-D-REF; b) d) f) y h) LD-D-V.

En la Tabla 4.2 se muestra en resumen los valores de los parámetros de modelación de las ecuaciones constitutivas correspondientes a las diferentes etapas de fluencia en caliente de los aceros LD bajo estudio, los cuales fueron empleados para calcular las curvas esfuerzo-deformación a distintas temperaturas y velocidades de deformación.

Tabla 4.2 Valores de los parámetros de cada etapa de modelación de las curvas de fluencia plástica en caliente.

Etapas de fluencia en caliente:	Ecuación de modelación:	Parámetro:	LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V
I. Endurecimiento y ablandamiento	Ablandamiento (Ω) $\Omega = K_{\Omega} * Z^{m_{\Omega}}$	K_{Ω}	146.6	110.56	6.1	28.8
		m_{Ω}	-0.084	-0.62	0.03	-0.02
	Endurecimiento (U) $U(\alpha' b)^2 = K_U * Z^{m_U}$	K_U	3.58E-08	4.05E-08	7.80x10 ⁻¹⁰	5.30x10 ⁻⁹
		m_U	0.27	0.25	0.4	0.3
	Esfuerzo pico (σ_p) $\sigma_p = K_{\sigma_p} * Z^{m_{\sigma_p}}$	K_{σ_p}	2.52	0.15	2	2.32
		m_{σ_p}	0.16	0.01	0.17	0.16
	Deformación pico (ε_p) $\varepsilon_p = K_{\varepsilon_p} * Z^{m_{\varepsilon_p}}$	K_{ε_p}	0.16	1.1	0.5	0.5
		m_{ε_p}	0.02	-0.01	-0.2	-0.2
II. Recristalización dinámica	Exponente de Avrami (n) $n = K_n + m_n * \log Z$	K_n	2.99	0.02	0.91	0.19
		m_n	-0.71	-1.44	0.04	0.07
III. Esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable	Esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable (σ_p, σ_{ss}) $\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)}\right) = A_p * \sinh\left(\alpha_p * \frac{\sigma_p}{E(T)}\right)^{1/5}$ $\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)}\right) = A_{ss} * \sinh\left(\alpha_{ss} * \frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)^{1/5}$	A_p	1547.48	1433.15	1164.14	872.04
		α_p	572.65	633.85	683.65	757.32
		A_{ss}	1938.33	1353.18	1749.45	1774.87
		α_{ss}	527.27	680.25	651.39	615.93

Los parámetros obtenidos a partir de la modelación muestran diferencias claras en los mecanismos de endurecimiento, ablandamiento y recrystalización dinámica de los aceros LD austeníticos y dúplex, así como el efecto del V como elemento microaleante. En la etapa de endurecimiento y ablandamiento, los valores de K_D y m_D indican que los aceros austeníticos presentan una mayor contribución de mecanismos de ablandamiento dependientes de la temperatura y la velocidad de deformación, lo cual se atribuye a la mayor movilidad de dislocaciones en la matriz austenítica. En contraste, los aceros LD dúplex exhiben valores significativamente menores de K_D , lo que sugiere una menor sensibilidad al ablandamiento, atribuida a la presencia de ferrita, la cual introduce heterogeneidad microestructural y limita la recuperación dinámica. En términos de endurecimiento, los parámetros K_U y m_U muestran que los aceros dúplex presentan una mayor capacidad de endurecimiento, particularmente el acero LD-D-REF, esto puede asociarse a la interacción entre fases γ/α y la acumulación de dislocaciones en interfaces, mientras que en los aceros austeníticos este efecto es más moderado. Por otro lado, el acero LD-A-V presenta una ligera disminución en los parámetros de endurecimiento, lo que sugiere que la formación de precipitados VC contribuyen a estabilizar la microestructura y modificar la evolución del endurecimiento. Respecto a los parámetros σ_p y ε_p , muestran que los aceros austeníticos requieren mayores niveles de deformación para alcanzar el esfuerzo máximo, particularmente en el caso del acero LD-A-V, lo que indica un retraso en la activación de mecanismos de ablandamiento como la recrystalización dinámica. En los aceros dúplex, los valores más bajos de ε_p reflejan una activación más temprana de estos mecanismos, favorecida por la presencia de ferrita y mayores coeficientes de difusión. En la etapa de recrystalización dinámica, los parámetros de Avrami (K_n y m_n) revelan una cinética distinta entre ambos sistemas. El acero LD-A-REF presenta valores más altos de K_n , indicando una recrystalización más activa, mientras que la adición de V en el acero LD-A-V reduce notablemente este parámetro, evidenciando un efecto retardante sobre la cinética de recrystalización. En los aceros dúplex, los valores intermedios de estos parámetros sugieren un comportamiento controlado por la interacción de fases y la difusión acelerada en ferrita.

Finalmente, los parámetros asociados al modelo hiperbólico A y α muestran que los aceros austeníticos presentan mayores valores de A_p y A_{ss} , lo que indica una mayor resistencia a la deformación bajo condiciones similares, mientras que los aceros dúplex presentan valores más bajos, los cuales son coherentes con una activación más eficiente de mecanismos de ablandamiento.

Por otro lado, la variación del parámetro α entre los aceros LD austeníticos y dúplex, lo que sugiere diferencias en el esfuerzo a medida que avanza la deformación, siendo mayor en los aceros microaleados, lo que confirma el efecto del microaleante V en la modificación de la respuesta mecánica.

En la Figura 4.3 se presentan las curvas de fluencia en caliente experimentales (líneas punteadas) y las curvas calculadas a partir de los parámetros de modelación (líneas continuas), obtenidas mediante las ecuaciones constitutivas para las tres etapas de fluencia en caliente de los aceros LD austeníticos. En general, ambas muestran una buena concordancia, lo que respalda la confiabilidad de los modelos usados bajo la mayoría de las condiciones. Sin embargo, se observan algunas desviaciones, particularmente a bajas temperaturas (700 y 800 °C), tanto en el acero de referencia como en el microaleado.

Es importante señalar que los modelos matemáticos utilizados en este estudio fueron desarrollados para predecir el comportamiento de fluencia en caliente de materiales monofásicos con un mínimo de impurezas, y no como partículas precipitadas, segundas fases o microestructuras heterogéneas, entre otras [105]. Sin embargo, en los aceros de baja densidad analizados no se cumplen estas condiciones ideales por completo, particularmente a bajas temperaturas, donde se observó la presencia de carburos- κ . Dichos carburos contribuyen de manera significativa al endurecimiento adicional, especialmente en condiciones de baja temperatura (700 °C) y bajas velocidades de deformación (0.001 s^{-1} y 0.0005 s^{-1}), esta es una condición no considerada en el modelo actual. Este comportamiento puede atribuirse a la precipitación dinámica de los carburos- κ durante la deformación. A mayores velocidades de deformación (0.1 s^{-1} y 0.01 s^{-1}), la deformación ocurre demasiado rápido para que se lleve a cabo la precipitación de esta segunda fase precipitada, resultando en la ausencia de endurecimiento adicional en el material. Por lo contrario, a menores velocidades de deformación, el tiempo es suficiente para que los carburos- κ precipiten, generando el incremento de endurecimiento observado. En consecuencia, los datos experimentales no se ajustan con la misma precisión que a altas temperaturas, donde los carburos- κ se disuelven con mayor facilidad y el modelo ajusta mejor.

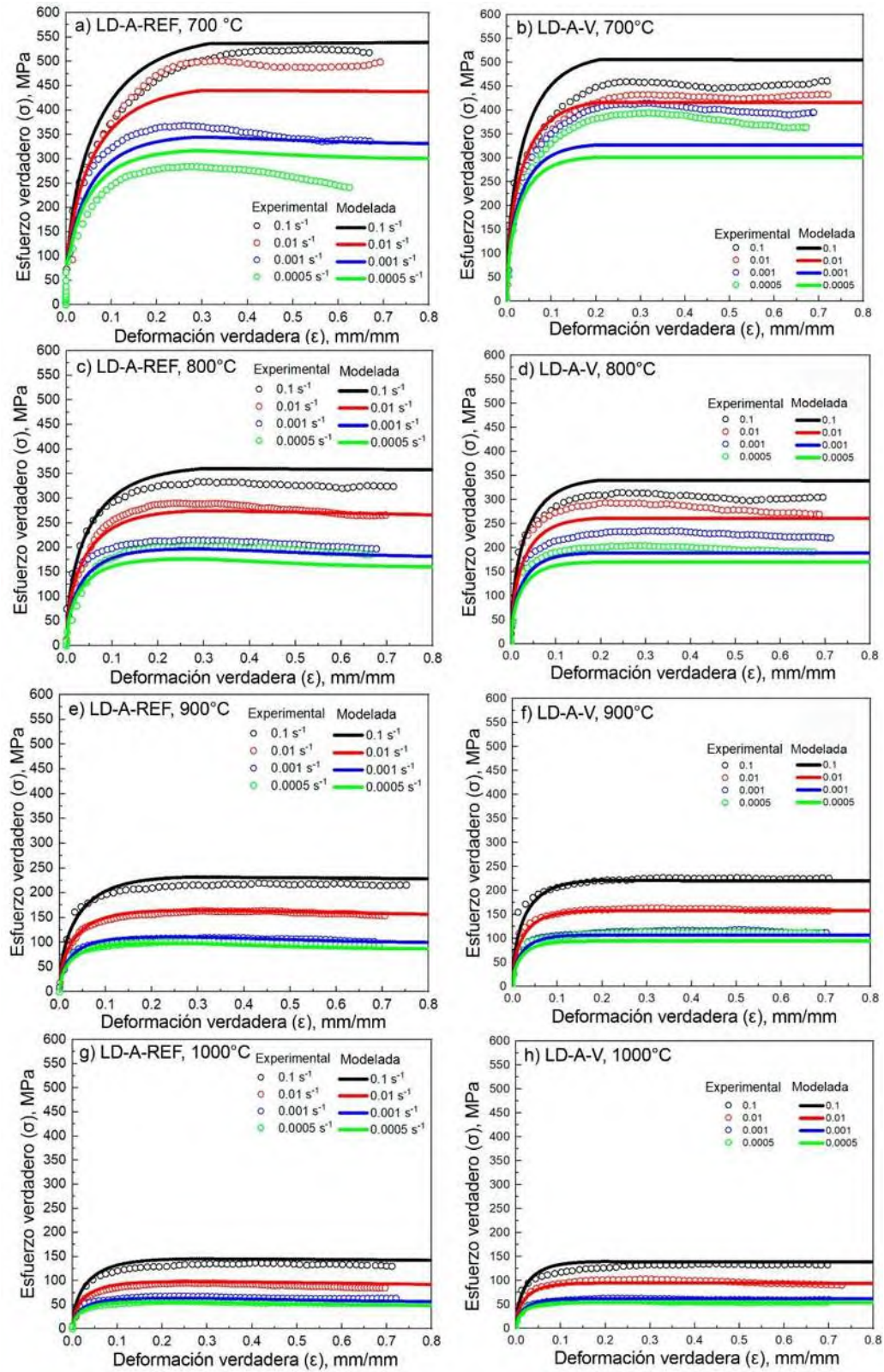


Figura 4.3 Comparativa de las curvas esfuerzo-deformación verdaderas experimentales y calculadas de los aceros LD austeníticos.

Por otro lado, en la Figura 4.4 se muestra la comparativa de las curvas de fluencia en caliente experimentales con respecto a las calculadas, obtenidas a partir de los parámetros de modelización de los aceros dúplex. En general, se observa un buen nivel de concordancia entre los resultados experimentales y los calculados, lo que indica que el modelo reproduce adecuadamente la tendencia general del comportamiento mecánico bajo diferentes condiciones de deformación. Sin embargo, en comparación con los aceros LD austeníticos, el ajuste presenta una menor precisión, particularmente en las condiciones de 700 °C y bajas velocidades de deformación (0.001 y 0.0005 s⁻¹), donde se observa una fuerte caída del esfuerzo durante la deformación. Este comportamiento afecta directamente los resultados obtenidos por el modelo constitutivo, lo que genera desviaciones más evidentes entre las curvas experimentales y las calculadas. En contraste, a temperaturas más elevadas (900 y 1000 °C), se observa una mejora significativa en el ajuste entre las curvas experimentales y calculadas. Este comportamiento sugiere que, bajo estas condiciones, el material presenta una respuesta diferente en comparación con la condición a bajas temperaturas, es decir, un comportamiento monofásico con menor influencia a las transformaciones de fase o a fenómenos de precipitación. En general los resultados indican que, el modelo constitutivo basado en la ecuación de seno hiperbólico es adecuado para describir la fluencia en caliente en condiciones donde predominan mecanismos homogéneos de deformación, aunque su capacidad predictiva se ve limitada en sistemas dúplex donde ocurren transformaciones de fase y precipitación de segundas fases durante la deformación.

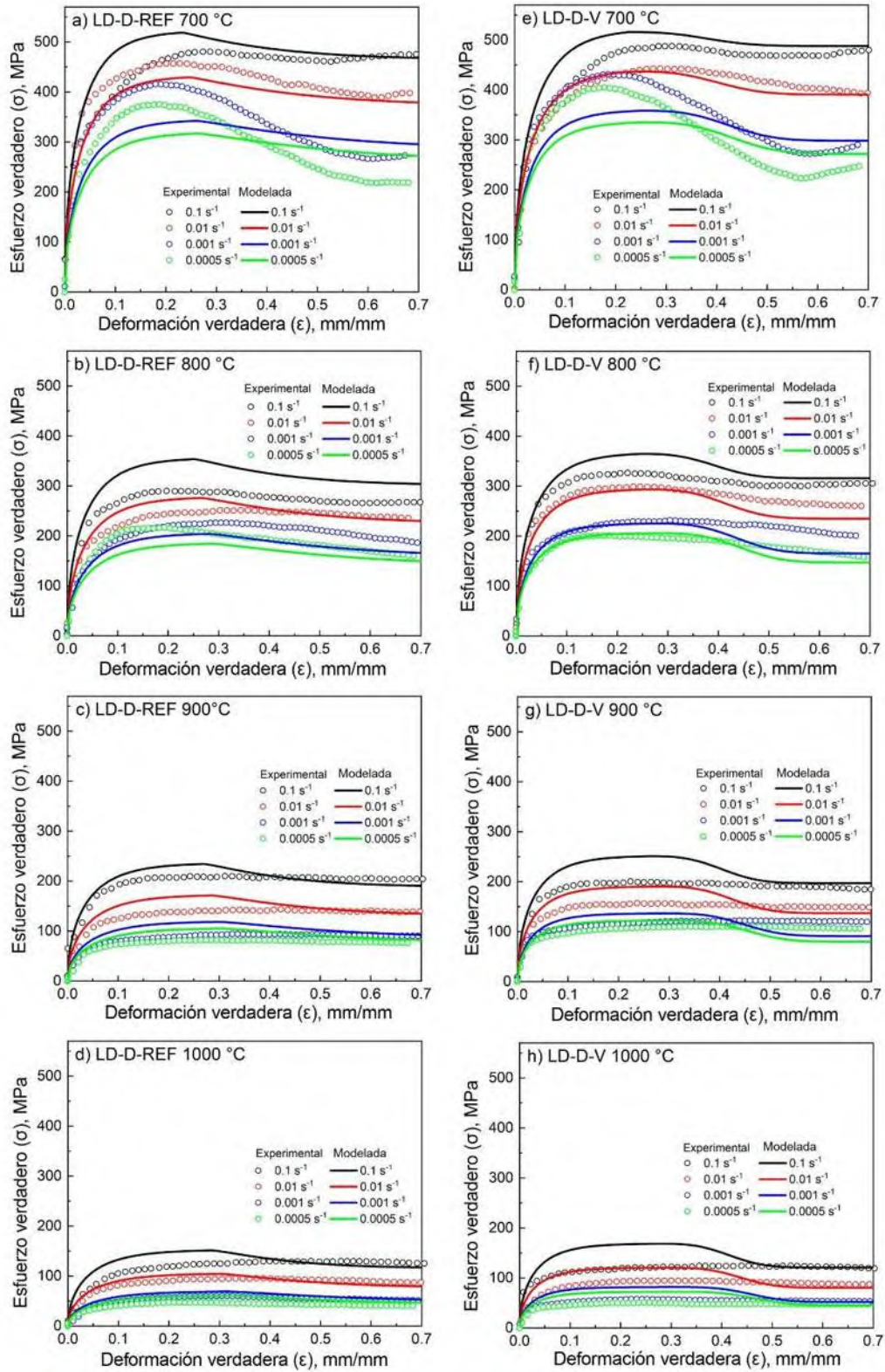


Figura 4.4 Comparativa de las curvas esfuerzo-deformación verdaderas experimentales y calculadas de los aceros LD dúplex.

En la Figuras 4.5 se muestran las micrografías obtenidas mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD austeníticos y dúplex a 700 °C y 1000 °C, ambas condiciones a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, las cuales no muestran orientaciones cristalográficas preferenciales. Se observa una clara diferencia microestructural entre ambas temperaturas. A 700 °C, la microestructura presenta granos deformados de mayor tamaño, con un promedio de aproximadamente 50 μm , mientras que a 1000 °C se presenta un notable refinamiento de grano, con un tamaño promedio de 35 μm . Este refinamiento en el tamaño de grano se atribuye a la activación de la recrystalización dinámica, la cual desempeña un papel fundamental en la restauración de la microestructura durante la deformación en caliente.

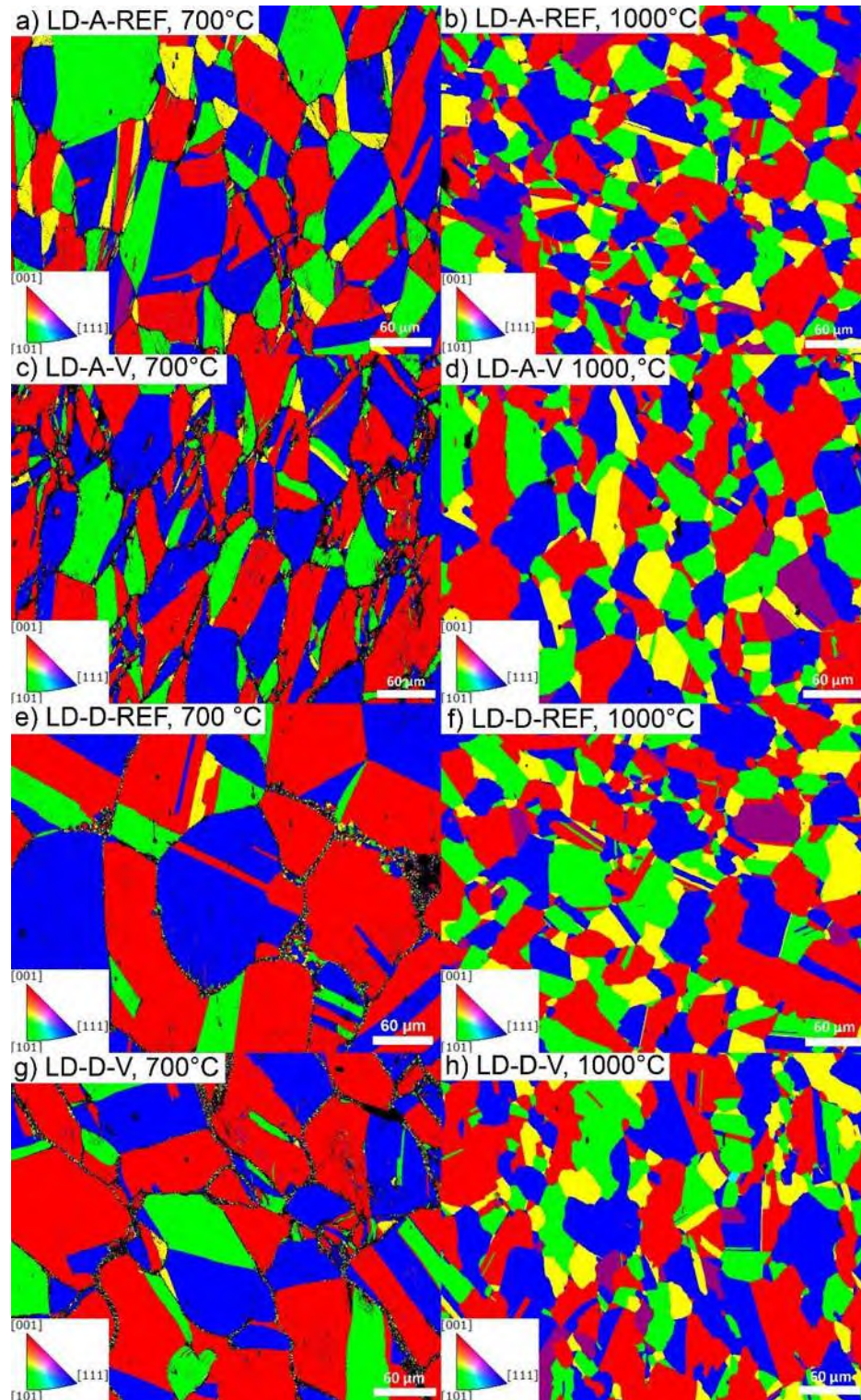


Figura 4.5 Mapas de granos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD deformados a 700 °C y 1000 °C (izquierda y derecha), respectivamente, con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. a), b) LD-A-REF; c), d) LD-A-V; e), f) LD-D-REF; g), h) LD-D-V.

En la Figura 4.6 se muestran las micrografías obtenidas mediante EBSD de los mapas de desorientación promedio de Kernel (KAM) de los aceros LD austeníticos y dúplex los cuales se presentan con el objetivo de evaluar cualitativamente la desorientación local y la deformación intragranular así como la densidad de dislocaciones. Las regiones en azul oscuro corresponden a valores bajos de desorientación promedio de Kernel, mientras que las zonas en verde claro indican mayores desorientaciones locales, producto de la acumulación de deformación plástica. En el mapa KAM de las muestras deformadas a 700 °C, se observa la presencia de redes localizadas de alta desorientación dentro de los granos por la distribución heterogénea de zonas en tonos verdes cercanas a los límites de grano y a lo largo de bandas internas. Este comportamiento indica una alta densidad de dislocaciones y una deformación intragranular significativa, lo cual es consistente con un régimen donde predominan mecanismos de endurecimiento por deformación y una recrystalización dinámica limitada. En contraste, a 1000 °C, los mapas KAM muestran una distribución más homogénea, dominada por bajos valores de desorientación (tonos azules), lo que indica una reducción considerable en la densidad de dislocaciones. Este comportamiento puede atribuirse a una mayor activación de mecanismos de restauración y recrystalización dinámica, que favorecen la formación de nuevos granos con baja densidad de defectos, particularmente a partir de los límites de grano previamente deformados. Por otro lado, aparentemente se observa que el V tiene un efecto sobre la desorientación local a 1000 °C, ya que se observan menor acumulación de redes de desorientación en los aceros microaleados respecto a los de referencia.

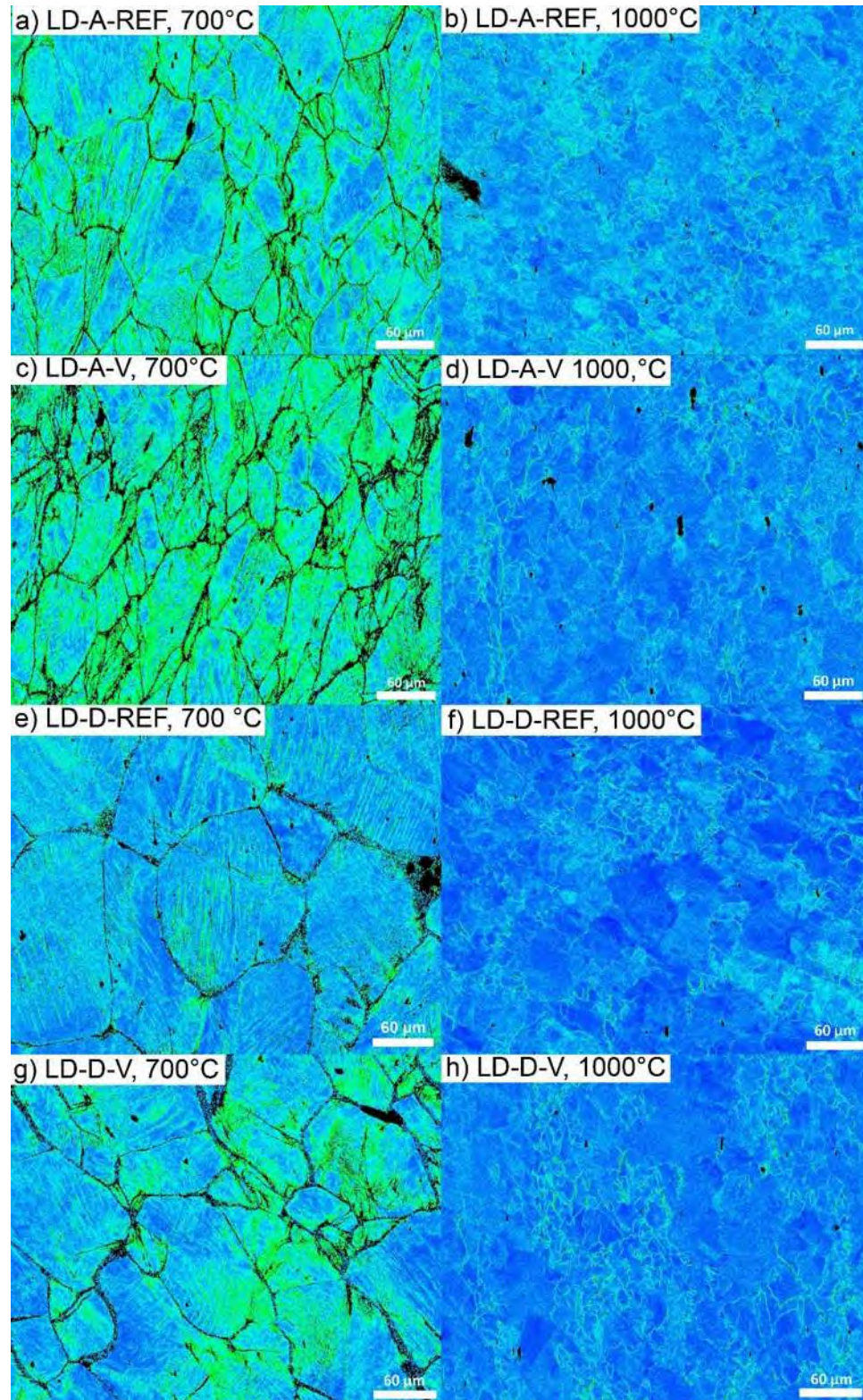


Figura 4.6 Mapas de Kernel de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD deformados a 700 °C y 1000 °C (izquierda y derecha), respectivamente, con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. a), b) LD-A-REF; c), d) LD-A-V; e), f) LD-D-REF; g), h) LD-D-V.

Por otra parte, los mapas de fases presentados en la Figura 4.7 permiten visualizar de manera clara la distribución de las fases presentes en los aceros estudiados, identificándose la austenita en color rojo, la ferrita en verde y los carburos- κ en azul. Estos resultados confirman que a 700 °C, la microestructura se caracteriza por la coexistencia de diferentes fases. En los aceros austeníticos, se observa principalmente una matriz de austenita con la presencia de carburos- κ finamente distribuidos, lo cual indica que en estas condiciones, ocurre precipitación intragranular sin evidencia de ferrita. En contraste, en los aceros dúplex, además de la austenita y los carburos- κ , se identifica claramente la presencia de ferrita, formando una microestructura más compleja, asociada a la descomposición de la austenita ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$).

Por otro lado, a 1000 °C no se observa la presencia de fases secundarias en ningún acero, predominando una microestructura completamente austenítica. Este comportamiento indica que a esta temperatura, la austenita es completamente estable y que los procesos de precipitación y transformación de fase no tienen lugar. Esta diferencia microestructural tiene una implicación directa en la respuesta mecánica observada. A 700 °C, la presencia de fases secundarias, como ferrita y carburos- κ , induce mecanismos adicionales de ablandamiento o endurecimiento durante la deformación. En contraste, a 1000 °C, la ausencia de estas fases conduce a un comportamiento más homogéneo y estable en las curvas esfuerzo-deformación, más acorde con un comportamiento por mecanismos de deformación de una sola fase.

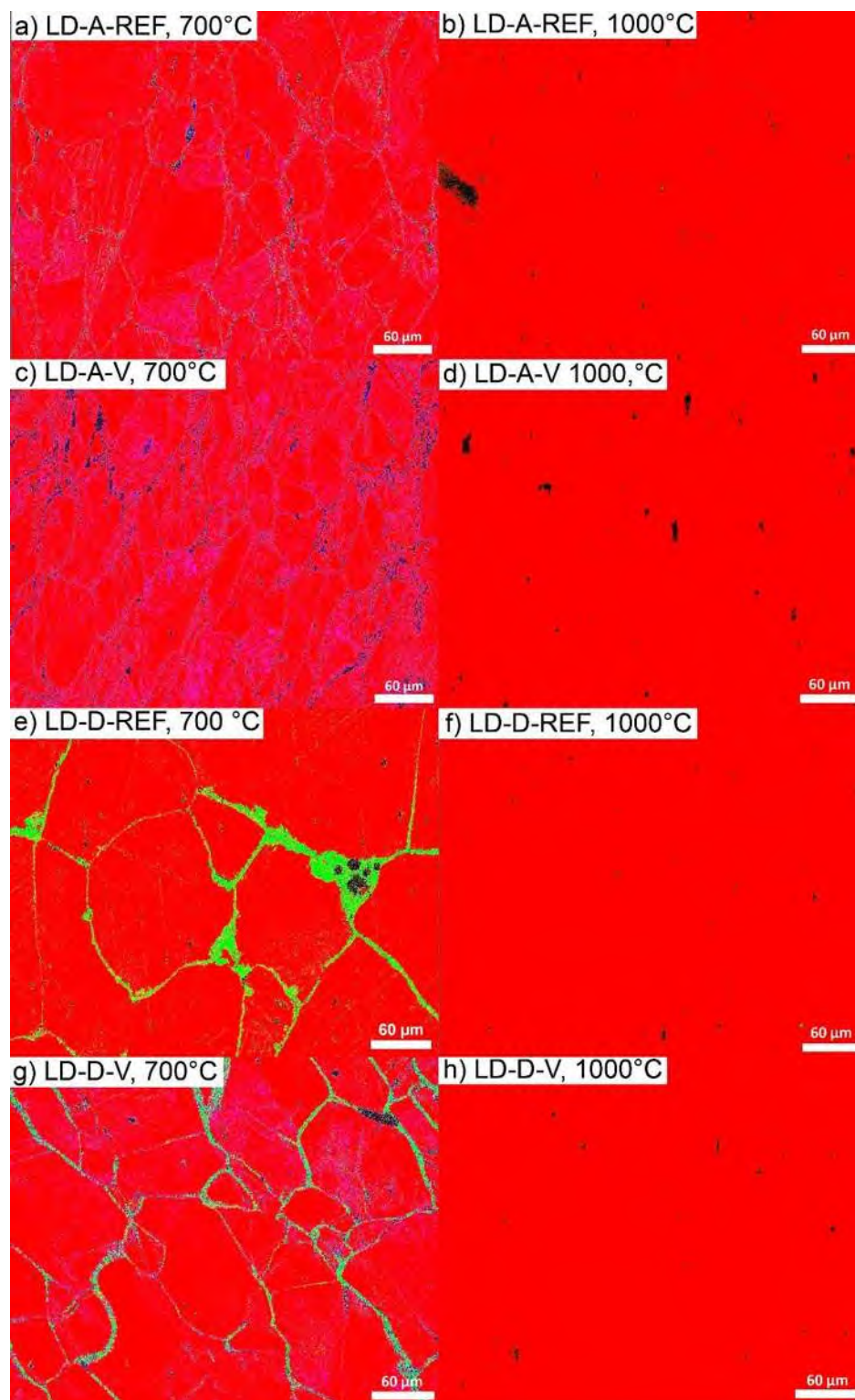


Figura 4.7 Mapas de fases de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de los aceros LD deformados a 700 °C y 1000 °C (izquierda y derecha), respectivamente, con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. a), b) LD-A-REF; c), d) LD-A-V; e), f) LD-D-REF; g), h) LD-D-V.

Es importante señalar que en todas las micrografías de fases de los aceros deformados a 700 °C se muestra con claridad la presencia de carburos- κ a 700 °C, la cual evidencia una cinética de precipitación de tipo espinodal acelerada de dichos carburos a esta temperatura. Por otro lado, a 1000 °C los carburos- κ no se encuentran presentes debido a su disolución (Figuras 4.8 y 4.9), lo cual es corroborado por las predicciones teóricas obtenidas mediante el software JMatPro (Figuras 4.8 y 4.9). En dichas predicciones se observa que los carburos- κ se disuelven aproximadamente a temperaturas mayores a 720 °C, por lo que a 1000 °C es evidente que ya no se encuentren presentes en la microestructura.

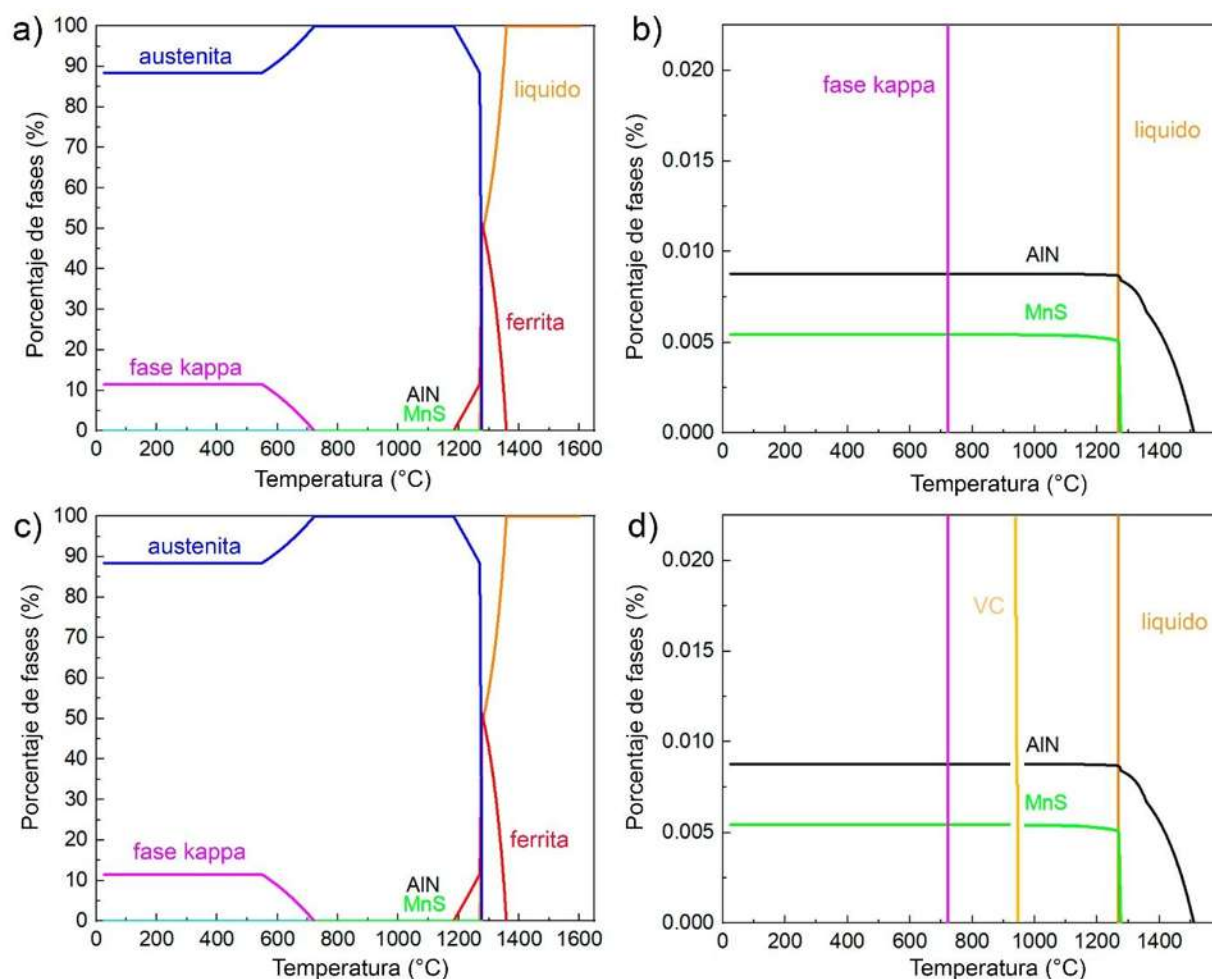


Figura 4.8 Diagramas de fases en equilibrio de los aceros austeníticos bajo estudio calculados mediante el software JMatPro® 9.1.2. a), b) Acero LD-A-REF y c), d) Acero LD-A-V.

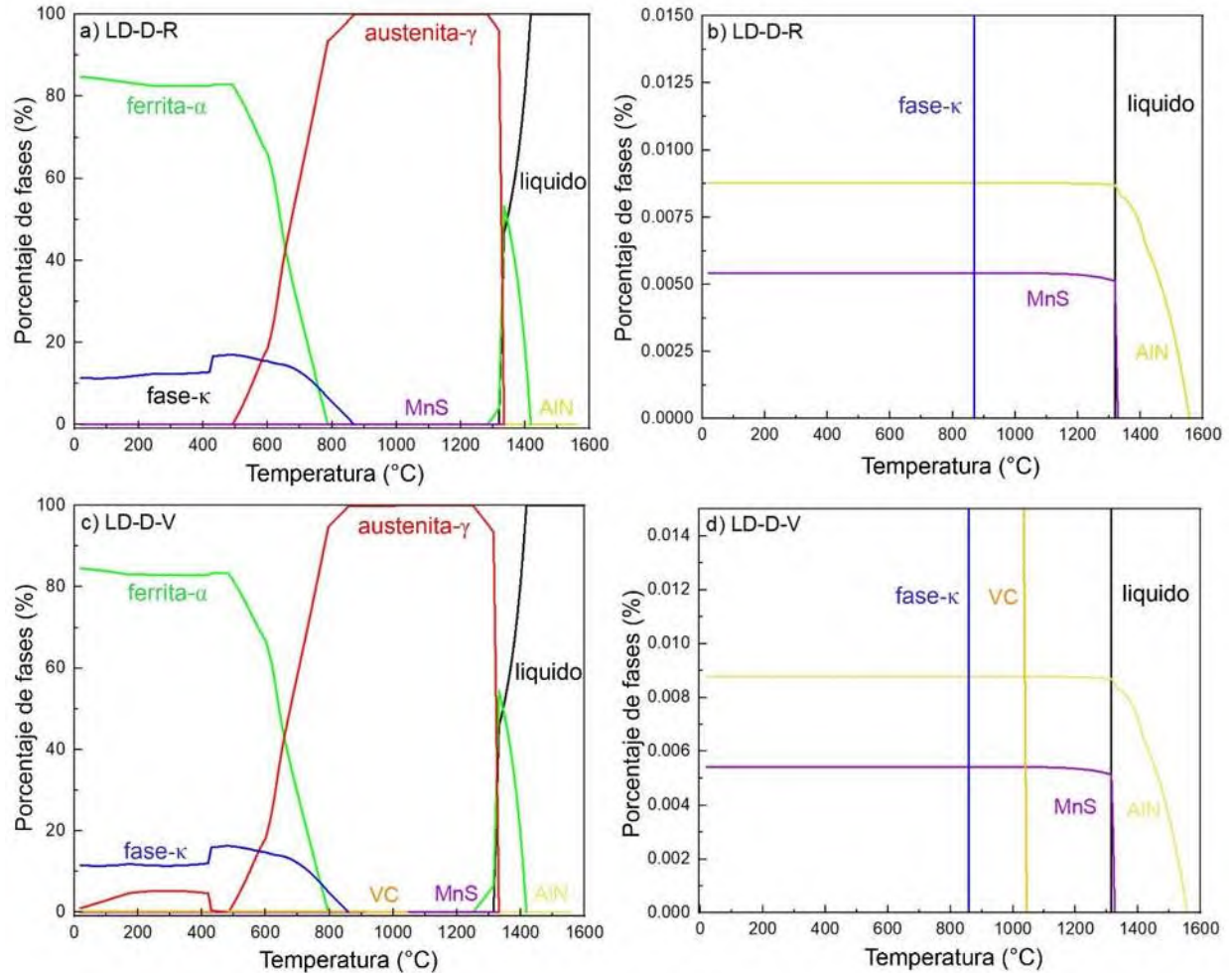


Figura 4.9 Diagramas de fases en equilibrio de los aceros dúplex bajo estudio calculados mediante el software JMatPro® 9.1.2. a), b) Acero LD-D-R y c), d) acero LD-D-V.

4.3 Construcción de mapas de procesamiento

4.3.1 Parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación m

En la Figura 4.10 se muestran las gráficas de los ajustes de los polinomios de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\epsilon}$ del acero LD-A-REF. En ella se observa un comportamiento generalizado de valores de esfuerzos elevados a bajas temperaturas de deformación. Asimismo, se observa que al incrementar la velocidad de deformación se presenta un incremento en los valores de esfuerzo. Por otro lado, con el ajuste del polinomio de segundo grado no se interceptan con exactitud los valores experimentales, alcanzando valores de $R^2 = 0.98$ el cual se considera bueno. El ajuste realizado con el polinomio de tercer grado intercepta por completo los valores experimentales

obteniendo una $R^2 = 1$, sin embargo, genera ligeras desviaciones de la linealidad entre algunos de los puntos experimentales, lo que afecta ligeramente el cálculo de los mapas de procesamiento, como se hace evidente más adelante.

En la Figura 4.11 se muestra el ajuste de los polinomios de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\epsilon}$ del acero LD-A-V. En general, al igual que en el acero LD-A-REF al incrementar la velocidad de deformación y disminuir la temperatura se presentan los valores de esfuerzos más elevados. Se presenta un comportamiento generalizado similar al mencionado anteriormente para cada uno de los niveles de deformación.

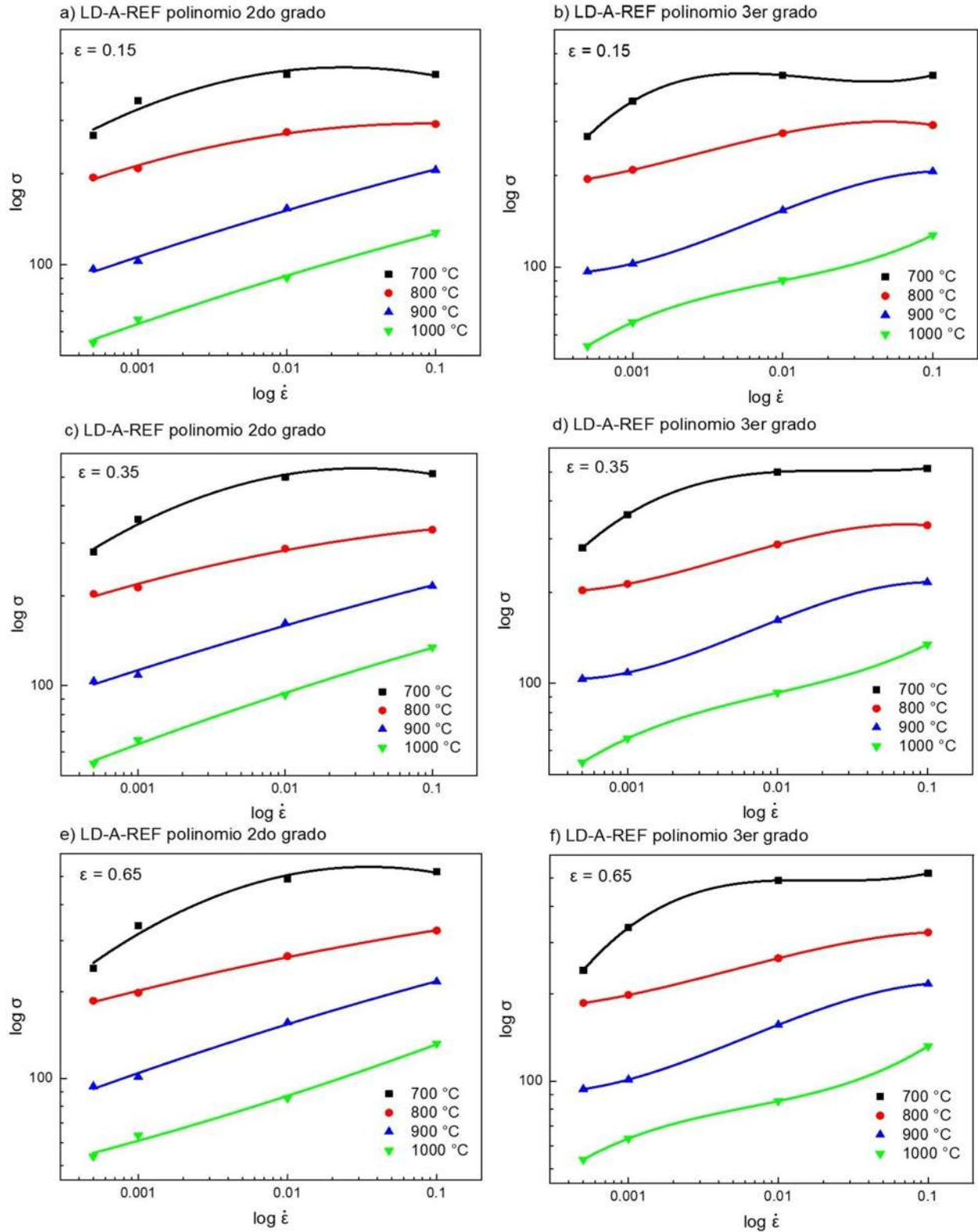


Figura 4.10 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\epsilon}$ del acero LD-A-REF para diferentes niveles de deformación: 0.15, 0.35 y 0.65.

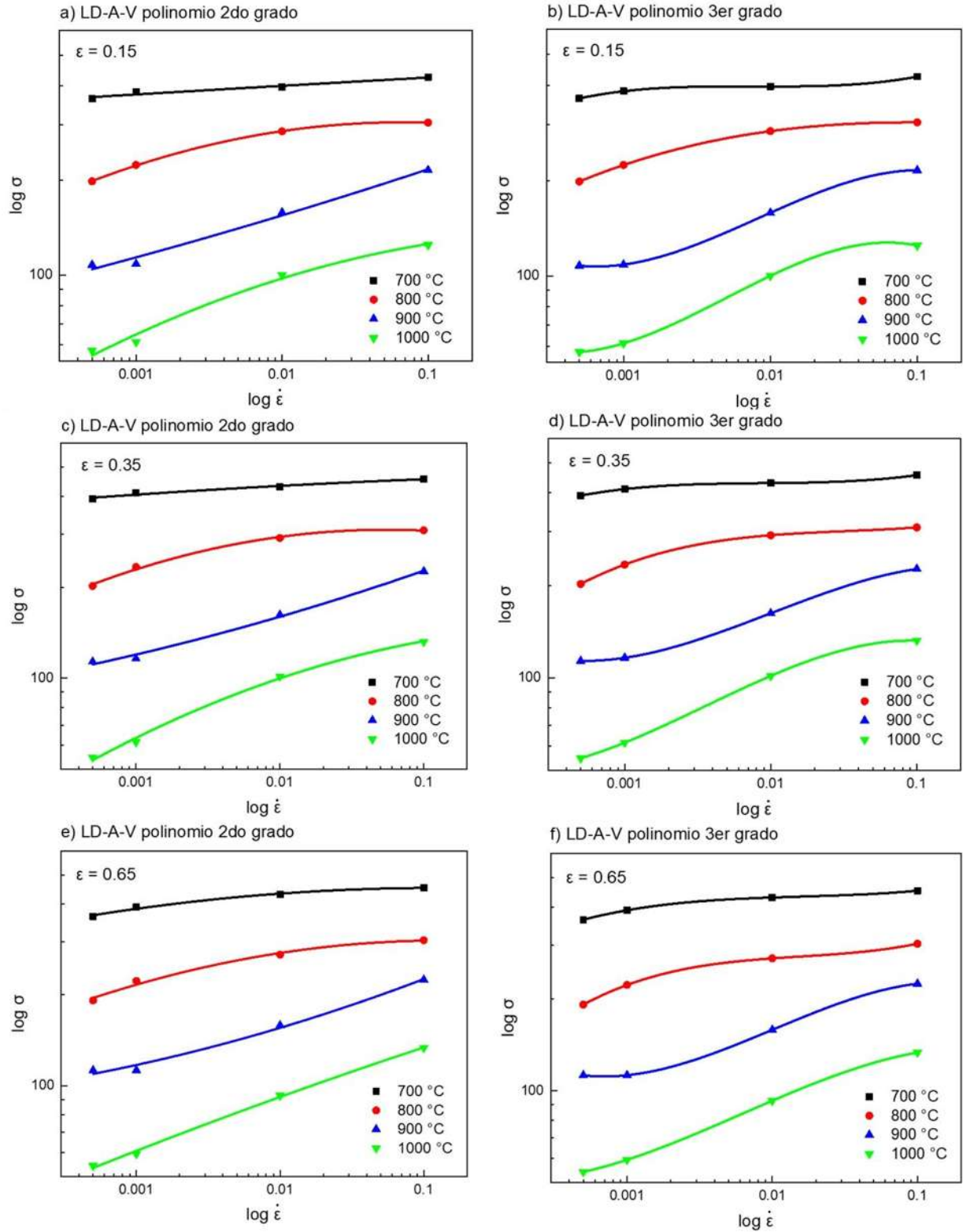


Figura 4.11 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\epsilon}$ del acero LD-A-V para diferentes niveles de deformación: 0.15, 0.35 y 0.65.

En la Figura 4.12 se muestran los mapas 3D del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación m de los aceros LD austeníticos de referencia y microaleado, los cuales se calcularon a partir de los ajustes de los polinomios de segundo y tercer grado para el nivel de alta deformación, es decir, para $\varepsilon = 0.65$. Como se puede observar, se presentan distintos comportamientos del parámetro m debido a los diferentes valores de temperatura y velocidad de deformación, donde los valores más elevados de m se presentan a velocidades de deformación bajas entre temperaturas altas y bajas. Por otro lado, los valores más elevados de m se encuentran en el orden de 0.53 y se presentan con los ajustes del polinomio de tercer grado, aunque las regiones que muestran los valores de m más elevados son las mismas en ambos polinomios aplicados. Comparando ambos aceros se observa que el acero de referencia presenta valores de m más elevados; valores altos del parámetro m suelen estar asociados con una mayor capacidad de deformación en caliente y con la activación de mecanismos como la recuperación dinámica y la recrystalización, los cuales favorecen una deformación uniforme. En contraste, valores bajos de m corresponden a una capacidad reducida de deformación, en la cual el material es más susceptible a la concentración localizada de esfuerzos y a defectos generados por la deformación, como el agrietamiento. Estas condiciones se presentan normalmente cuando la deformación ocurre de manera demasiado rápida o cuando la energía térmica es insuficiente para que los mecanismos dinámicos actúen de forma efectiva. En este caso, el acero microaleado presenta bajos valores de m del orden de 0.003, estos valores podrían generarse principalmente debido al efecto del V, ya que este genera un retardo en la evolución microestructural, por lo que el acero microaleado con V tendría menor capacidad de deformación plástica y presentar inestabilidad a la fluencia en caliente en estas condiciones.

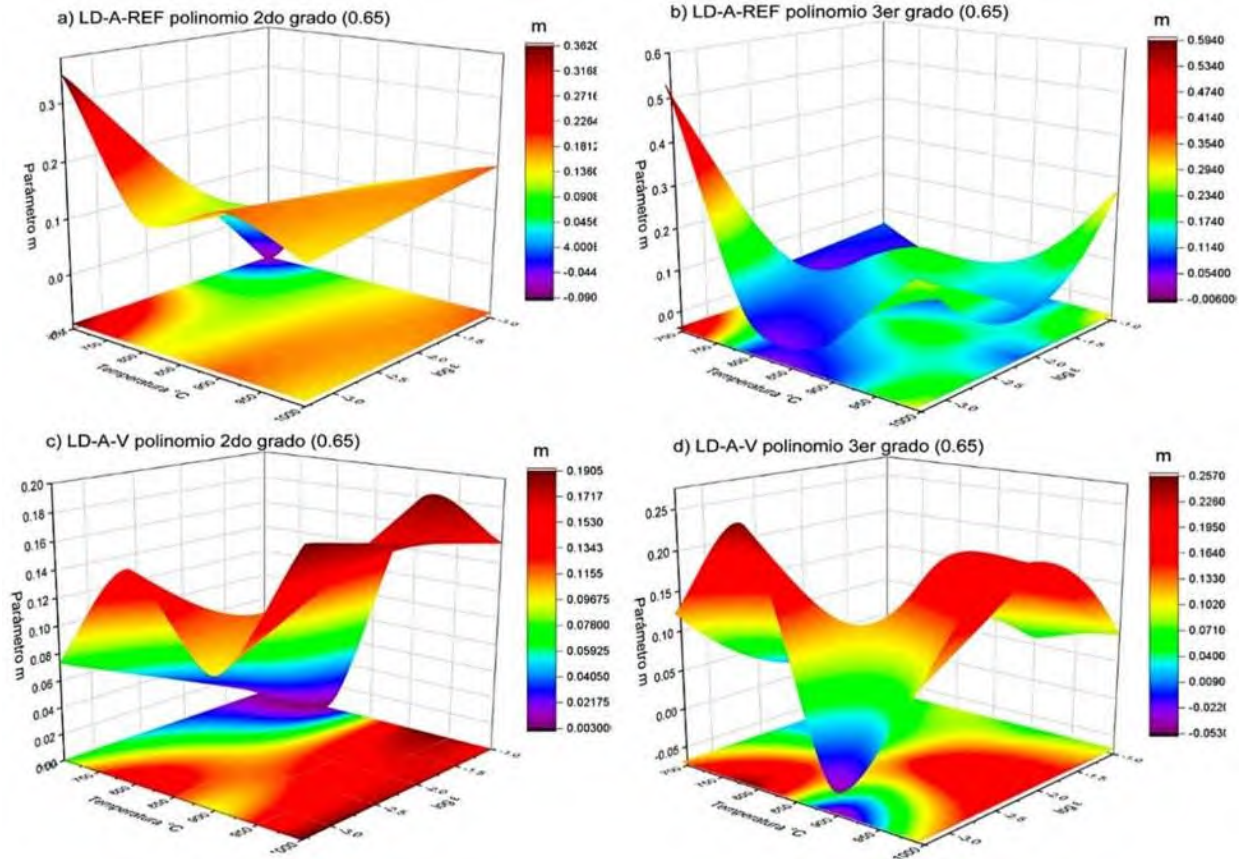


Figura 4.12 Mapa 3D del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de los aceros LD austeníticos de referencia y microaleado.

En la Figura 4.13 se muestra el ajuste de los polinomios de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\epsilon}$ del acero LD-D-REF. En general, se observa un incremento del esfuerzo al incrementar la velocidad de deformación. Asimismo, se observan valores de esfuerzo más elevados a temperaturas de deformación más bajas. Por otro lado, el ajuste del polinomio de segundo grado no alcanza a tocar los puntos con exactitud, sin embargo, se presenta un comportamiento bastante aceptable, en el cual el ajuste predice los valores intermedios con $R^2 = 0.99$. Por otra parte, el ajuste del polinomio de tercer grado intercepta todos los valores, sin embargo, se observa que, entre los puntos la curva se desvía de la linealidad, lo que podría afectar el cálculo posterior que conduce a los mapas de procesamiento. En la Figura 4.14 se muestra el ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\epsilon}$ del acero LD-D-V. Se presenta el mismo comportamiento generalizado del acero de referencia de altos esfuerzos a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación. Sin embargo, realizando una comparativa directa entre ambos aceros, se observa un comportamiento distinto

para la temperatura de 900 °C, en el acero de referencia los valores del esfuerzo caen significativamente, lo que puede atribuirse a la disolución de segundas fases. Para el caso del acero microaleado estos valores se mantienen, lo que puede atribuirse a la presencia de VC a esa temperatura.

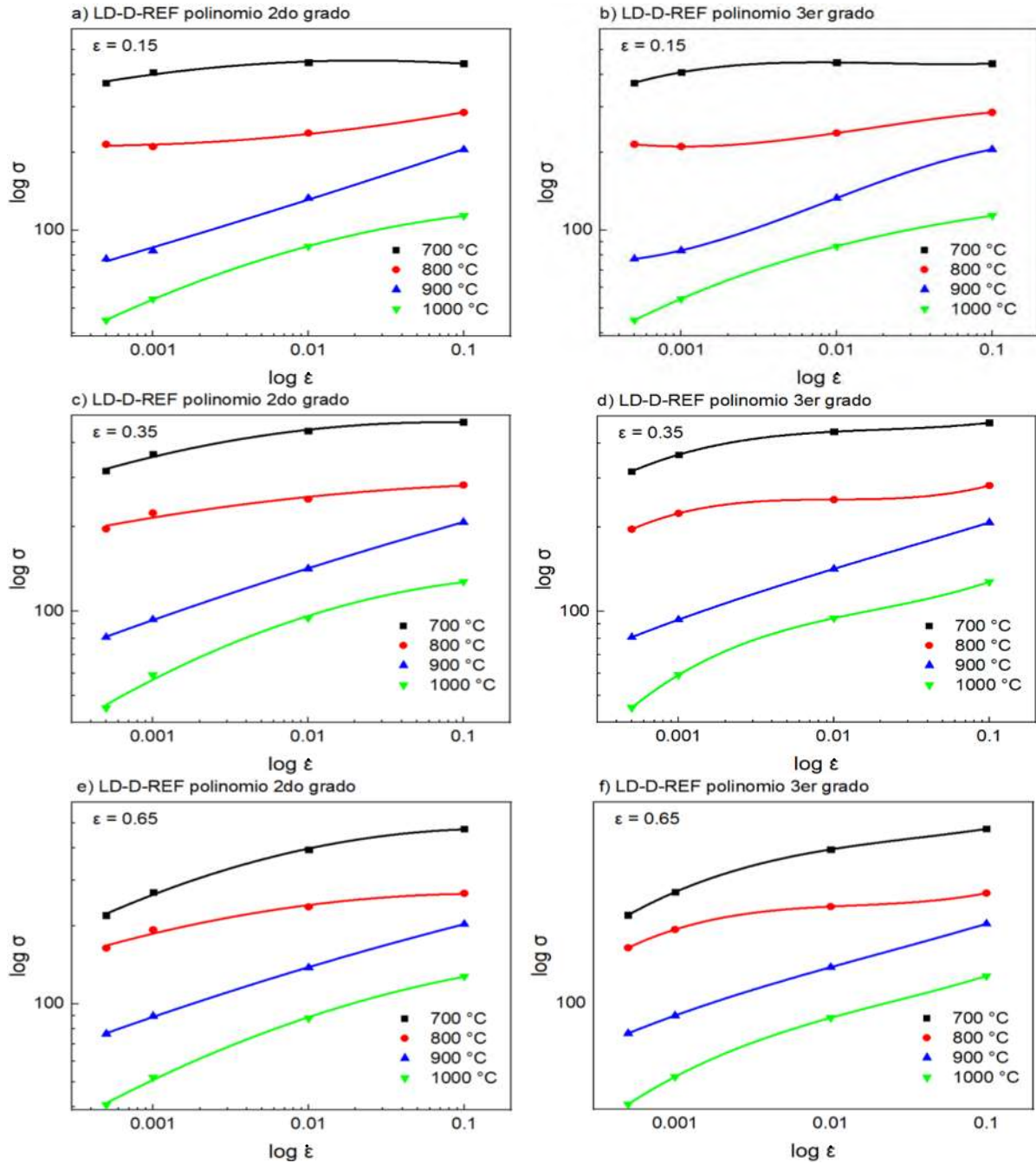


Figura 4.13 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \epsilon$ del acero LD-D-REF.

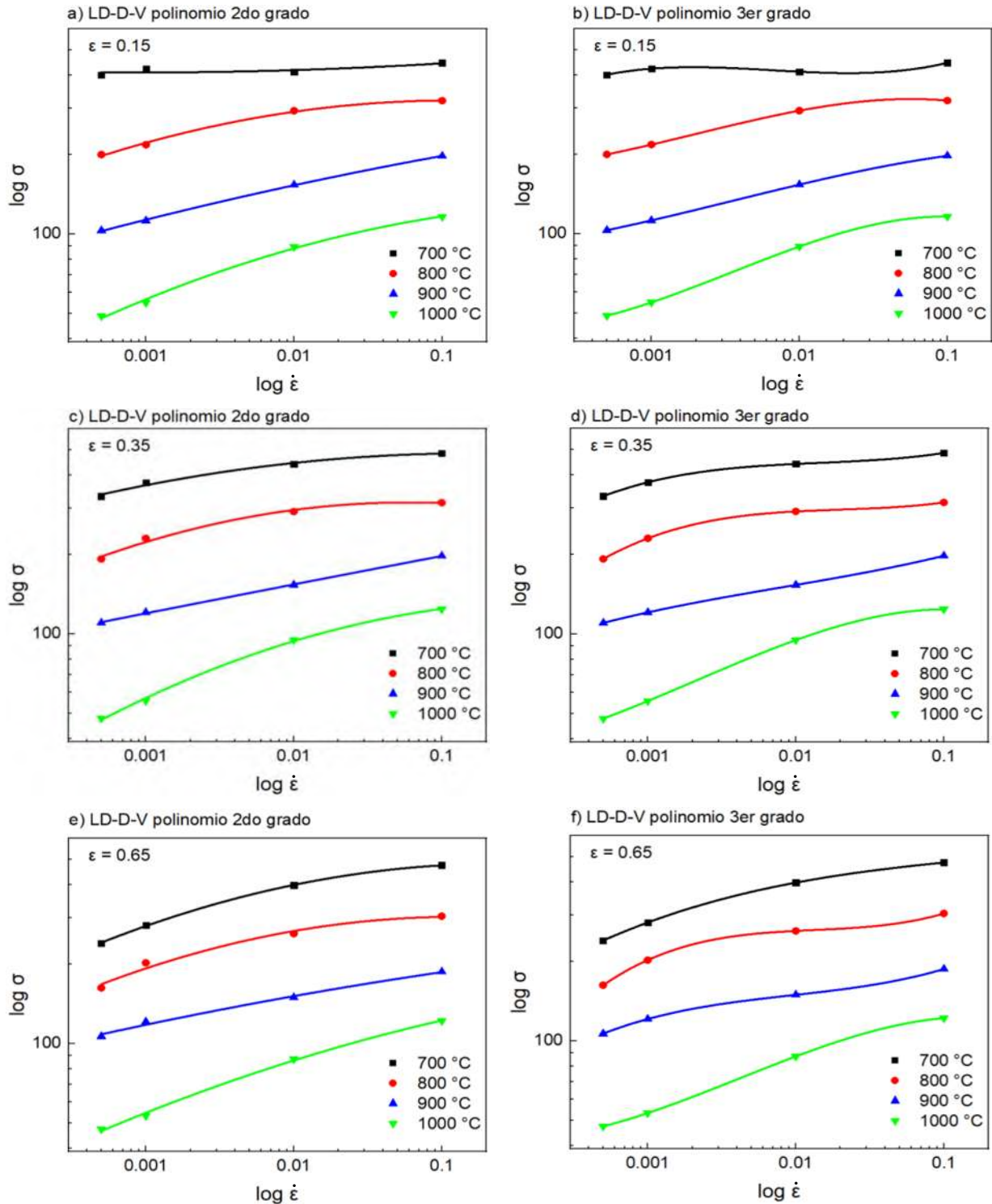


Figura 4.14 Ajuste del polinomio de segundo y tercer grado de $\log \sigma$ vs $\log \dot{\varepsilon}$ del acero LD-D-V.

En la Figura 4.15 se muestran los mapas 3D del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de los aceros LD dúplex de referencia y microaleado, los cuales fueron calculados a partir del ajuste de los polinomios de segundo y tercer grado a los distintos niveles de deformación. Se observa un comportamiento generalizado de valores más altos de m de hasta 0.39 a altas temperaturas > 900 °C, y bajas velocidades de deformación < 0.001 s⁻¹; caso contrario a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación, se presentan los valores de m más bajos de 0.009. Para el caso del acero LD-D-REF presenta valores de m ligeramente más elevados que el acero microaleado, lo que indica que el acero de referencia presenta mayor evolución de la microestructura interna durante la deformación plástica en caliente de los aceros avanzados LD dúplex. Con lo mencionado anteriormente, se puede inferir que el V retarda el cambio microestructural durante la deformación plástica en caliente. De acuerdo con los valores de m el acero de referencia tendría mayor capacidad de ser deformado plásticamente antes de generar defectos sobre el material.

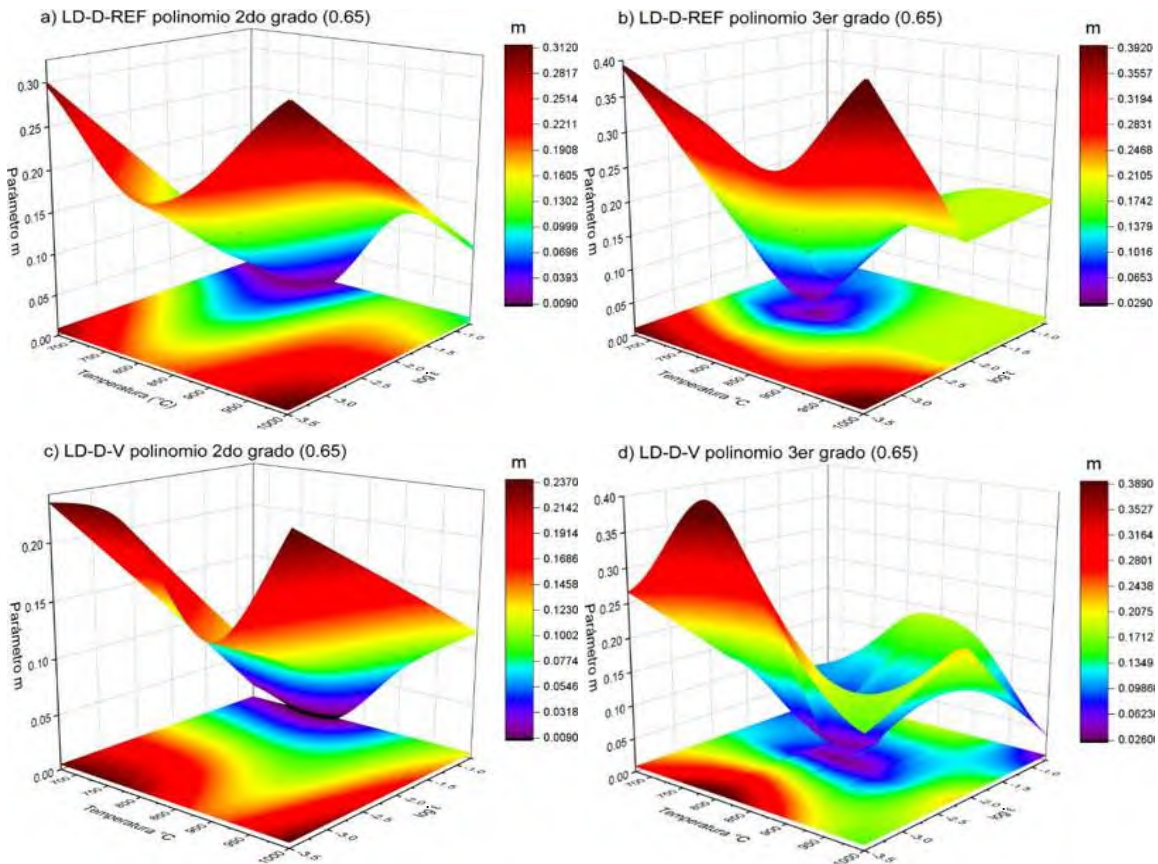


Figura 4.15 Mapa 3D del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación (m) de los aceros LD dúplex de referencia y microaleado.

El valor del parámetro de sensibilidad a la velocidad de deformación m depende de la cantidad de energía absorbida por el material, es decir, este efecto se incrementa cuando el valor m es elevado y es positivo. Este es un parámetro importante, ya que determina la cantidad de deformación que el material puede experimentar antes de llegar a la fractura incrementando su capacidad de absorción de energía. Por lo que, de acuerdo con los resultados obtenidos el acero dúplex microaleado con V tendría menor capacidad para ser deformado y presentaría inestabilidad a la fluencia en caliente en estas condiciones críticas de deformación.

4.3.2 Mapas de eficiencia de disipación de energía η

En la Figura 4.16 se muestran los mapas de disipación de energía (η) de los aceros LD-A-REF y LD-A-V generados a partir de los valores calculados de m mediante el ajuste de los polinomios de segundo y tercer grado a los niveles de deformación de 0.65. Los valores más elevados de η se presentan en los mapas como regiones de color amarillo, naranja y rojo, indicando las condiciones de temperatura y velocidad de deformación en las cuales se presenta mayor cantidad de energía disipada durante la deformación plástica en caliente.

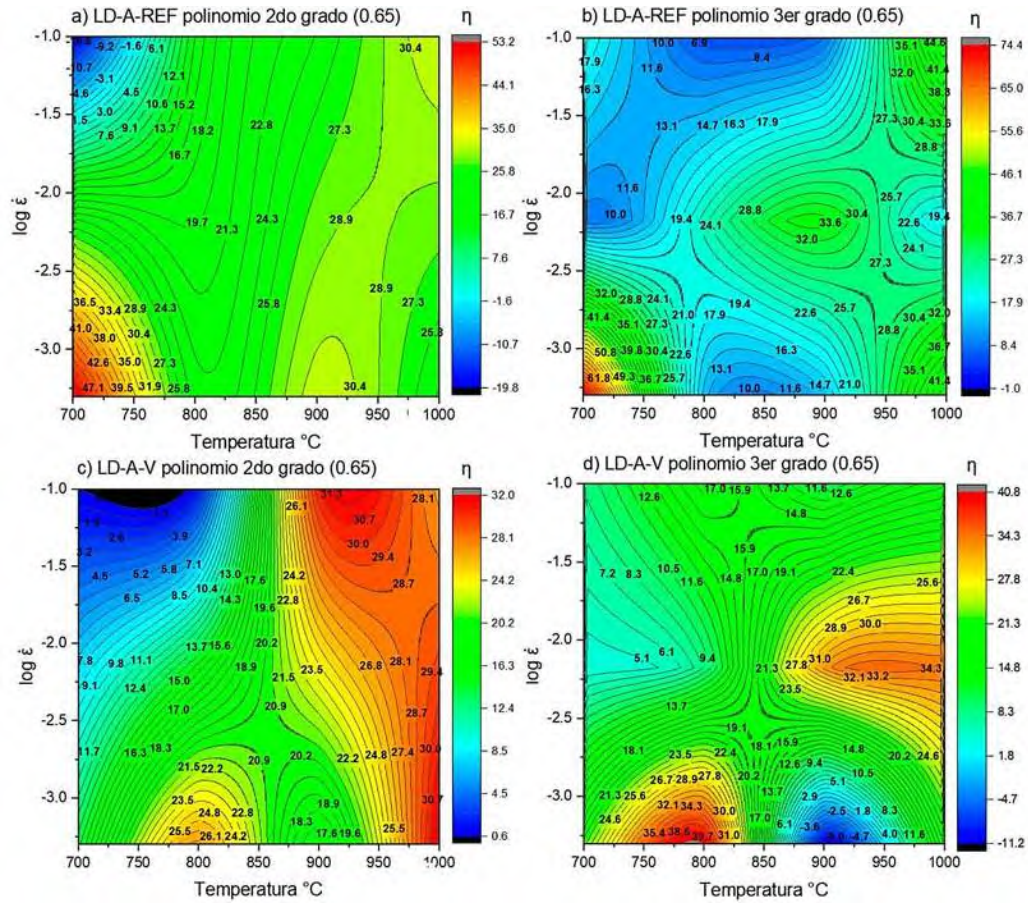


Figura 4.16 Mapas de disipación de energía de los aceros LD-A-REF y LD-A-V con ajuste del polinomio de segundo y tercer grado con nivel de deformación de 0.65.

Los valores de η más elevados en los gráficos van desde 53.2% para el ajuste con el polinomio de segundo grado hasta 74.4% con el ajuste del polinomio de tercer grado para el acero de referencia, y del 32% hasta 40.8% en el acero microaleado con cada polinomio, respectivamente. Zhao y col. [80] obtuvieron valores de eficiencia en disipación de energía desde el 30 al 50 % a temperaturas entre 972-1110 °C a velocidades de deformación entre 0.03 y 1 s⁻¹ en aceros LD austeníticos Fe-28Mn-7Al-1C de referencia y microaleado con 0.16Nb/V (% en peso). De acuerdo con los valores obtenidos en el presente proyecto de investigación, el acero microaleado con V se encuentra en el rango de valores obtenidos por los autores previamente mencionados, mientras que para el acero de referencia se obtuvieron valores de eficiencia de disipación de energía más elevados, lo que podría atribuirse a las diferencias de composición química, particularmente de Mn y Al. Este comportamiento también puede analizarse en términos del parámetro η , el cual está asociado con la capacidad del material para acomodar la deformación plástica durante la deformación en caliente. Valores más altos de η indican una mayor resistencia al endurecimiento por deformación

y una respuesta más estable de la fluencia plástica. Por lo que el acero de referencia, al presentar valores más elevados de eficiencia de disipación de energía, asocia un comportamiento, favoreciendo mecanismos como la recristalización dinámica y una distribución más homogénea de la deformación. Por lo contrario, la adición de V modifica este comportamiento debido a la presencia de carburos del tipo VC, los cuales restringen la movilidad de dislocaciones y el crecimiento de nuevos granos, reduciendo la capacidad del material para disipar energía y por tanto, los valores observados de eficiencia son menores.

En la Figura 4.17 se muestran los mapas de disipación de energía η de los aceros LD-D-REF y LD-D-V a partir del ajuste del polinomio de segundo y tercer grado a la deformación de 0.65.

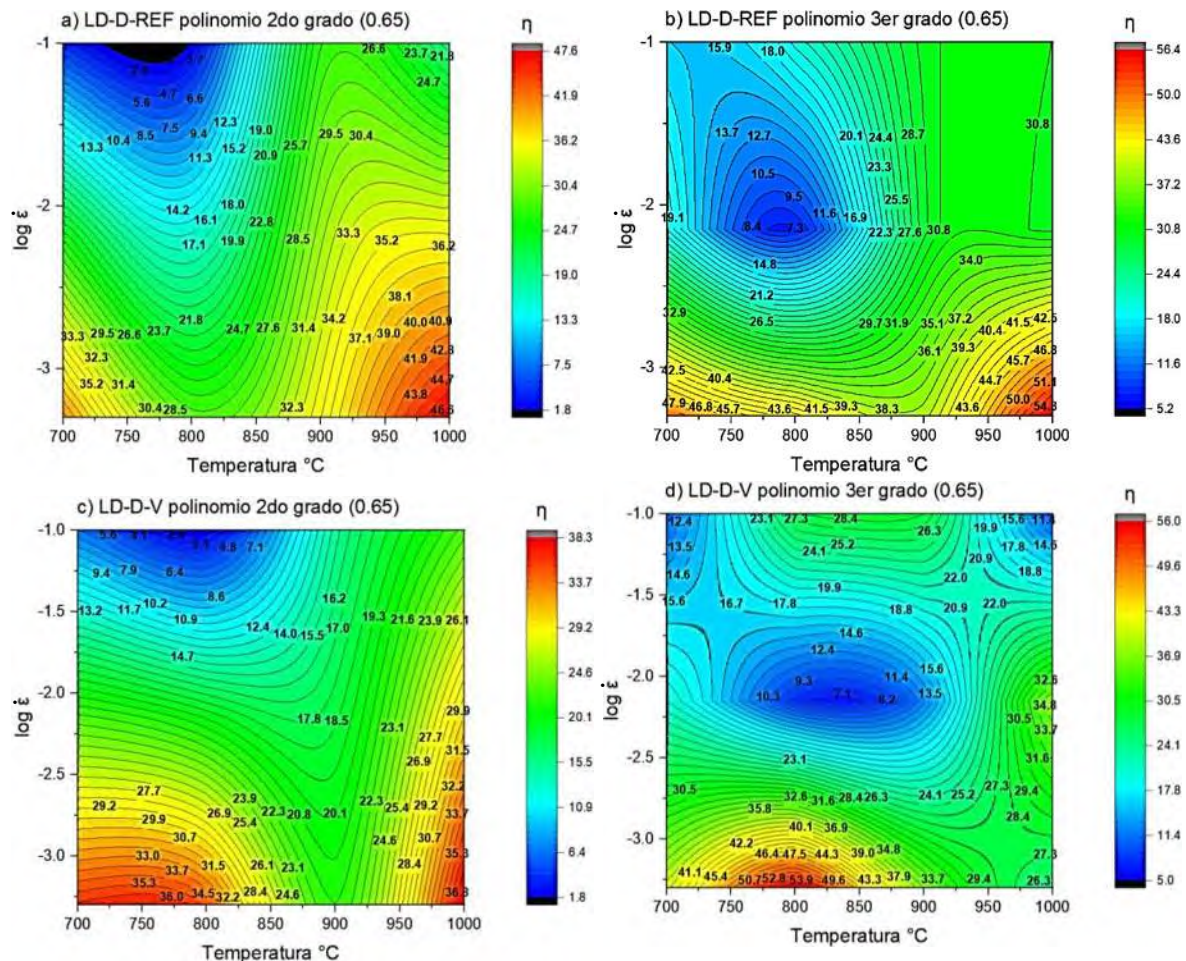


Figura 4.17 Mapas de disipación de energía de los aceros LD-D-REF y LD-D-V con ajuste del polinomio de segundo y tercer grado.

El parámetro η indica la cantidad de energía interna de un material que es disipada durante los procesos de deformación plástica en caliente. Como se observa en la Figura 4.17 las zonas de color amarillo, naranja y rojo representan los valores de η más elevados que van desde 38% para el acero LD-D-V con el ajuste del polinomio de segundo grado, y hasta 56.4% para el acero LD-D-REF con el ajuste del polinomio de tercer grado. Como se muestra en la Figura 4.17d, los valores de eficiencia más bajos del acero microaleado se presentan en zonas de bajas y altas temperaturas (700-850 y 950-1000°C, respectivamente) y bajas velocidades de deformación de 0.001 y 0.0005 s⁻¹. Por otro lado, para el valor más alto de eficiencia en el acero LD-D-REF con ajuste del polinomio de tercer grado se encuentra a altas temperaturas (900-1000 °C) y a bajas velocidades de deformación (0.001-0.0005 s⁻¹). Lo que demuestra que los valores de eficiencia calculados mediante ambos polinomios en los dos aceros presentan mayor capacidad de disipación de energía. Sin embargo, el acero microaleado con V presenta valores de η más bajos, lo que demuestra un comportamiento similar en los aceros austeníticos sobre el efecto del V como elemento microaleante sobre la eficiencia de disipación de energía.

4.3.3 Mapas de procesamiento de los aceros avanzados LD

En la Figura 4.18 se muestran los mapas de procesamiento del acero LD austenítico de referencia. Las regiones de color oscuro representan zonas de inestabilidad, de acuerdo con el criterio de Prasad los valores negativos del parámetro ξ representan zonas inseguras para la deformación plástica. Por otro lado, las regiones marcadas como dominios representan las zonas seguras para el procesamiento de los materiales. En la Figura 4.18 se observan dos regiones de dominios en los mapas de procesamiento calculados con ambos polinomios. El primer dominio se presenta a temperaturas y velocidades de deformación de 700-800 °C /0.0005-0.001 s⁻¹, y el segundo a 900-1000 °C/0.0005-0.001 s⁻¹, con la aplicación de ambos polinomios; mientras que las regiones de inestabilidad se presentan principalmente a velocidades altas de deformación entre 0.01 y 0.1 s⁻¹ y temperaturas bajas/medias entre 700 y 875 °C. Es importante señalar que el ajuste de polinomio de segundo grado predice con mayor exactitud el comportamiento real del material bajo condiciones de deformación en caliente respecto al polinomio de tercer grado, ya que las zonas de inestabilidad que se presentan en los mapas de procesamiento con el polinomio de tercer grado se expanden a velocidades de deformación lentas (0.0005-0.001 s⁻¹) con temperaturas de 725-880 °C como se observa en las Figuras 4.18d y f, las cuales corresponden a zonas seguras, ya que estos aceros se

pueden deformar plásticamente de forma segura a bajas velocidades de deformación $< 0.01 \text{ s}^{-1}$ en rangos de temperaturas de entre 800 y 1150 °C, tal como ha sido corroborado por otros autores [44].

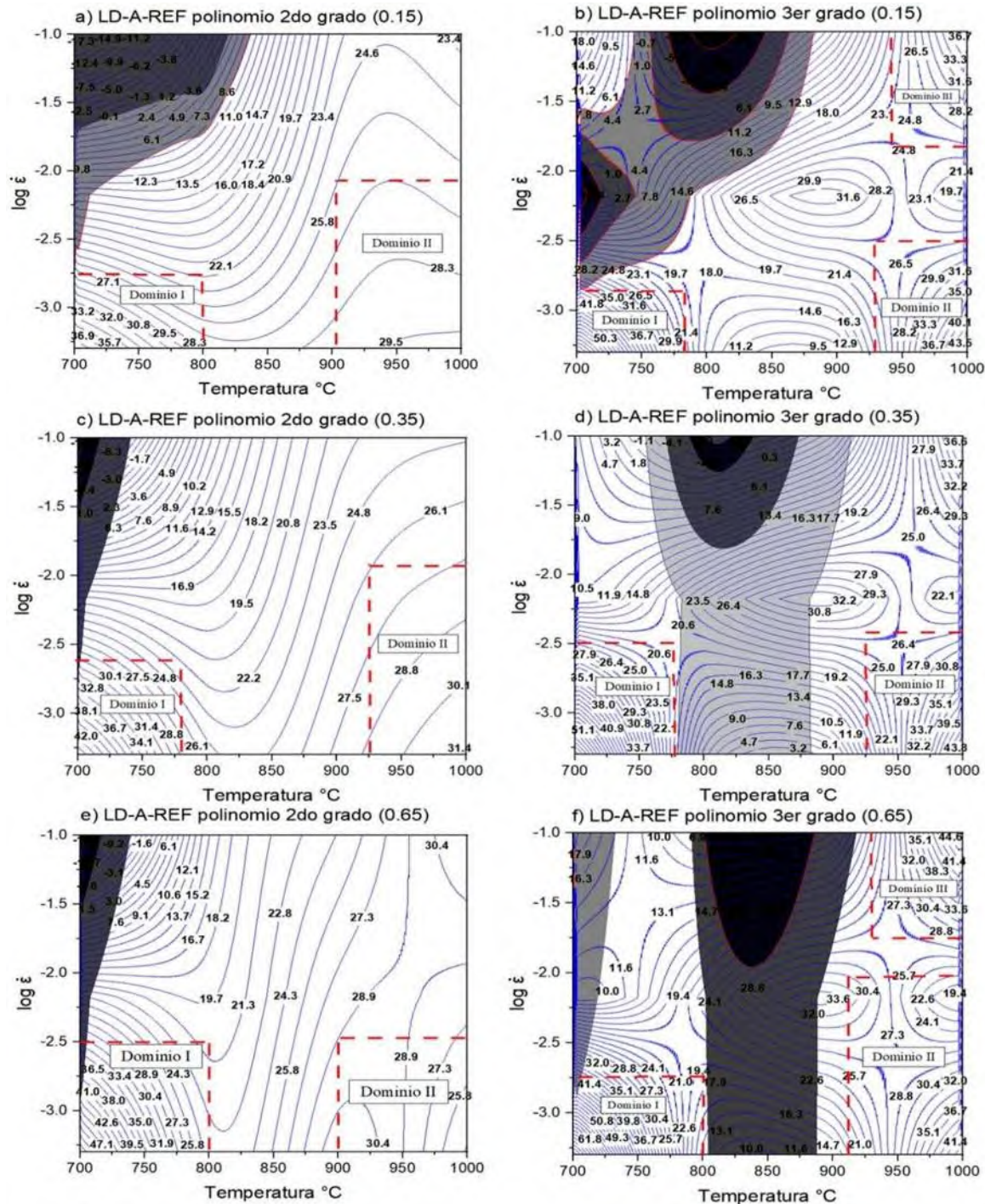


Figura 4.18 Mapas de procesamiento del acero LD-A-REF.

En la Figura 4.19 se muestran los gráficos de los mapas de procesamiento para el acero LD-A-V, en los cuales se observa un comportamiento distinto al acero LD-A-REF, donde las regiones de dominios se presentan a velocidades de deformación bajas y moderadas y a temperaturas moderadas y altas entre 800 y 1000 °C. Para los mapas de procesamiento calculados a partir del ajuste del polinomio de segundo grado, se observa que las zonas seguras para su procesamiento son a velocidades bajas de deformación en un rango de temperaturas entre 925 y 1000 °C, y el polinomio de tercer grado indica zonas seguras a velocidades bajas de deformación en un rango de temperaturas de 725 y 825 °C. Asimismo, las zonas inseguras se localizaron a altas velocidades de deformación entre 0.01 y 0.1 s⁻¹ con temperaturas bajas (700 y 850 °C). Comparando con los parámetros de procesamiento obtenidos por Wang y col. [45] quienes estudiaron un acero LD austenítico Fe-30Mn-11Al-1C-0.1Nb-0.1V, encontraron que la zona segura para el procesamiento de este acero se encuentra en el rango de temperaturas y velocidades de deformación de 900-1150 °C/0.01-1 s⁻¹, lo cual está acorde con los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación. Sin embargo, las regiones inestables difieren en rangos de temperaturas y velocidades de deformación de 850-950 °C/1-10 s⁻¹ con respecto a las obtenidas en el presente proyecto, ya que reportan un rango de temperaturas de inestabilidad más alto.

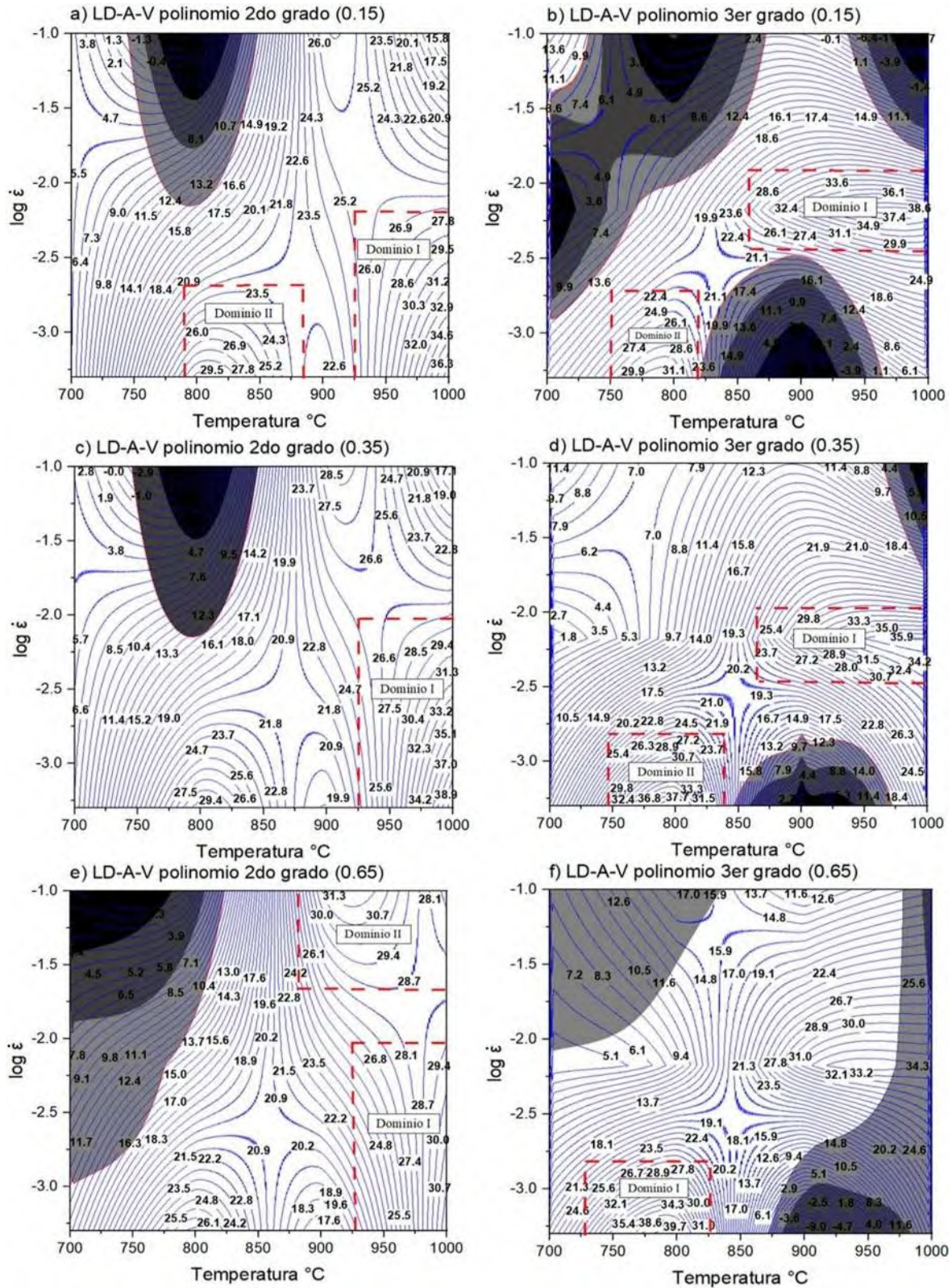


Figura 4.19 Mapas de procesamiento del acero LD-A-V.

En las Figuras 4.20 y 4.21 se muestran los mapas de procesamiento de los aceros avanzados LD dúplex de referencia y microaleado con V, respectivamente. En donde las zonas de color oscuro representan las regiones de inestabilidad, que de acuerdo con el criterio de Prasad los valores negativos de ξ representan estas regiones, mientras que las zonas seguras para el conformado se representan como zonas de dominios. Los mapas de procesamiento calculados mediante ambos polinomios presentan distintitos dominios y regiones de inestabilidad de acuerdo con los niveles de deformación y con las distintas condiciones de temperatura y velocidad de deformación. De acuerdo con los mapas elaborados con el ajuste del polinomio de segundo grado, se observa que las regiones de inestabilidad se presentan a temperaturas entre 700 y 825 °C para prácticamente todas las velocidades de deformación. Para el caso de los mapas con ajuste del polinomio de tercer grado, el rango de inestabilidad es más amplio desde 700 hasta 860 °C aproximadamente. Por otro lado, las zonas óptimas para su procesamiento seguro son principalmente a temperaturas $>$ a 900 °C con velocidades de deformación $<$ a 0.001 s^{-1} . En este caso las regiones de inestabilidad se asocian principalmente a la transformación de la fase austenita a ferrita y carburos- κ , además de la formación de microbandas de deslizamiento que se presentaron en las microestructuras deformadas. Mozumder y col. [82] calcularon mapas de procesamiento para un acero LD dúplex Fe-9Al-10Mn-4Ni-0.7C en donde determinaron que la condición más favorable para el conformado en caliente de este acero es a temperaturas entre 950 y 1077 °C y velocidades de deformación mayores a 0.01 s^{-1} , obteniendo valores de eficiencia entre 35-60%. Los cuales están acordes a los valores obtenidos en el presente trabajo de investigación. Sin embargo, cabe señalar que la temperatura de deformación segura que se indica en los mapas de procesamiento obtenidos a los niveles de deformación de 0.35 y 0.65 con el cálculo del polinomio de segundo grado (Figura 4.17c y 4.17e) es por encima de 850 °C. Asimismo, determinaron la presencia de microbandas a temperaturas menores a 1100 °C y velocidades de deformación mayores a 1 s^{-1} .

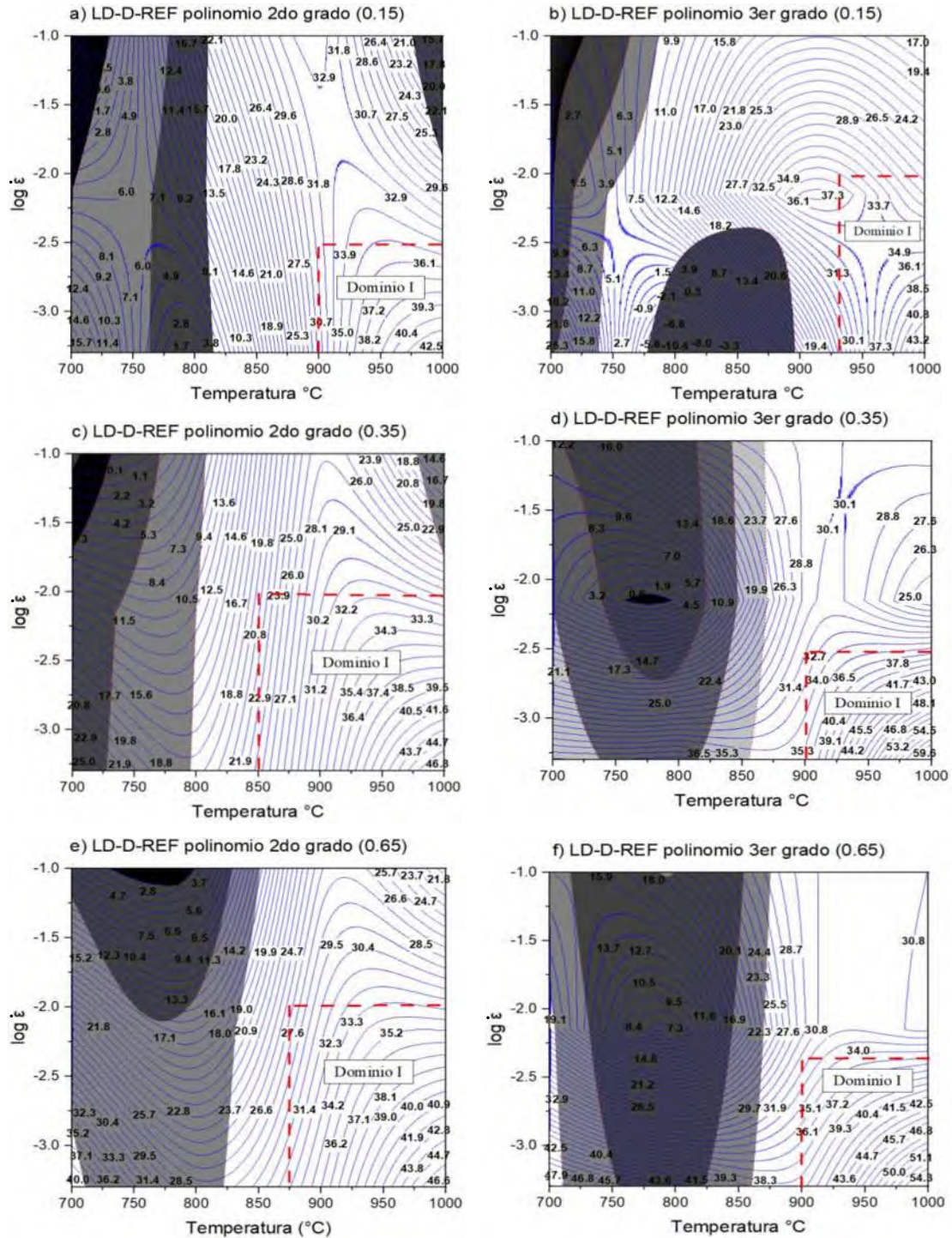


Figura 4.20 Mapas de procesamiento del acero LD-D-REF.

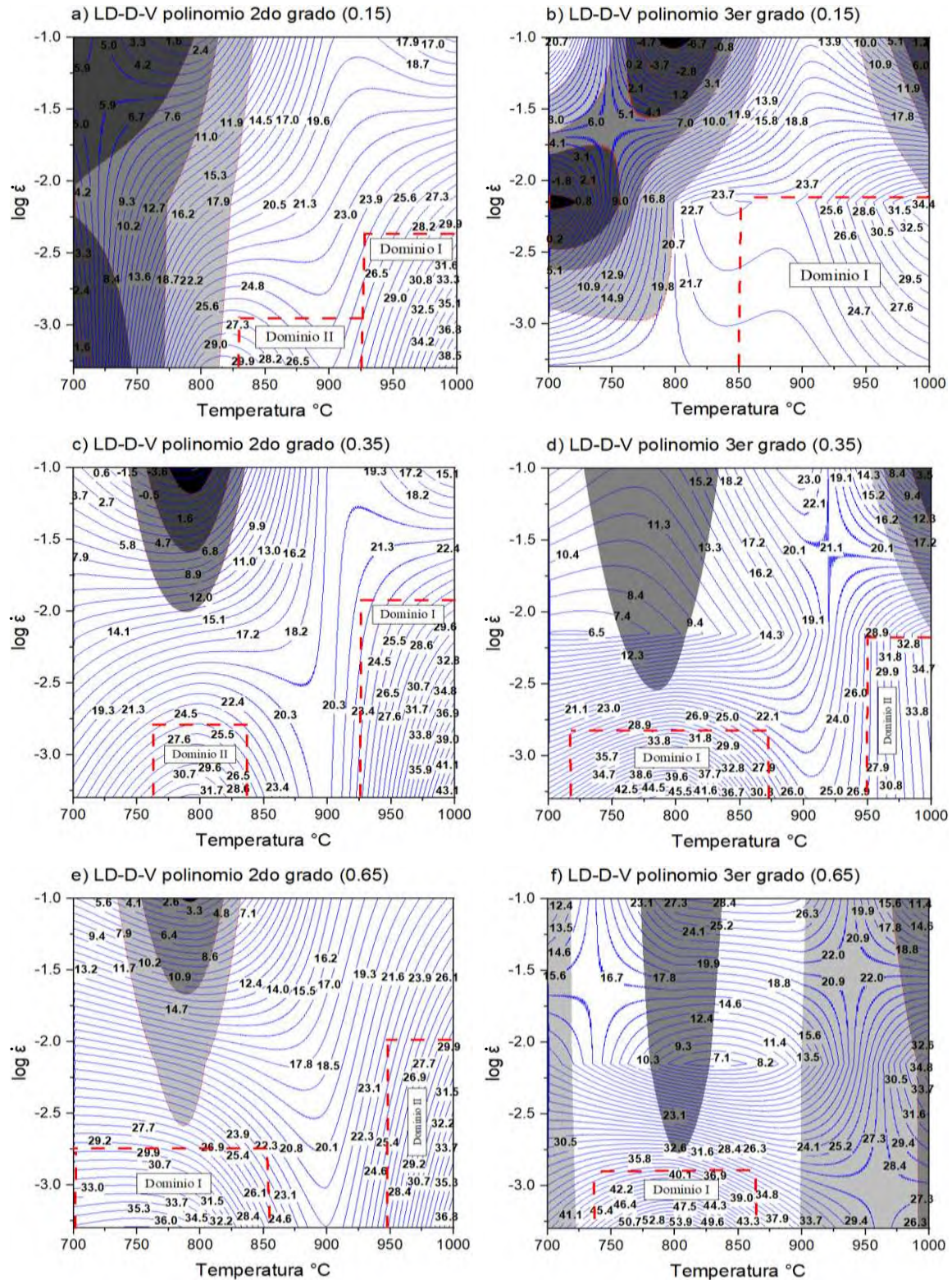


Figura 4.21 Mapas de procesamiento del acero LD-D-V.

Como se observa en la Figura 4.21, los mapas de procesamiento del acero LD-D-V presentan regiones de inestabilidad a la deformación en caliente, principalmente a bajas temperaturas (entre 700 y 850 °C) y altas velocidades de deformación (0.01 y 0.1 s^{-1}). Sin embargo, a diferencia del acero de referencia, el acero microaleado presenta zonas de dominios para el procesamiento seguro a bajas temperaturas de 700 a 850 °C a velocidades lentas de deformación de 0.0005 s^{-1} . Por otro lado, comparando los mapas de procesamiento de acuerdo con los ajustes de ambos polinomios, se observa nuevamente que el polinomio de tercer grado presenta un rango de dominios más amplio que el de segundo grado. Las regiones de inestabilidad fueron localizadas en un rango de temperatura que va desde 700 hasta 850 °C y altas velocidades de deformación, en este rango de temperaturas los VC intergranulares juegan un papel muy importante, ya que estos carburos inhiben el comportamiento de ablandamiento, lo que incrementa las regiones de inestabilidad para el procesamiento en caliente de estos aceros. Asimismo, estas regiones se asocian a la descomposición de la austenita en ferrita y carburos- κ , que al igual que en el acero LD-D-REF se encontraron presentes en la microestructura. Por otro lado, las zonas seguras para el procesamiento de este acero fueron localizadas en dos regiones. La primera zona se localiza a temperaturas $> 900 \text{ °C}$ y a bajas velocidades de deformación $< 0.001 \text{ s}^{-1}$ y la segunda se presenta entre los 750 y 850 °C y velocidades de deformación de 0.0005 s^{-1} . Estas regiones podrían generarse debido a que los granos grandes deformados presentan una gran capacidad de disipación de energía mediante el mecanismo de recrystalización dinámica, donde los granos burdos son remplazados por granos finos recrystalizados, incluso de tamaño nanométrico. Liu y col. [79] atribuyen a esto las zonas estables seguras en donde involucran mecanismos de recrystalización dinámica continua.

En general, los aceros LD dúplex presentan un comportamiento diferente respecto a los aceros LD austeníticos durante la deformación en caliente, lo cual se refleja en sus respectivos mapas de procesamiento. Los aceros austeníticos presentan dominios seguros más amplios a temperaturas elevadas y velocidades bajas de deformación, asociados a una mayor eficiencia en la disipación de energía y a una mejor fluencia plástica, favorecida por mecanismos como la recrystalización dinámica. Por otro lado, los aceros dúplex presentan una mayor tendencia a la inestabilidad, particularmente a bajas temperaturas y altas y bajas velocidades de deformación, lo cual se relaciona con las transformaciones de fases de $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$, y la formación de microbandas de deformación. No obstante, bajo condiciones adecuadas de temperatura y velocidad de deformación, los aceros dúplex también desarrollan dominios seguros de procesamiento, aunque generalmente

más restringidos que en los aceros austeníticos, evidenciando una mayor sensibilidad a las condiciones de fluencia en caliente.

En general, los mapas de procesamiento desarrollados a través del polinomio de segundo grado mostraron mejor correlación con los resultados microestructurales obtenidos por EBSD y SEM. En particular, las microestructuras presentadas en la Figura 4.6 evidencian que las condiciones de altas temperaturas y bajas velocidades de deformación favorecen mecanismos de recuperación dinámica y recrystalización dinámica, asociados a regiones estables de deformación. Por otro lado, los mapas elaborados mediante el polinomio de tercer grado predicen algunas zonas de inestabilidad en estas condiciones de alta temperatura, lo cual no coincide con las observaciones experimentales. Cabe resaltar que, los mapas obtenidos con el polinomio de segundo grado localizan las regiones de inestabilidad principalmente a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación, donde efectivamente se observaron microbandas de deformación, localización de la fluencia plástica y evidencia de deformación localizada esto se corrobora con las imágenes mediante microscopía óptica mostradas en la siguiente sección. Estos resultados indican que el polinomio de segundo grado proporciona una representación más certera del comportamiento termo-mecánico de los aceros LD estudiados.

4.3.4 Evolución microestructural durante la fluencia plástica en los aceros avanzados LD

En la Figura 4.22 se muestran las micrografías correspondientes al acero LD-A-REF deformado en un rango de temperaturas de 700 a 1000 °C, a una velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} . Estas imágenes permiten analizar la evolución microestructural asociada a las distintas condiciones de deformación en caliente. En las Figuras 4.22a y 4.22b) se observan regiones caracterizadas por una deformación localizada, la cual se caracteriza por la presencia de microbandas y zonas con grietas incipientes. Este comportamiento es indicativo de condiciones de inestabilidad durante la fluencia en caliente, asociadas a una limitada capacidad de disipación de energía. Dichas observaciones son consistentes con lo predicho por los mapas de eficiencia y de inestabilidad (Figura 4.17), donde estas condiciones se ubican dentro de dominios no recomendables para el procesamiento.

A una temperatura intermedia de 900 °C (Figura 4.22c), se identifica la aparición de regiones parcialmente recrystalizadas, donde coexisten granos deformados y granos finos equiaxiales. Esta

microestructura es característica de un proceso de recrystalización dinámica discontinua (dDRX), en el cual la nucleación de nuevos granos ocurre preferentemente en los límites de los granos previamente deformados. Este comportamiento coincide con zonas de mayor eficiencia de disipación de energía en los mapas de procesamiento, donde se favorecen mecanismos de restauración microestructural.

Finalmente, a 1000 °C (Figura 4.22d), se observa una microestructura completamente recrystalizada, compuesta por granos equiaxiales homogéneos. Este comportamiento es representativo de un régimen dominado por recrystalización dinámica continua (cDRX) y/o procesos avanzados de restauración, donde la alta capacidad de disipación de energía promueve una deformación más estable y homogénea. Estas condiciones corresponden a regiones óptimas de procesamiento, tal como lo indican los mapas de eficiencia de disipación de energía.

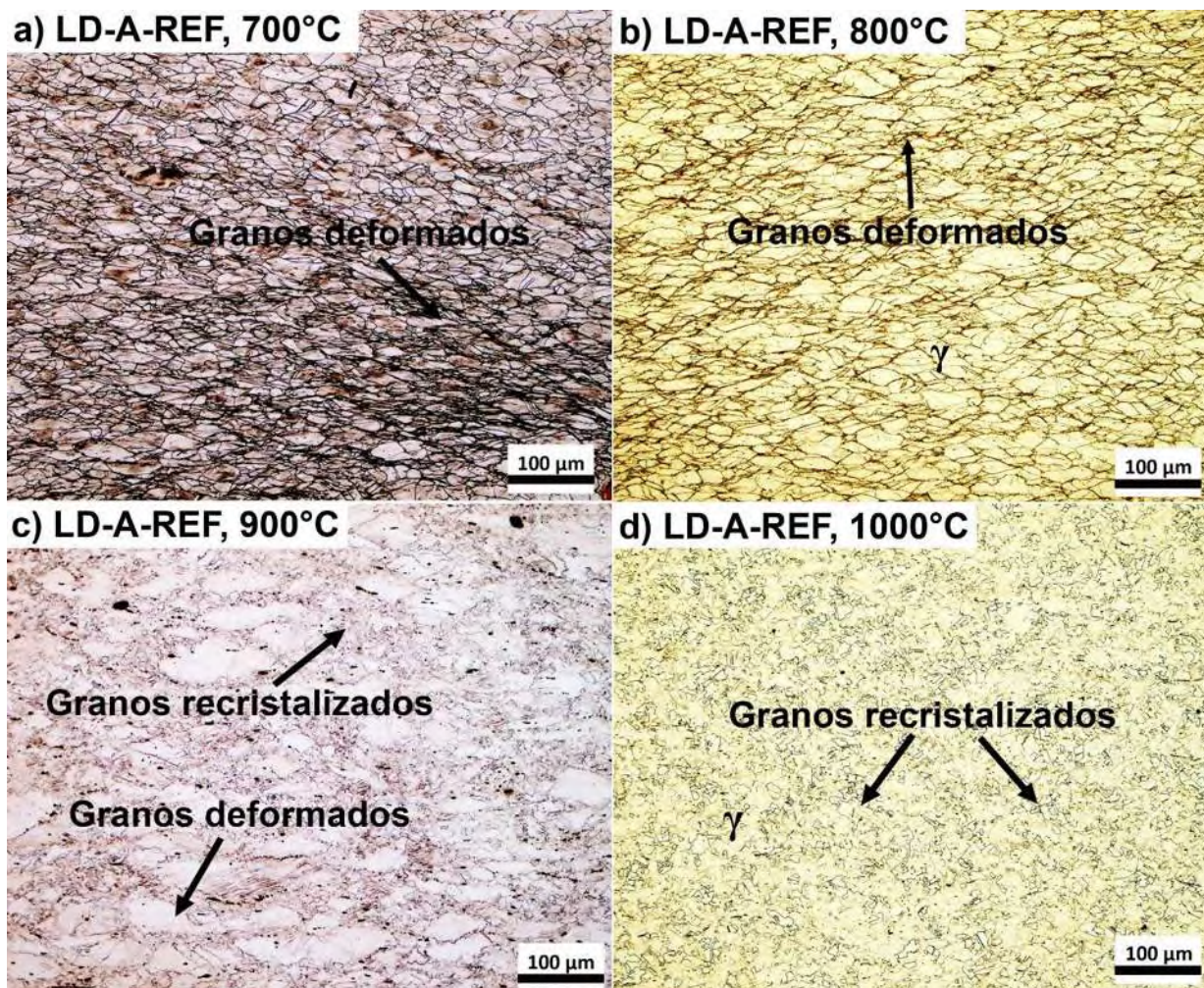


Figura 4.22 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-A-REF a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} .

En la Figura 4.23 se presentan las micrografías del acero LD-A-V deformado en el rango de temperaturas de 700 a 1000 °C, a una velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} . A 700 °C (Figura 4.23a), se observa una microestructura dominada por granos altamente deformados, caracterizados por una marcada elongación y una elevada densidad de defectos internos, lo que indica que la ausencia de DRX bajo estas condiciones. A 800 °C (Figura 4.23b), aunque se aprecia cierto grado de recuperación, aún predominan los granos deformados, evidenciando que los mecanismos de ablandamiento microestructural no han sido activados por completo.

En la condición de 900 °C (Figura 4.23c), se observa la coexistencia de granos deformados y regiones recrystalizadas, lo que sugiere la activación parcial de la recrystalización dinámica. Sin embargo, a diferencia del acero de referencia, la fracción de granos recrystalizados es menor y se mantiene una mayor cantidad de granos deformados. Este comportamiento indica que el proceso de DRX ocurre de manera más lenta en el acero microaleado. Este retraso en la cinética de recrystalización dinámica se asocia al efecto del V, el cual favorece la formación de precipitados finos (VC) que actúan como obstáculos al movimiento de dislocaciones y al desplazamiento de los límites de grano, inhibiendo la nucleación y crecimiento de nuevos granos recrystalizados. Como consecuencia, se requiere mayor energía o mayores tiempos de deformación para completar el proceso de recrystalización. Finalmente, a 1000 °C (Figura 4.23d), se observa una microestructura predominantemente recrystalizada, compuesta por granos equiaxiales finos, lo que indica que a esta temperatura, los mecanismos de DRX superan el efecto inhibitor del V, permitiendo una DRX completa.

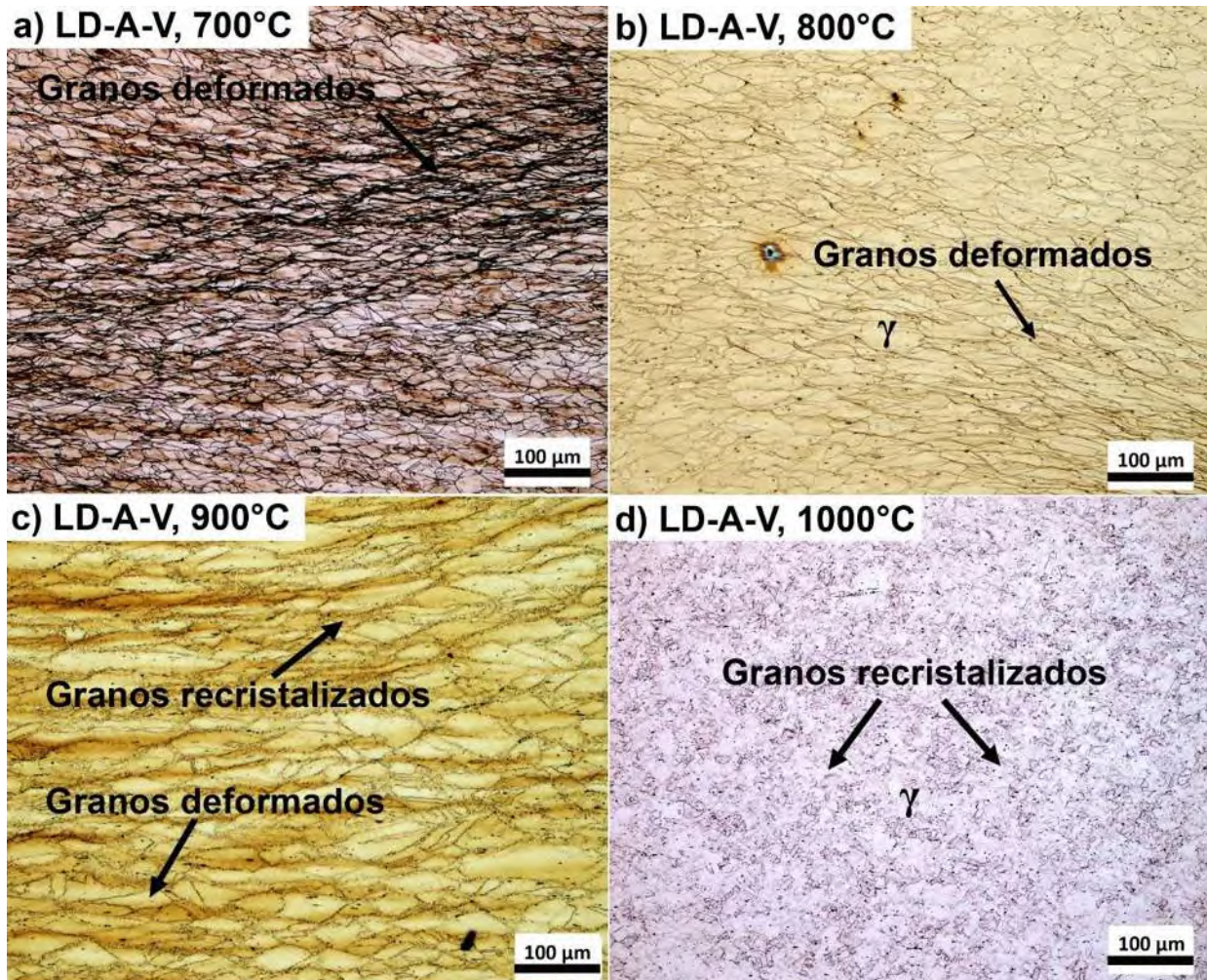


Figura 4.23 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-A-V a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s⁻¹.

En la Figura 4.24 se presentan las micrografías correspondientes al acero LD-D-REF deformado en un rango de temperaturas de 700 a 1000 °C, a una velocidad de deformación de 0.0005 s⁻¹. Estas imágenes muestran la evolución microestructural durante la deformación en caliente bajo distintas condiciones termo-mecánicas. A 700 °C (Figura 4.24a), se observan zonas con deformación localizada, caracterizadas por la presencia de microbandas y grietas, lo que genera un comportamiento inestable durante la fluencia en caliente. Este fenómeno está asociado directamente a una baja eficiencia de disipación de energía mostrada en los mapas de procesamiento (Figuras 4.17), donde estas condiciones se ubican dentro de dominios de

inestabilidad. A 800 °C (Figura 4.24b), aunque se mantiene una microestructura con granos deformados, se aprecia una ligera disminución de la localización de la deformación, lo que sugiere una transición hacia condiciones más estables, aunque aún con mecanismos de restauración limitados. En la condición de 900 °C (Figura 4.24c), se identifica la coexistencia de granos deformados y granos recrystalizados, lo que indica la activación de la recrystalización dinámica discontinua (dDRX). Este mecanismo se asocia a la nucleación de nuevos granos en los límites de grano y zonas de alta densidad de dislocaciones, promoviendo la fragmentación de los granos deformados. Este comportamiento está acorde con las regiones de mayor eficiencia de disipación de energía observadas en los mapas de procesamiento (Figuras 4.17). Finalmente, a 1000 °C (Figura 4.24d), se observa una microestructura completamente recrystalizada, compuesta por granos finos equiaxiales y homogéneos, lo que indica recrystalización dinámica continua (cDRX) y/o procesos avanzados de restauración. Bajo estas condiciones, la alta capacidad de disipación de energía favorece una deformación más estable y homogénea, lo cual corresponde a los dominios seguros del procesamiento en los mapas de procesamiento.

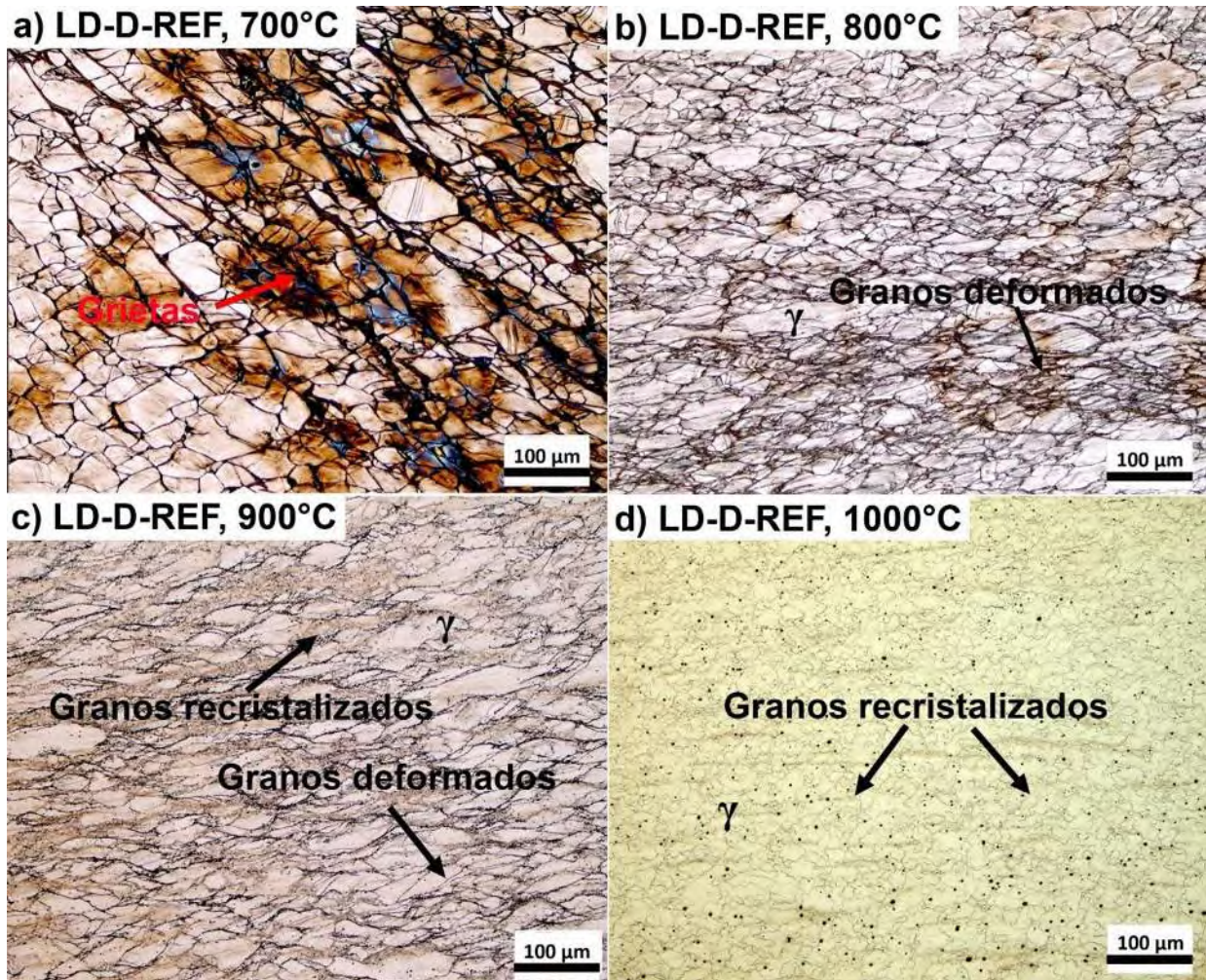


Figura 4.24 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-D-REF a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} .

En la Figura 4.25 se muestran las micrografías de las muestras deformadas del acero LD-D-V a temperaturas desde 700 a 1000 °C con velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} . Al igual que para el acero de referencia, para el acero microaleado también se presentan distintas zonas de inestabilidad a la fluencia, tal como se aprecia en los mapas de procesamiento Figura 4.18. Como se observa en la Figura 4.22 al igual que en el acero de referencia, se presentan regiones de recrystalización dinámica discontinua (dDRX) tipo necklace (Figura 4.22c)) y recrystalización dinámica continua (cDRX) (Figura 4.22d)). Este último tipo de recrystalización genera una condición segura para llevar a cabo la deformación plástica en caliente de estos aceros, lo que se corrobora en los mapas de procesamiento para ambos aceros. El incremento en la temperatura o

disminución de la velocidad de deformación promueven la recrystalización dinámica, así como el crecimiento de islas de ferrita- δ en la matriz austenítica [24]. Las muestras deformadas presentan zonas donde ocurren defectos tales como grietas (Figura 4.20a) y Figura 4.20b)), así como transformaciones microestructurales y/o de fases del tipo: $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$. El cambio microestructural que se presenta en cada una de las condiciones mencionadas anteriormente se presenta en los mapas de eficiencia de disipación de energía y en los mapas de procesamiento calculados previamente. Por otro lado, en las Figuras 4.20c) y Figura 4.20d) se observa una microestructura con retraso en el mecanismo de recrystalización dinámica discontinua y continua respectivamente, a diferencia del acero de referencia, que se atribuye principalmente al efecto del V, lo que genera valores de m más bajos, como se observa en las Figuras 4.14c) y Figura 4.14d), lo que genera un cambio microestructural más lento.

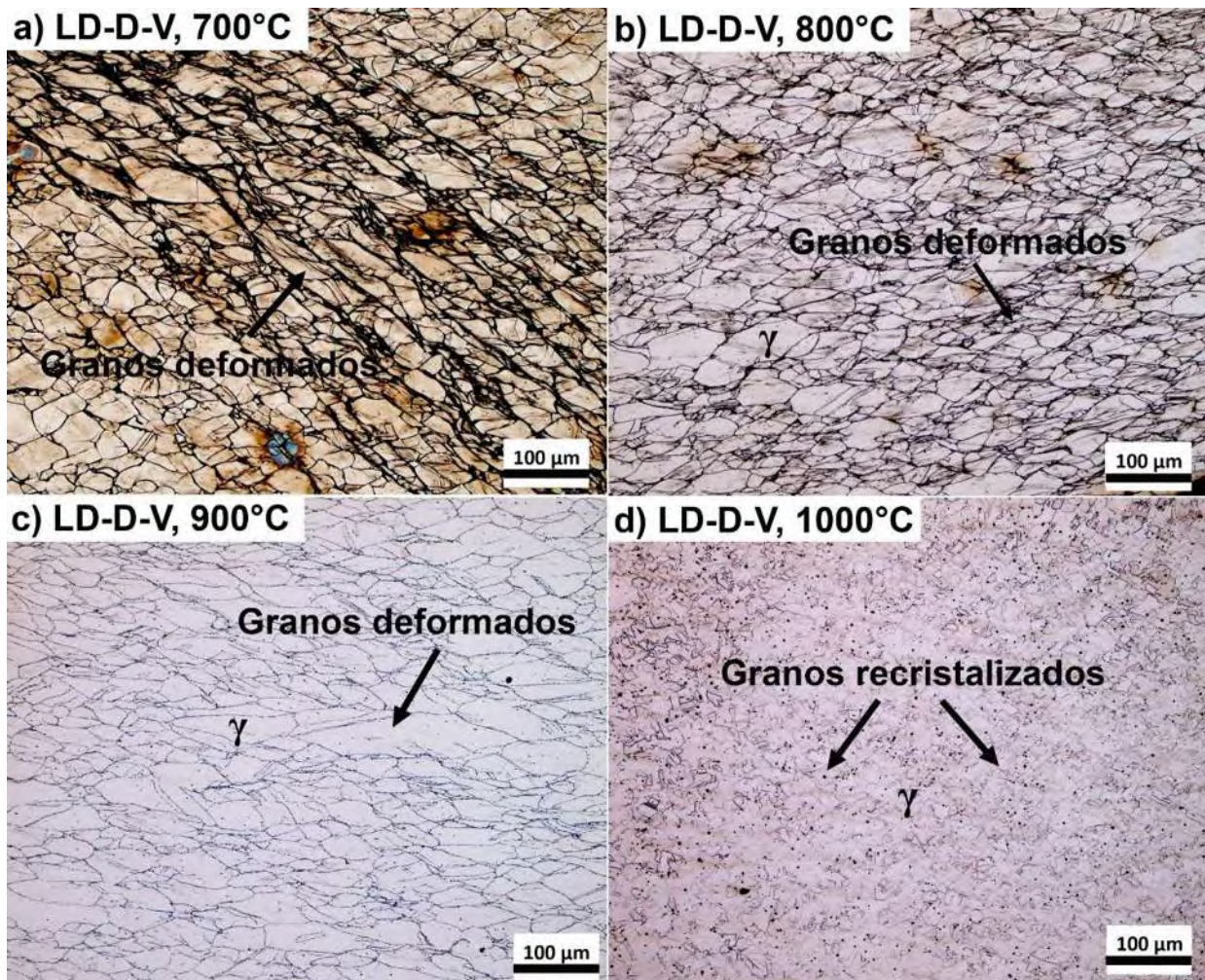


Figura 4.25 Micrografías mediante LOM de muestras deformadas del acero LD-D-V a temperaturas de: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C y velocidad de deformación de 0.0005 s⁻¹.

En la Figura 4.26 se muestran las micrografías de los aceros LD austeníticos y duplex deformados a 700 °C con velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} pero a mayor magnificación. En dichas micrografías se pueden observar granos deformados con grietas internas, lo que indica inestabilidad bajo estas condiciones de deformación empleadas, la cual sugiere que el material experimentó niveles de esfuerzo que superaron su ductilidad. Esto dio inicio a la propagación de grietas tanto a lo largo de los límites de grano como en el interior de estos. Además, se muestra la presencia de microbandas de deformación (DMBs), indicativas de deformación plástica localizada como se aprecia mejor a mayores aumentos en las Figuras 4.26a y 4.26b. Estas microbandas, comúnmente formadas bajo condiciones de alta deformación, corresponden a regiones de alta densidad de dislocaciones, lo que provoca un endurecimiento localizado dentro de la microestructura.

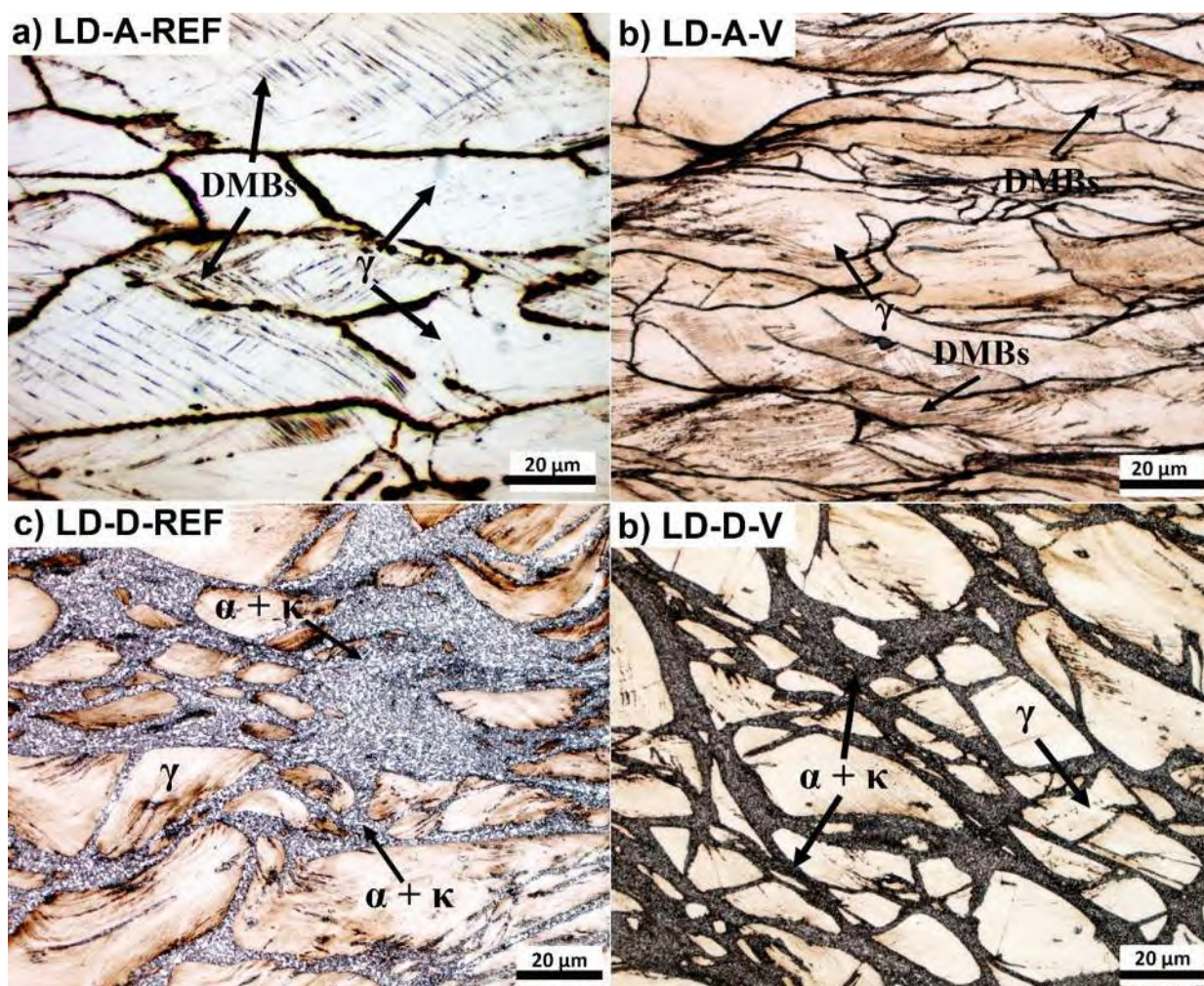


Figura 4.26 Imágenes mediante LOM de las probetas de los ensayos de compresión a 700 °C y con velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} de los aceros LD.

La presencia de estas microbandas indica que el material experimenta una deformación no uniforme, lo cual puede favorecer la formación de defectos adicionales si el material se somete a mayores niveles de esfuerzo [106-108]. Por otro lado, en los aceros LD dúplex (Figuras 4.26c y d) muestran una microestructura compuesta por austenita y regiones transformadas de $\alpha + \kappa$, las cuales se formaron durante el proceso termo-mecánico. En el acero LD-D-V, se observa una distribución más refinada de la fase $\alpha + \kappa$, lo cual sugiere un efecto del V en la cinética de transformación y en la estabilidad de las fases. En conjunto, estas observaciones microestructurales corroboran lo mostrado en los mapas de procesamiento (Figuras 4.20 y 4.21), donde las zonas de inestabilidad se asocian con la formación de microbandas y transformaciones de fase, mientras que las condiciones más estables indican una deformación más homogénea y mecanismos de restauración dinámica.

Por otro lado, en la Figura 4.27 se muestran micrografías de SEM de los aceros LD austeníticos y dúplex, en las cuales, se observa una vista más detallada de la microestructura deformada a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} , la cual revela la presencia de microbandas de deformación, así como de partículas precipitadas, entre ellas carburos- κ , nitruros de aluminio (AlN) y sulfuros de manganeso (MnS), los cuales fueron localizados tanto en los límites de grano como en el interior de los granos de austenita. La microestructura observada en la Figura 4.27a muestra microbandas de deformación, las cuales representan zonas de deformación localizada y se caracterizan por una elevada densidad de dislocaciones dentro de los granos individuales. Cabe destacar que las microbandas contribuyen de manera significativa a la absorción de energía durante la deformación plástica, lo que puede influir directamente en propiedades mecánicas como la resistencia y la ductilidad [109]. La presencia de MnS, AlN y carburos- κ confirman la distribución heterogénea de partículas de segunda fase dentro de la matriz austenítica y a lo largo de los límites de grano, lo que potencialmente influye en la respuesta mecánica del material bajo condiciones de deformación en caliente como se muestra en las Figuras 4.27b-d).

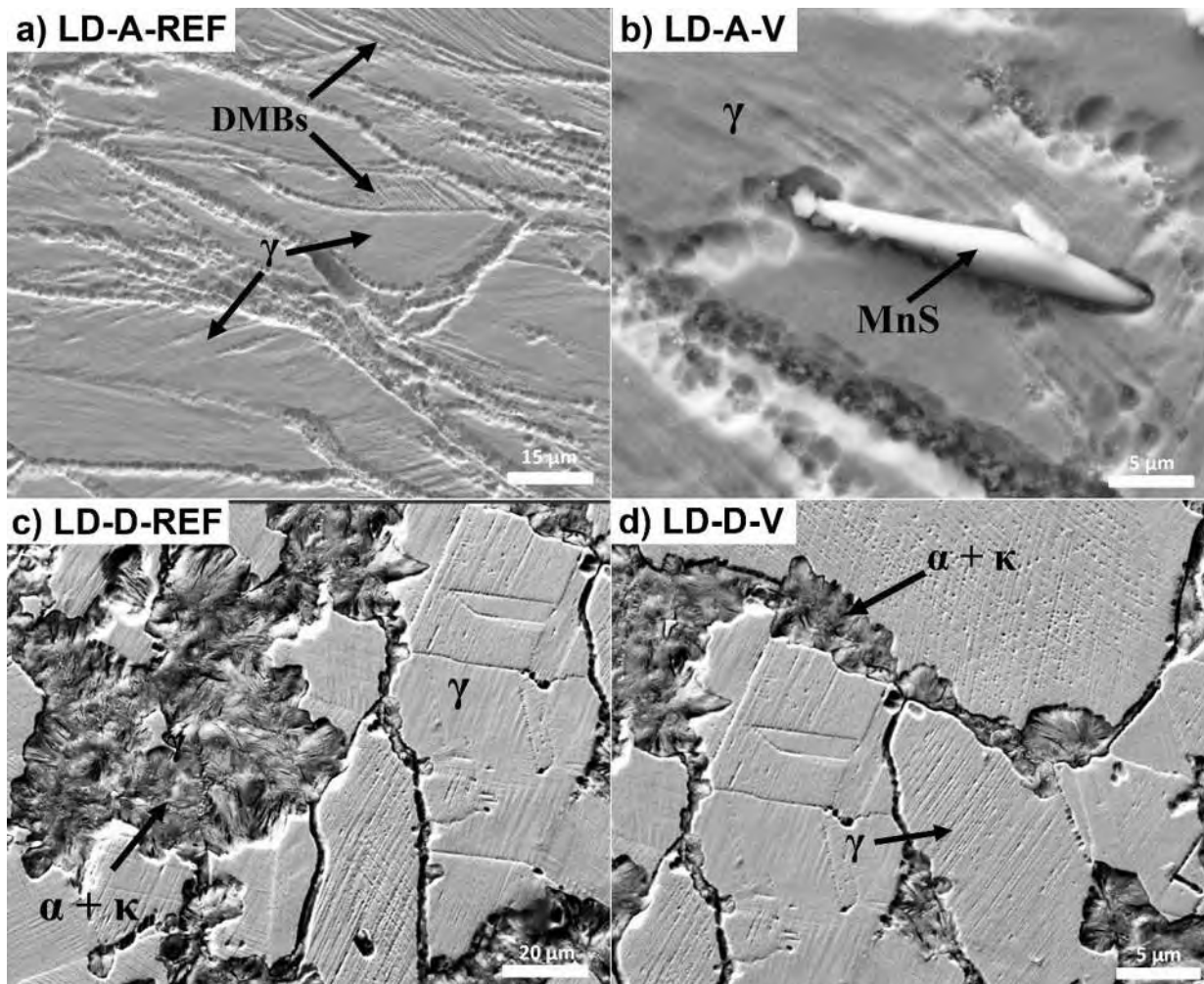


Figura 4.27 Micrografías obtenidas por SEM de los aceros LD austeníticos y dúplex de baja densidad deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s⁻¹. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y LD-D-V.

En la Figura 4.28 se muestra la morfología y composición de los precipitados de segunda fase previamente identificados de la Figura 4.27, tales como los AlN y los carburos-κ, los cuales fueron analizadas mediante espectroscopía de dispersión de energía de rayos-X (EDS), en dichas imágenes se revela que estas partículas se localizan predominantemente a lo largo de los límites de grano de la austenita. La formación de AlN se atribuye a la fuerte afinidad química entre el aluminio (Al) y el nitrógeno (N) a temperaturas elevadas, lo que favorece la nucleación y crecimiento de estos nitruros a lo largo de los límites de grano, tal como se observa en la Figura 4.28b.

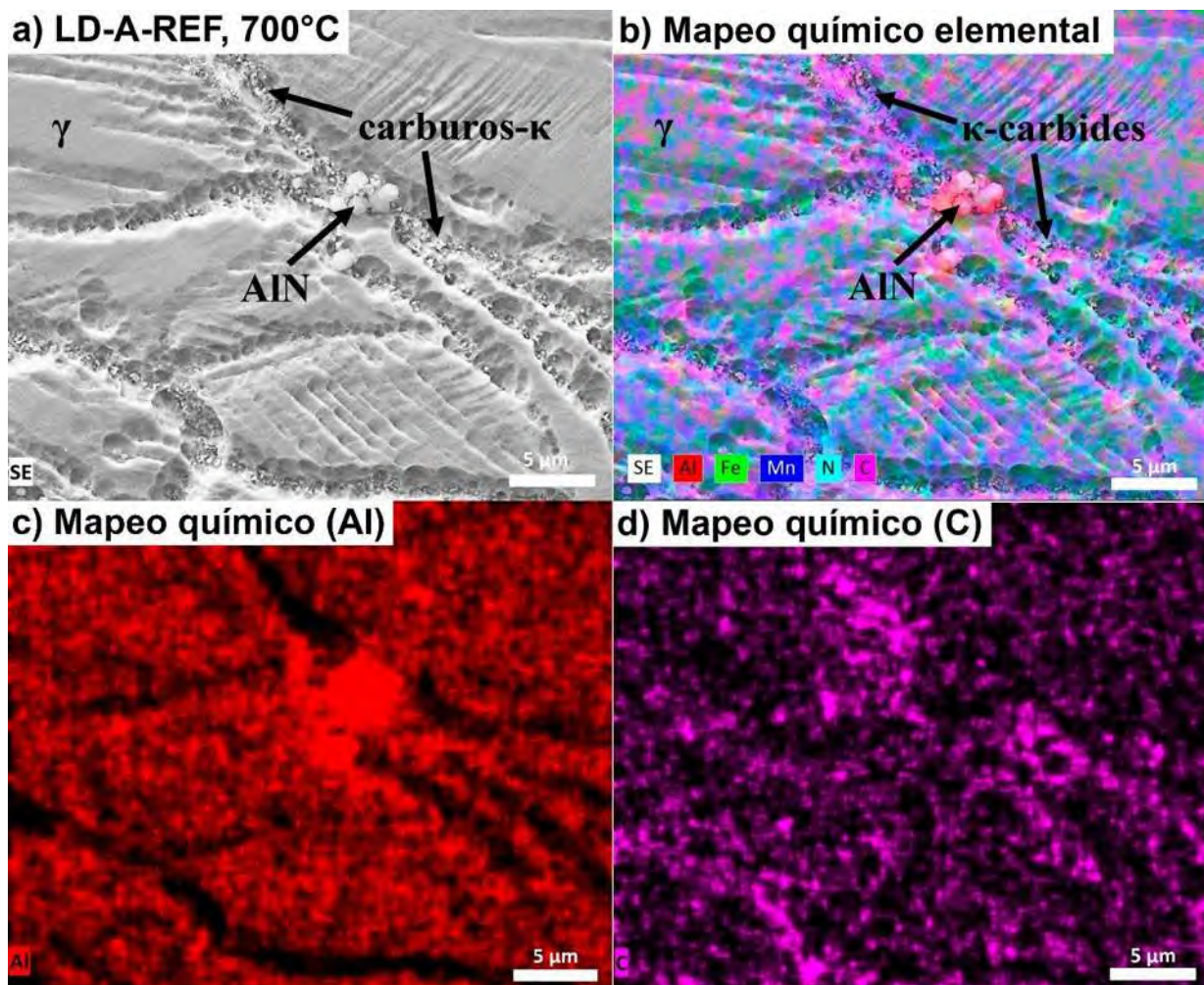


Figura 4.28 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-A-REF deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.1 s^{-1} . a) Partículas de nitruro de aluminio (AlN) y carburos κ ; b) mapeo químico por SEM de partículas de AlN y carburos κ ; c) mapa químico de aluminio (Al) y d) mapa químico de carbono (C).

Es bien sabido que los precipitados de AlN pueden actuar como sitios de concentración de esfuerzos, lo que hace al acero más susceptible a fracturarse bajo esfuerzos elevados. Estas partículas de AlN se forman a partir de la fase líquida a altas temperaturas, cercanas a 1500 °C. Conforme el acero comienza a solidificarse, alrededor de 1280 °C los AlN se estabilizan y alcanzan una fracción de fase aproximada de 0.01 % en peso, de acuerdo con las predicciones termodinámicas obtenidas mediante JMatPro (Figura 8b). Por otro lado, se sabe que los carburos- κ precipitan a temperaturas más bajas, alrededor de 725 °C, y se estabilizan a 550 °C con una

fracción de fase cercana a 11.5 %, como lo confirman las predicciones de JMatPro (Figura 8a). Estos carburos tienden asimismo a localizarse en los límites de grano, generando un comportamiento frágil en el acero. La presencia combinada de estos precipitados puede afectar de manera significativa la capacidad de deformación en caliente, ya que contribuyen a la formación de regiones de inestabilidad dentro de los mapas de procesamiento como se observa en las Figuras 4.17 y 4.18. Estas regiones de inestabilidad corresponden a zonas en las que el material es más susceptible a la aparición de defectos, tales como agrietamiento y fractura durante la deformación en caliente, lo que resalta la necesidad de un control adecuado de las condiciones de procesamiento para evitar efectos perjudiciales en las propiedades mecánicas. Además, la presencia de partículas precipitadas, como carburos- κ , AlN y MnS, es de gran importancia debido a su notable influencia en el comportamiento durante la deformación en caliente. Por ejemplo, los carburos- κ pueden contribuir al endurecimiento del acero, mejorando su resistencia al desgaste [110], mientras que los AlN son reconocidos por inhibir el crecimiento de grano durante el procesamiento a altas temperaturas, lo que favorece el refinamiento de grano en la microestructura [111].

En la Figura 4.29 se muestran los mapeos químicos elementales obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-A-V, los cuales revelan la presencia de una partícula de MnS, la cual se formó aproximadamente alrededor de 1280 °C durante la solidificación y alcanzó una fracción de fase aproximada de 0.005 %, esto de acuerdo con las predicciones realizadas mediante las simulaciones termodinámicas de JMatPro (Figura 4.6b). La formación de MnS se atribuye a la fuerte afinidad entre el azufre y el manganeso a altas temperaturas, lo que favorece la nucleación y crecimiento de estas partículas tanto en el interior como en los límites de los granos de austenita. Estos sulfuros que suelen encontrarse en los límites de grano pueden actuar como sitios de iniciación de grietas, afectando potencialmente la tenacidad y el comportamiento mecánico del material, en particular su respuesta a la deformación y su estabilidad a temperaturas elevadas [112].

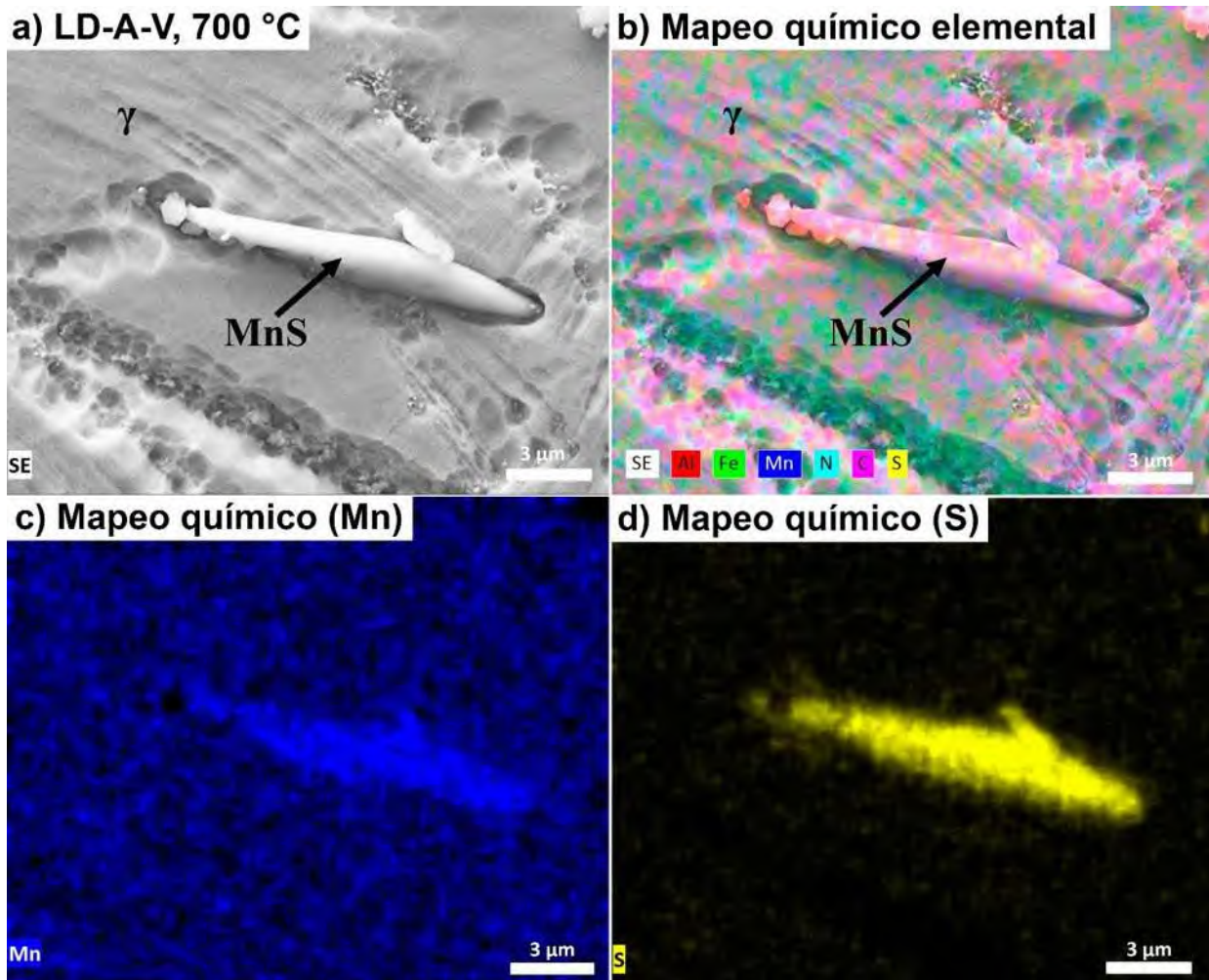


Figura 4.29 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-A-V deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} . a) Partícula de sulfuro de manganeso (MnS); b) mapeo químico elemental por SEM del sulfuro de manganeso; c) mapa químico de manganeso (Mn) y d) mapa químico de azufre (S).

Cabe señalar que, en condiciones de alta temperatura, estas inclusiones tienden a perder coherencia con la matriz austenítica, lo que facilita la nucleación de vacíos en los límites de grano o en las interfaces inclusión-matriz. El crecimiento de las inclusiones de MnS a altas temperaturas puede impactar de manera significativa el comportamiento de deformación en caliente de los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C. Dichas inclusiones tienden a crecer debido a las elevadas tasas de difusión a altas temperaturas, lo que afecta la uniformidad de la microestructura. A medida que estas partículas aumentan de tamaño, actúan como concentradores de esfuerzos, particularmente en la interfaz matriz-inclusión, lo que provoca la acumulación localizada de esfuerzos internos. Esto

puede conducir a la inestabilidad plástica, ya que los vacíos pueden crecer y coalescer, debilitando el acero y reduciendo su capacidad de continuar deformándose [113–114].

En la Figura 4.30 se presentan los mapeos químicos obtenidos mediante SEM para el acero LD-D-REF a 700 °C y a 0.0005 s⁻¹. En la Figura 4.30a se observa la morfología irregular localizada en la matriz correspondiente a la mezcla $\alpha + \kappa$. Esta mezcla de fases se encuentra en una región donde a su vez se observa con la fase austenítica γ . El mapeo químico elemental (Figura 4.30b) confirma la naturaleza de las fases, mostrando una clara segregación de elementos en la región señalada. En particular, los mapas individuales de composición evidencian una distribución homogénea de hierro (Fe) en la matriz circundante (Figura 4.30c), mientras que el mapa de carbono (Figura 4.30d) presenta una dispersión más fina asociada a las zonas donde ocurre la precipitación de carburos- κ .

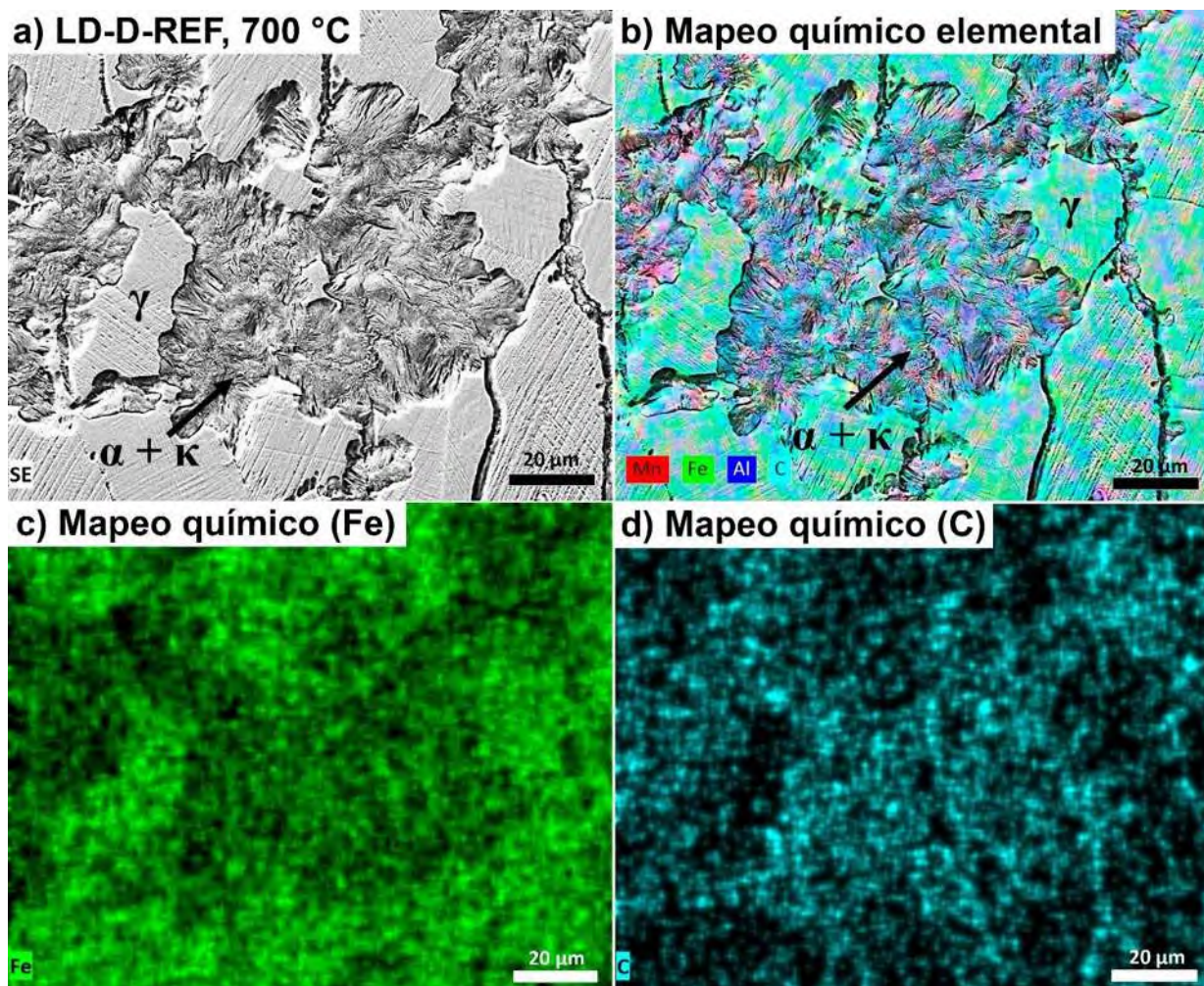


Figura 4.30 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-D-REF deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s⁻¹. a) Mezcla de carburos-κ y ferrita; b) mapeo químico elemental por SEM de la mezcla de fases α + κ; c) mapa químico del hierro (Fe) y d) mapa químico del carbono (C).

Por otro lado, en la Figura 4.31 se presentan los mapeos químicos obtenidos mediante SEM para el acero LD-D-V a 700 °C y 0.0005 s⁻¹. En la Figura 4.31a se observa una partícula compuesta localizada en la matriz austenítica, en la cual se identifican dos fases distintas: una partícula de nitruro de aluminio (AlN) y una fase rica en V correspondiente a un VC. La morfología de la partícula sugiere un acoplamiento entre ambas partículas. Por otro lado, el mapeo químico elemental de la Figura 4.31b confirma la distribución de los elementos en la partícula, evidenciando una clara segregación química. En particular, el mapa de C (Figura 4.31c) muestra una concentración localizada en la región correspondiente al VC, mientras que el mapa de V (Figura

4.31d) presenta una señal intensa en la misma zona, confirmando la formación de VC. Por otro lado, la región asociada al AIN se distingue por su diferente tonalidad en el mapeo químico elemental, evidenciando la coexistencia de ambas fases en la misma partícula.

La presencia de VC en este acero microaleado indica la alta afinidad del V por el C, lo cual favorece la formación preferencial de VC durante el procesamiento termo-mecánico. Este fenómeno puede reducir la disponibilidad de C en la matriz austenítica, afectando la precipitación de carburos- κ y modificando la cinética de transformación de fases. Asimismo, estas partículas pueden actuar como sitios de anclaje para dislocaciones, influyendo en los mecanismos de endurecimiento y en la evolución microestructural del material bajo condiciones de deformación en caliente.

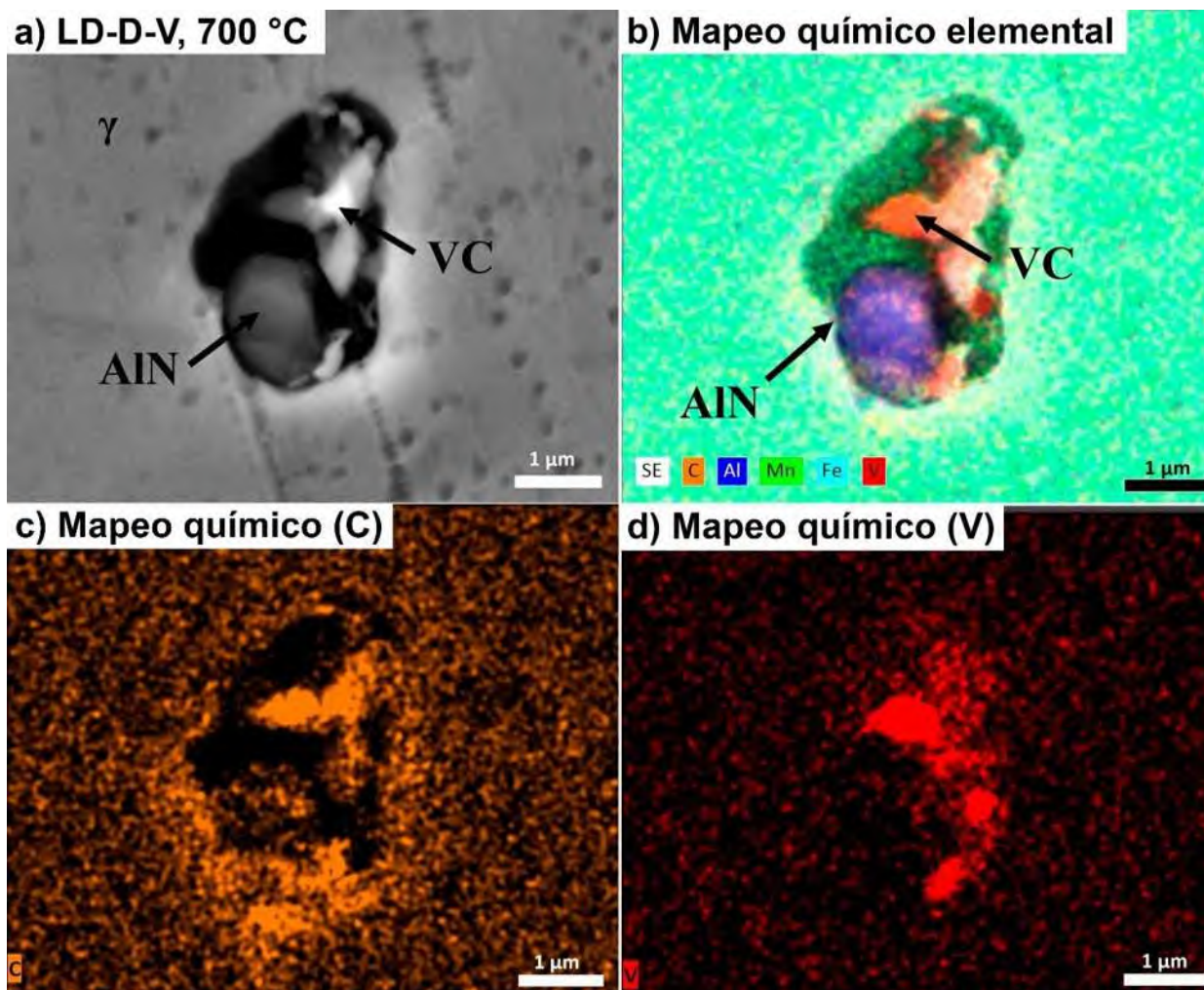


Figura 4.31 Mapas obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD-D-V deformado a 700 °C y a una velocidad de deformación de 0.0005 s^{-1} . a) Partícula de carburo de vanadio (VC); b) mapeo químico elemental por SEM de la partícula VC; c) mapa químico de carbono (C) y d) mapa químico de vanadio (V).

4.4 Dilatometría

4.4.1 *Análisis de las curvas de relajación de esfuerzos y cambio de longitud*

4.4.1.1 *Método de las tangentes*

En la Figura 4.32 se presentan las señales de relajación de esfuerzos obtenidas para los aceros LD de referencia a diferentes temperaturas. En las Figuras 4.32a y 4.32b se muestran las señales correspondientes al acero LD-A-REF en el intervalo de 450 °C a 750 °C, mientras que en las Figuras 4.32c y 4.32d se muestran las señales del acero LD-D-REF. Los cambios observados en las pendientes de las curvas de relajación de esfuerzos, obtenidas mediante los ensayos de dilatometría, pueden estar asociados a diversos fenómenos microestructurales y transformaciones de fase que ocurren en los aceros LD durante estos tratamientos térmicos. En estos fenómenos se incluyen transformaciones de fase, como la precipitación de fases secundarias (carburos- κ , ferrita- α y fases intermetálicas como B2 y D0₃), las cuales pueden influir de manera significativa en la pendiente de la señal. Estas transformaciones generan variaciones en la resistencia a la deformación, lo que se refleja directamente en la relajación de esfuerzos. Asimismo, los procesos de recuperación estática y recuperación dinámica que ocurren después de la deformación inicial provocan reordenamientos en las estructuras de las dislocaciones, contribuyendo a las modificaciones observadas en las pendientes [115]. Otro aspecto relevante corresponde a la recrystalización dinámica y estática. A temperaturas intermedias (550-650 °C), la presencia de granos finos recrystalizados sugiere que la recrystalización se lleva a cabo como consecuencia de las altas densidades de dislocaciones generadas durante la deformación. En contraste, a temperaturas más elevadas (700-750 °C) predomina la recrystalización estática, favoreciendo un mayor crecimiento de los granos recrystalizados [116].

Al comparar ambos aceros LD austeníticos y dúplex, se observan diferencias claras en la cinética y magnitud de la relajación de esfuerzos. El acero LD-A-REF muestra una relajación más gradual y niveles de esfuerzo relativamente más altos a lo largo del tiempo, evidenciando una mayor resistencia al ablandamiento. Este comportamiento puede atribuirse a la austenita estable, lo cual a altas temperaturas retrasa tanto los procesos de recuperación como la recrystalización, además de modificar la cinética de precipitación de carburos- κ . Como consecuencia, los eventos asociados a cambios de pendiente se desplazan hacia tiempos mayores o se presentan de forma menos marcada, indicando una evolución microestructural más lenta. En contraste, el acero LD-D-REF presenta

una disminución del esfuerzo más pronunciada, particularmente a temperaturas elevadas (650-750 °C), lo que indica una mayor capacidad de deformación asociada a mecanismos activos de restauración y recristalización. Asimismo, los cambios en la pendiente (P_s) se presentan de forma más definida y, en algunos casos, a tiempos más cortos, lo que sugiere una cinética de transformación más rápida. En conjunto, estos resultados evidencian que la austenita estable incrementa la resistencia al ablandamiento del material durante el envejecimiento, pero reduce su capacidad de disipación de esfuerzos en comparación con el acero dúplex.

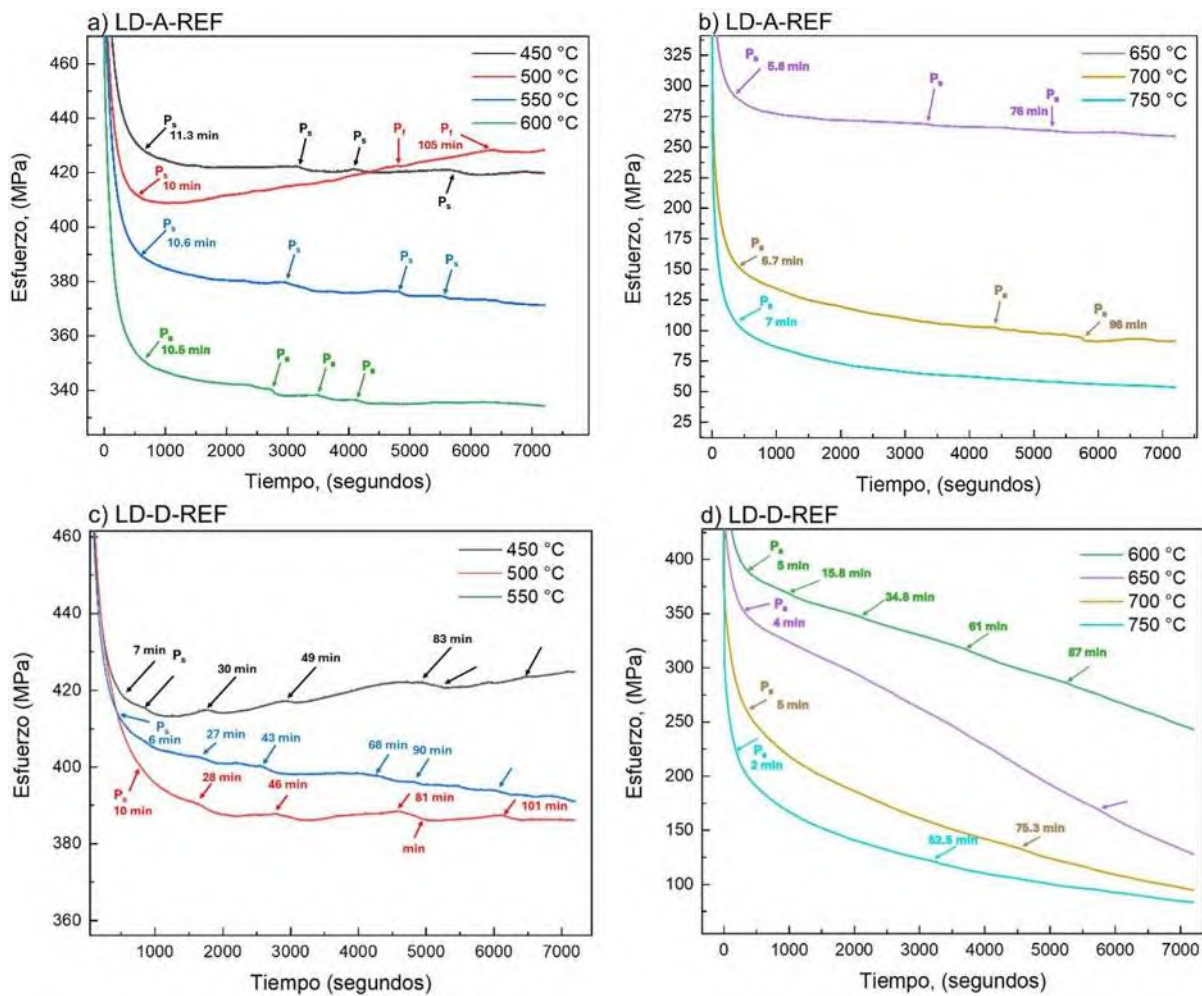


Figura 4.32 Curvas de relajación de esfuerzos obtenidas mediante ensayos de dilatometría. a), b) acero LD-A-REF, c) y d) acero LD-D-REF.

En la Figura 4.33 se muestran las señales de relajación de esfuerzos de los aceros LD microaleados con V (LD-A-V y LD-D-V), las cuales fueron obtenidas a diferentes temperaturas en el rango de

450 a 750 °C con intervalos de 50 °C. Al igual que en los aceros LD de referencia, estos materiales exhiben una notable variedad de cambios en la señal del comportamiento del esfuerzo a lo largo del tratamiento térmico, especialmente a bajas temperaturas (450-550 °C). Sin embargo, se observa que la magnitud de dichos cambios tiende a disminuir a temperaturas más elevadas (600-750 °C).

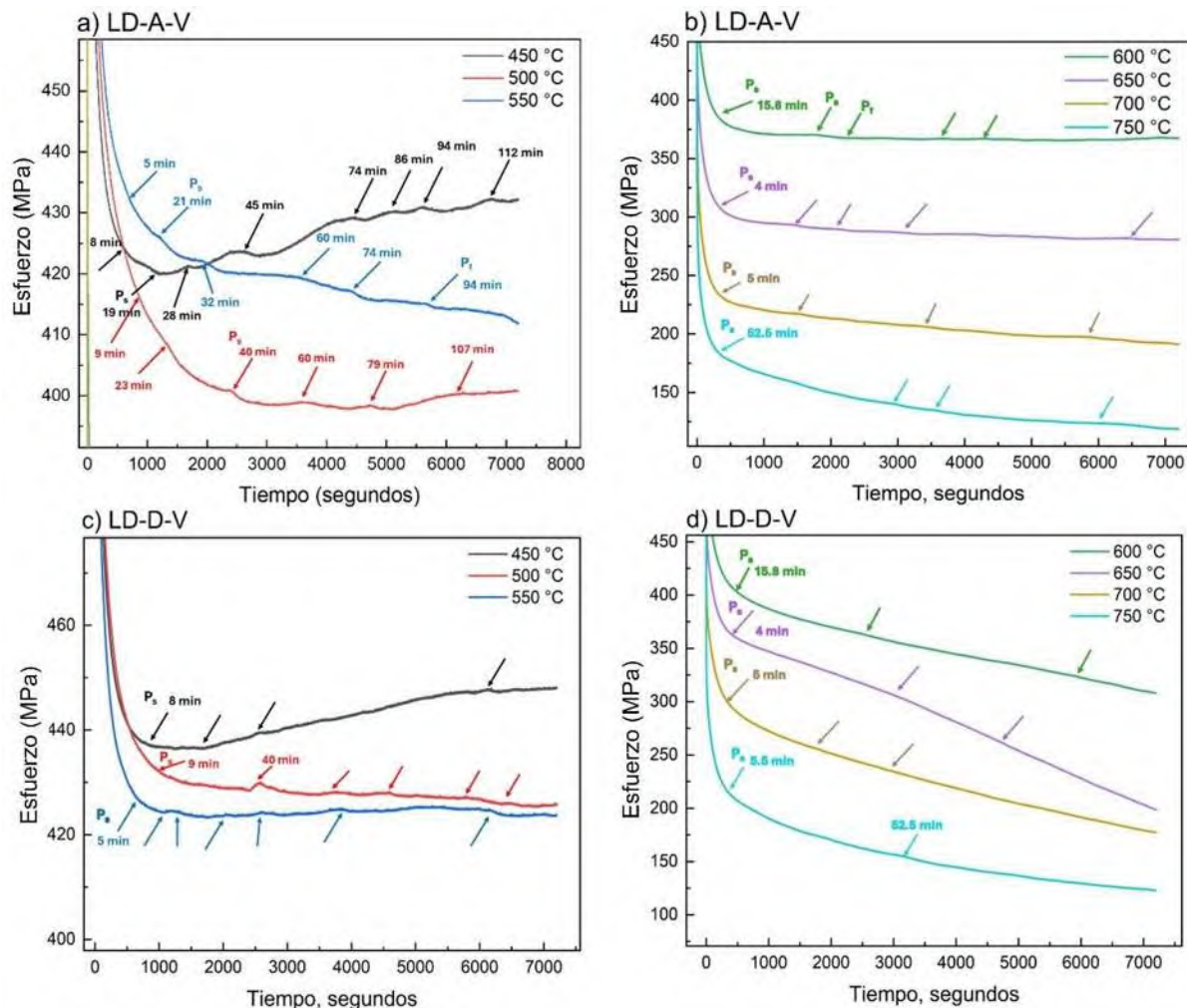


Figura 4.33 Curvas de relajación de esfuerzos obtenidas mediante ensayos de dilatometría. a), b) acero LD-A-V, c) y d) acero LD-D-V.

Por otro lado, los cambios de pendiente de las curvas de relajación de esfuerzos presentados anteriormente fueron corroborados mediante la superposición con las señales de cambio de longitud, las cuales se muestran en la Figura 4.34. Dichas señales evidencian variaciones en la pendiente de las curvas, lo que refleja fenómenos de expansión y contracción del material,

directamente relacionados con transformaciones de fase, precipitación de partículas de segundas fases, así como con mecanismos de endurecimiento, ablandamiento y recrystalización dinámica o estática, entre otros. Esto confirma que ambos métodos registran las variaciones de manera simultánea y en puntos específicos del tratamiento térmico. En consecuencia, la correlación entre las señales respalda la confiabilidad de las técnicas experimentales empleadas en este estudio.

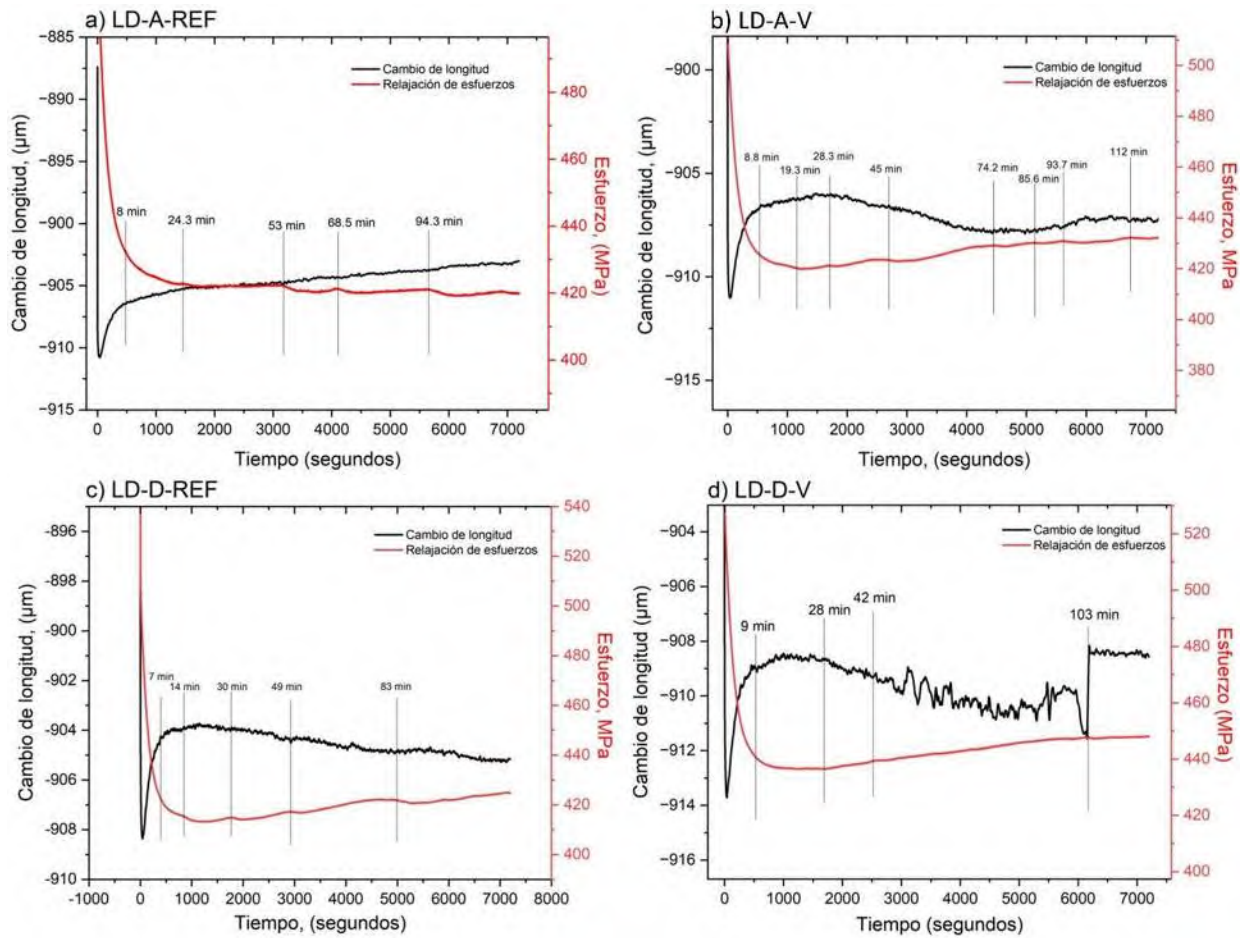


Figura 4.34 Superposición de las curvas de relajación de esfuerzos y de cambio de longitud obtenidas mediante los ensayos de dilatometría. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

4.4.1.2 Método de la derivada

En la Figura 4.35 se muestran las señales de relajación de esfuerzos (en color negro) superpuestas con sus respectivas derivadas de los aceros LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados representados en colores rojo y verde, respectivamente, ilustrando claramente las variaciones detectadas mediante este procedimiento. La aplicación de este método ha sido ampliamente

validada en estudios similares, algunos ejemplos han sido reportados por Kaltzakorta y col. [86] y Grajcar y col. [133] para el análisis de señales complejas relacionadas con transformaciones de fases y relajación de esfuerzos. En las imágenes se pueden observar los valores de la derivada que sobrepasan el valor 0, indicando ahí los puntos donde las pendientes de las curvas cambian indicando el inicio o fin de alguna transformación de fase o mecanismo durante el tratamiento térmico. Este método se utilizó para construir las curvas de inicio de precipitación tiempo temperatura (PTT).

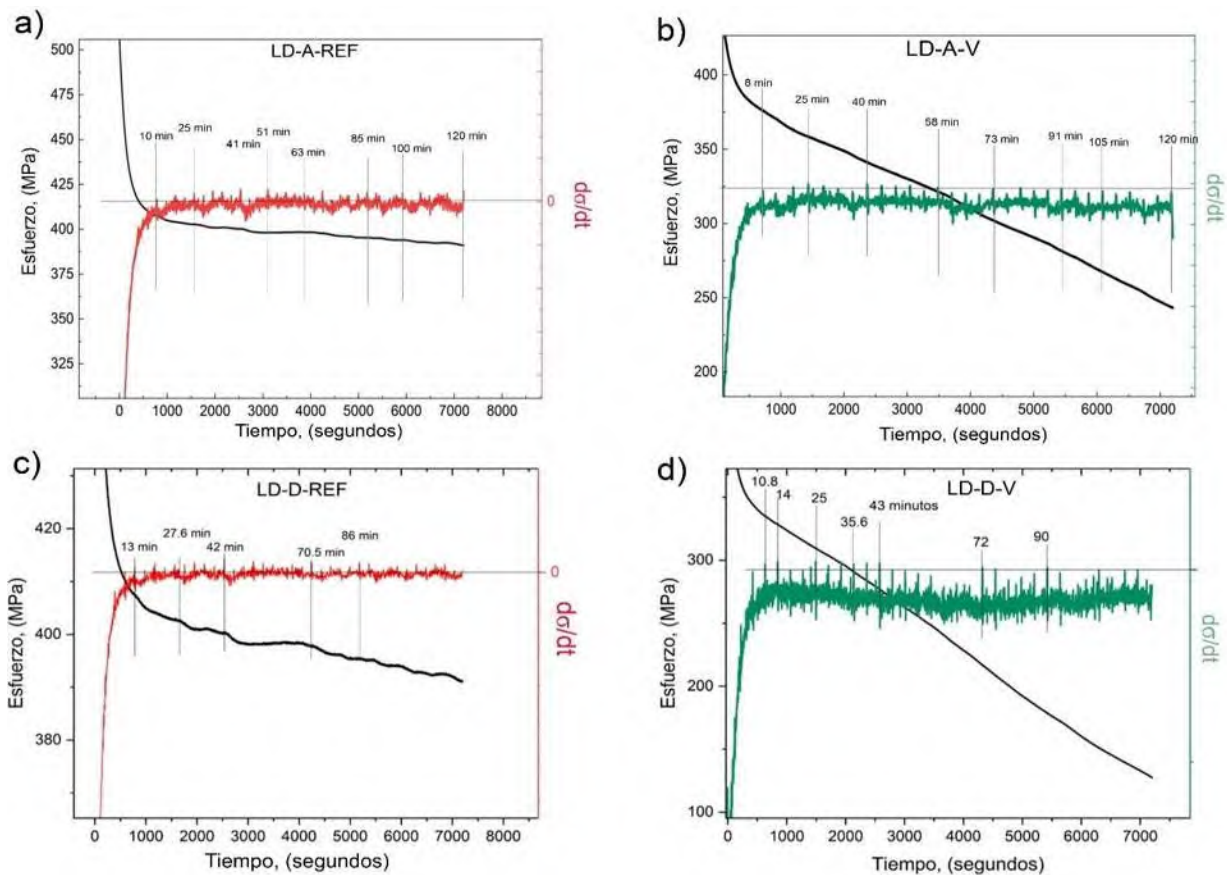


Figura 4.35 Curvas de relajación de esfuerzos con su derivada para la determinación de los puntos de inflexión de los cambios de pendiente en la curva. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

4.4.2 Construcción de las curvas PTT (Precipitación Tiempo Temperatura)

En la Figura 4.36 se muestran las curvas PTT correspondientes al inicio de la precipitación de los cuatro aceros LD, determinadas mediante el método de las tangentes y la superposición de las

señales de relajación de esfuerzos y cambio de longitud. En dichas imágenes se observa que los inicios de precipitación ocurren en tiempos significativamente cortos, incluso a bajas temperaturas, donde los tiempos siguen siendo muy reducidos. Este comportamiento se atribuye a la deformación previa inducida en las probetas justo antes de iniciar cada tratamiento térmico de envejecimiento. Dicho paso preparatorio incrementó la densidad de dislocaciones, lo que, a su vez, aceleró notablemente la cinética de las transformaciones de fase durante el tratamiento térmico. Sin embargo, como se aprecia en la Figura 4.34, resulta difícil determinar con precisión el tiempo exacto del cambio de pendiente inicial, debido a que ambas señales presentan una curvatura amplia y tienden a estabilizarse tras la deformación previa.

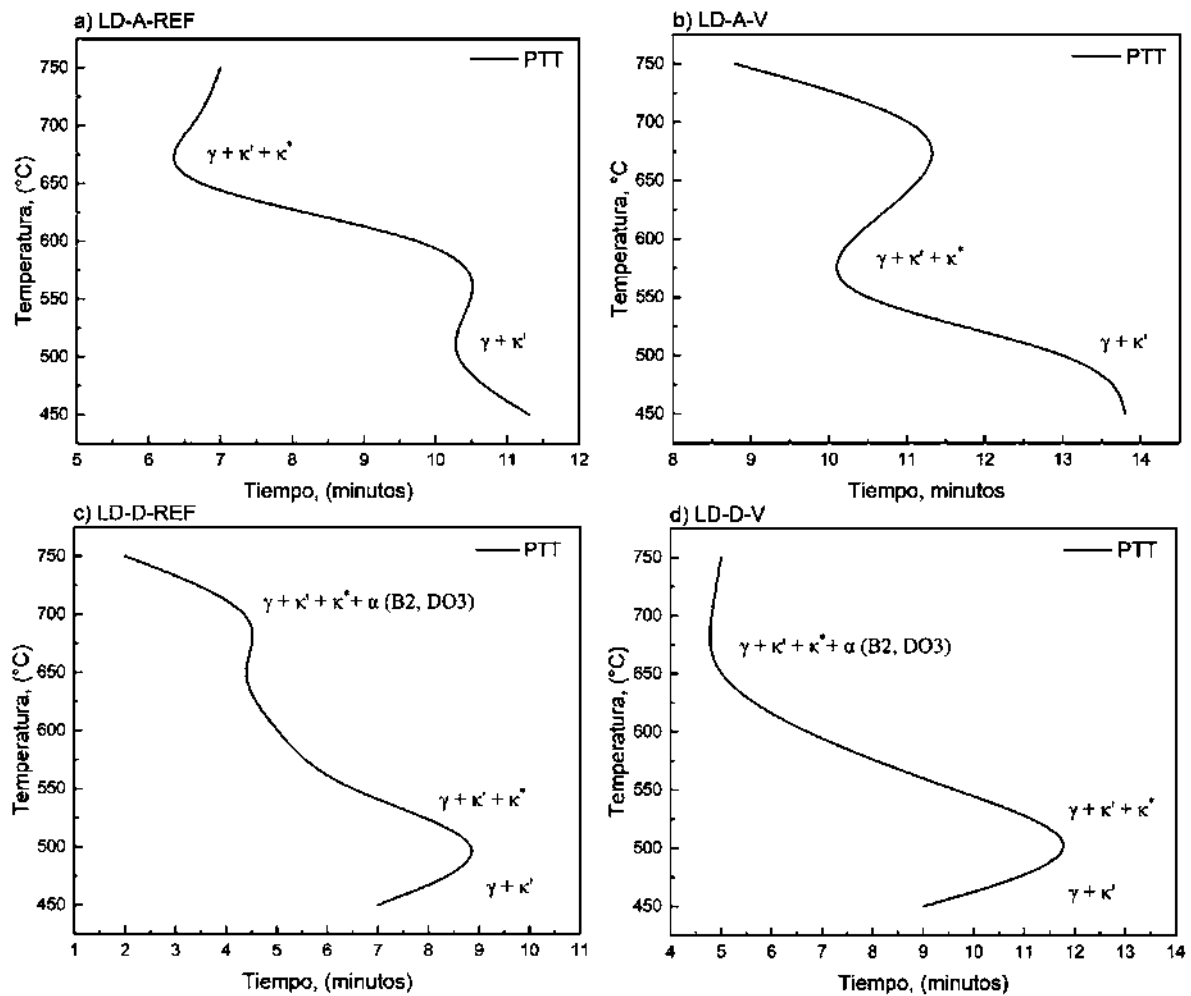


Figura 4.36 Curvas PTT obtenidas mediante el método de las tangentes. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

En general, las curvas PTT muestran diferencias claras entre los aceros LD austeníticos y dúplex, así como un efecto del V como elemento microaleante sobre la cinética de precipitación. En los aceros austeníticos, el inicio de precipitación ocurre a tiempos mayores respecto a los aceros dúplex, lo que indica una cinética de precipitación más lenta, la cual es consistente con la permanencia de una matriz completamente austenítica y con la precipitación de carburos- κ' a bajas temperaturas, seguida por carburos- κ^* al aumentar la temperatura. En contraste, los aceros dúplex presentan tiempos de inicio de precipitación más cortos y curvas desplazadas hacia menores tiempos, lo cual sugiere una mayor rapidez en la evolución microestructural, favorecida por la descomposición más activa de la austenita en ferrita + carburos- κ^* . Asimismo, en los aceros dúplex se identifica la aparición de ferrita y la posible presencia de fases ordenadas tipo B2/D0₃ a temperaturas elevadas, lo que indica una transformación más compleja que en los aceros austeníticos. Por otra parte, el efecto del V se muestra como un desplazamiento general de las curvas PTT hacia tiempos mayores, tanto en los aceros austeníticos como en los dúplex, evidenciando un retardo en la cinética de precipitación. Este comportamiento puede atribuirse a la afinidad del V por el C para la formación de VC, los cuales disminuyen la disponibilidad de C para la formación de carburos- κ y retrasan la evolución de las transformaciones de fase durante el envejecimiento, tal como se corrobora más adelante mediante la caracterización de difracción de rayos-X por radiación sincrotrón.

En la Figura 4.37 se muestran las curvas PTT obtenidas a través del método de la derivada, el cual se aplicó a las señales de relajación de esfuerzos y cambio de longitud. Este método permite una detección más precisa de los inicios de transformación, ya que es más sensible a los cambios de pendiente de las señales originales. En todos los aceros se observa que los tiempos de inicio de la precipitación son relativamente cortos, incluso a bajas temperaturas, lo que indica un adelanto en la cinética de transformación, la cual es asociada a la alta densidad de dislocaciones inducida por la deformación previa. En los aceros dúplex, las curvas muestran la aparición de fases partiendo de la austenita, hacia los carburos- κ intragranulares e intergranulares (κ' , κ^*), así como ferrita α y la posible presencia de fases intermetálicas ordenadas (B2 y D0₃), evidenciando la complejidad de la evolución microestructural durante el envejecimiento. Por otra parte, los aceros austeníticos (LD-A-REF y LD-A-V) presentan un retraso ligero en los tiempos de inicio en comparación con los aceros de dúplex, lo que sugiere que la austenita es más estable y requiere de tiempos mayores para la precipitación de segundas fases. Por otro lado, ambos aceros microaleados presentan un ligero

retraso en la precipitación y/o transformaciones de fases respecto a los aceros de referencia, lo que indica que el V modifica la cinética de nucleación y crecimiento de las fases secundarias. Este efecto puede estar relacionado con la alta afinidad del V a formar carburos estables, que actúan como sitios de anclaje y retardan la difusión de elementos en la matriz.

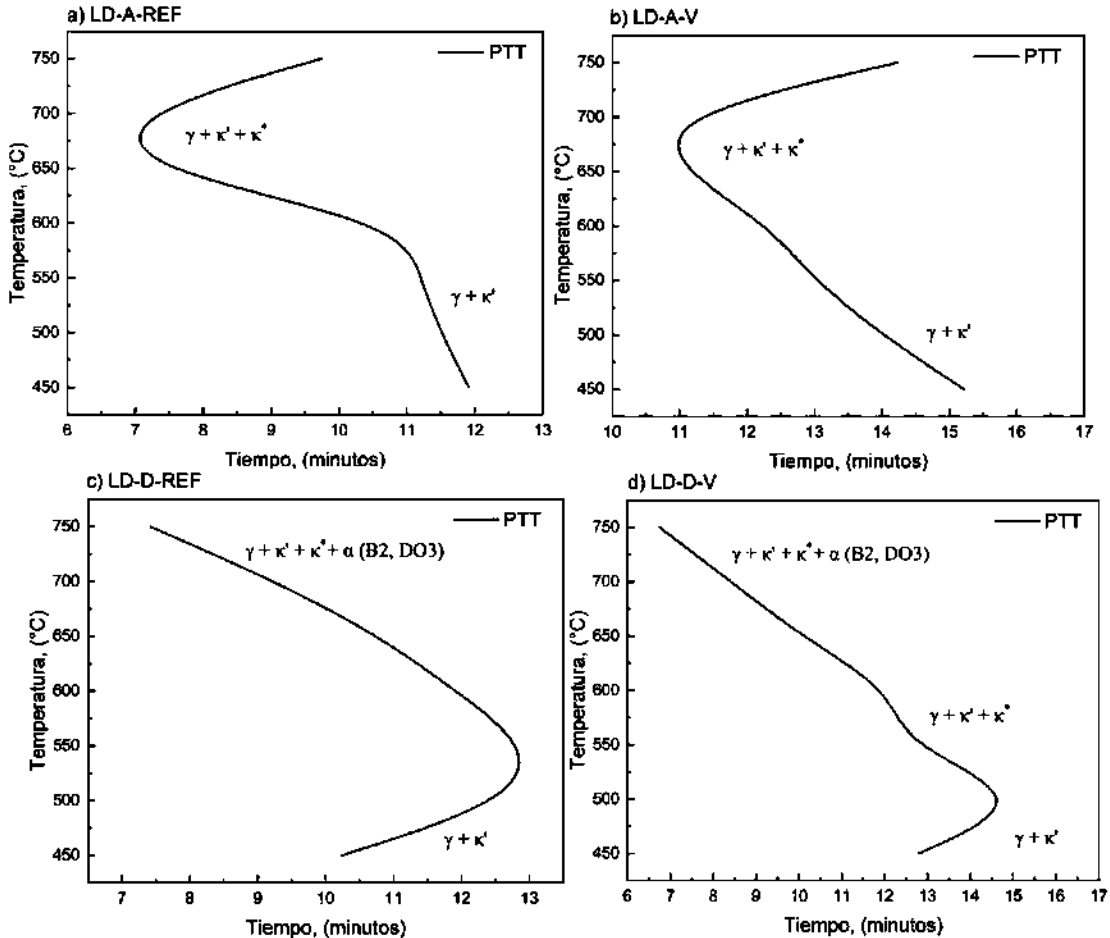


Figura 4.37 Inicio de curvas PTT obtenidas mediante la derivada de la señal de relajación de esfuerzos.

En conjunto, las curvas PTT confirman que, a medida que la temperatura del tratamiento de envejecimiento disminuye, el tiempo requerido para la nucleación de las fases secundarias se incrementa, aunque en todos los casos permanece dentro de un intervalo relativamente corto. Esto demuestra la fuerte influencia de la deformación previa en la aceleración de los procesos de precipitación, recristalización y transformaciones de fases.

Adicionalmente, las curvas de los aceros dúplex presentan una morfología distinta respecto a los aceros austeníticos, caracterizada por un desplazamiento hacia menores tiempos y una forma más abierta en el diagrama PTT. Este comportamiento está directamente relacionado con la presencia de ferrita en la microestructura. La ferrita, al presentar una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), exhibe coeficientes de difusión significativamente mayores que la austenita (FCC), lo que favorece una cinética más rápida de redistribución de elementos como C, Mn y Al [117]. Como consecuencia, se facilita la nucleación de fases secundarias y la descomposición de la austenita, particularmente hacia la formación de $\alpha + \kappa$. En contraste, en los aceros completamente austeníticos, la difusión es más lenta y la nucleación depende en mayor medida de defectos cristalinos como dislocaciones, lo que resulta en una cinética de transformación más retardada. Por lo tanto, la presencia de ferrita en los aceros dúplex no solo acelera los procesos de transformación, sino que también modifica la forma de las curvas PTT, reflejando una evolución microestructural más compleja y rápida en comparación con los aceros austeníticos.

En resumen, el método de la derivada mostró una mayor sensibilidad y precisión para identificar las variaciones en los cambios de pendiente de las señales de cambio de longitud y relajación de esfuerzos. Estas variaciones se encuentran directamente asociadas con transformaciones de fase, precipitación de segundas fases y mecanismos de endurecimiento y ablandamiento que ocurren durante el tratamiento térmico. A diferencia del método de las tangentes, el cual depende de la selección manual de las regiones lineales se puede introducir incertidumbre en la determinación de los puntos de inicio y fin de transformación (menor precisión), el método de la derivada permite detectar de manera más precisa cambios sutiles en la pendiente de las señales experimentales. Esto resulta muy importante en los aceros LD estudiados, donde múltiples fenómenos microestructurales pueden ocurrir simultáneamente o en intervalos de tiempo muy cortos. Por esta razón, el método de la derivada resulta más preciso para la construcción de las curvas PTT.

En la Figura 4.38 se presentan las nubes de puntos que corresponden a los cambios de pendiente identificados mediante el método de la derivada para todos los aceros y temperaturas evaluadas en los ensayos de dilatometría. Cada punto en estas nubes representa un evento asociado a distintos fenómenos, tales como transformaciones de fases, precipitación, recristalización (tanto estática como dinámica), ablandamiento y recuperación. Estos resultados permiten correlacionar las variaciones observadas en las señales con los procesos microestructurales que ocurren durante el

tratamiento isotérmico. Entre los eventos relacionados con las transformaciones de fase se incluyen el ordenamiento parcial de la austenita, la precipitación de carburos- κ' y carburos- κ^* , y la posible formación de fases ordenadas como B2, D0₃ y Mn- β . La distribución de puntos en distintos intervalos de tiempo y temperatura refleja la complejidad de la evolución microestructural en los aceros LD, y sugiere que varios mecanismos pueden estar actuando de manera simultánea o secuencial durante el envejecimiento.

Es importante resaltar que, aunque el método de la derivada ofrece gran sensibilidad para detectar estos eventos, es complicado determinar la relación exacta de cada punto mostrado en la Figura 4.38 con la naturaleza de la transformación, ya que su determinación exacta requiere llevar a cabo ensayos interrumpidos en momentos críticos. Asimismo, se requiere de caracterización microestructural adicional mediante técnicas avanzadas, tales como SEM y TEM, lo cual es fundamental para confirmar la naturaleza de las fases presentes y validar los ensayos interrumpidos a partir de las señales de dilatometría.

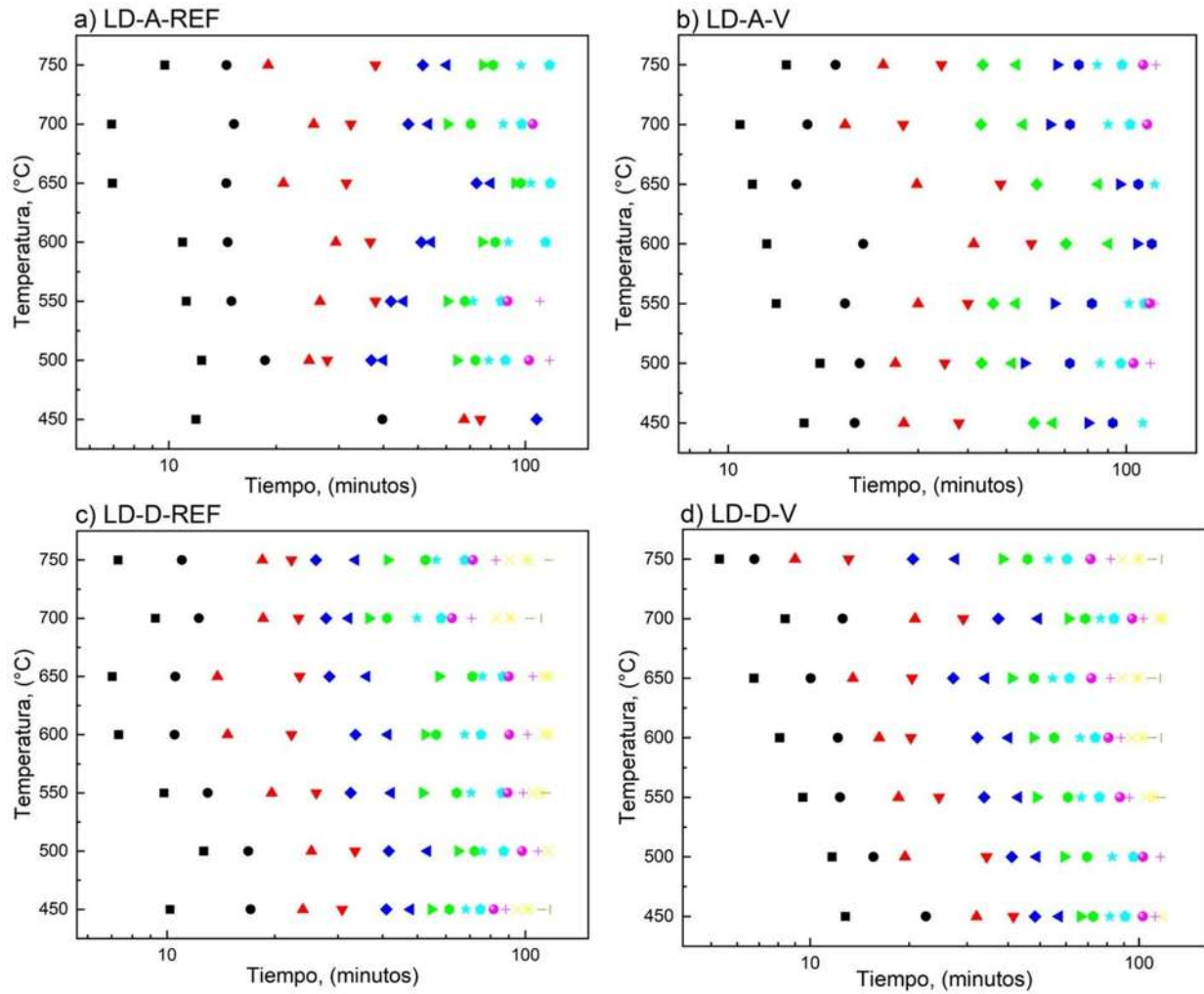


Figura 4.38 Nube de puntos de curvas PTT obtenidas mediante las técnicas de dilatometría, relajación de esfuerzos y su derivada.

4.4.3 Caracterización metalográfica mediante LOM

4.4.3.1 Aceros LD austeníticos

En la Figura 4.39 se presentan las micrografías obtenidas mediante microscopía óptica, correspondientes a las probetas de los ensayos de dilatometría realizados en los aceros austeníticos LD-A-REF y LD-A-V. La microestructura de ambos aceros es completamente austenítica bajo la condición isotérmica de 450 °C. Como se observa en las Figuras 4.39a y 4.39b, dicha microestructura consiste de granos recrystalizados de aproximadamente 20 μm y la presencia de carburos- κ' distribuidos uniformemente al interior de los granos. Por otro lado, en las Figuras 4.39c y 4.39d, correspondientes al acero microaleado con V, se aprecia una mayor cantidad de granos

deformados del orden de $100 \pm 20 \mu\text{m}$ y estructuras en forma de collar alrededor de estos granos, indicando un menor grado de recrystalización. Este comportamiento puede atribuirse al efecto retardante del elemento V, que es conocido por inhibir parcialmente la cinética de recrystalización [117-118]. Además, se observan pequeñas partículas uniformemente distribuidas de carburos- κ' al interior de los granos, similares a las presentes en el acero de referencia.

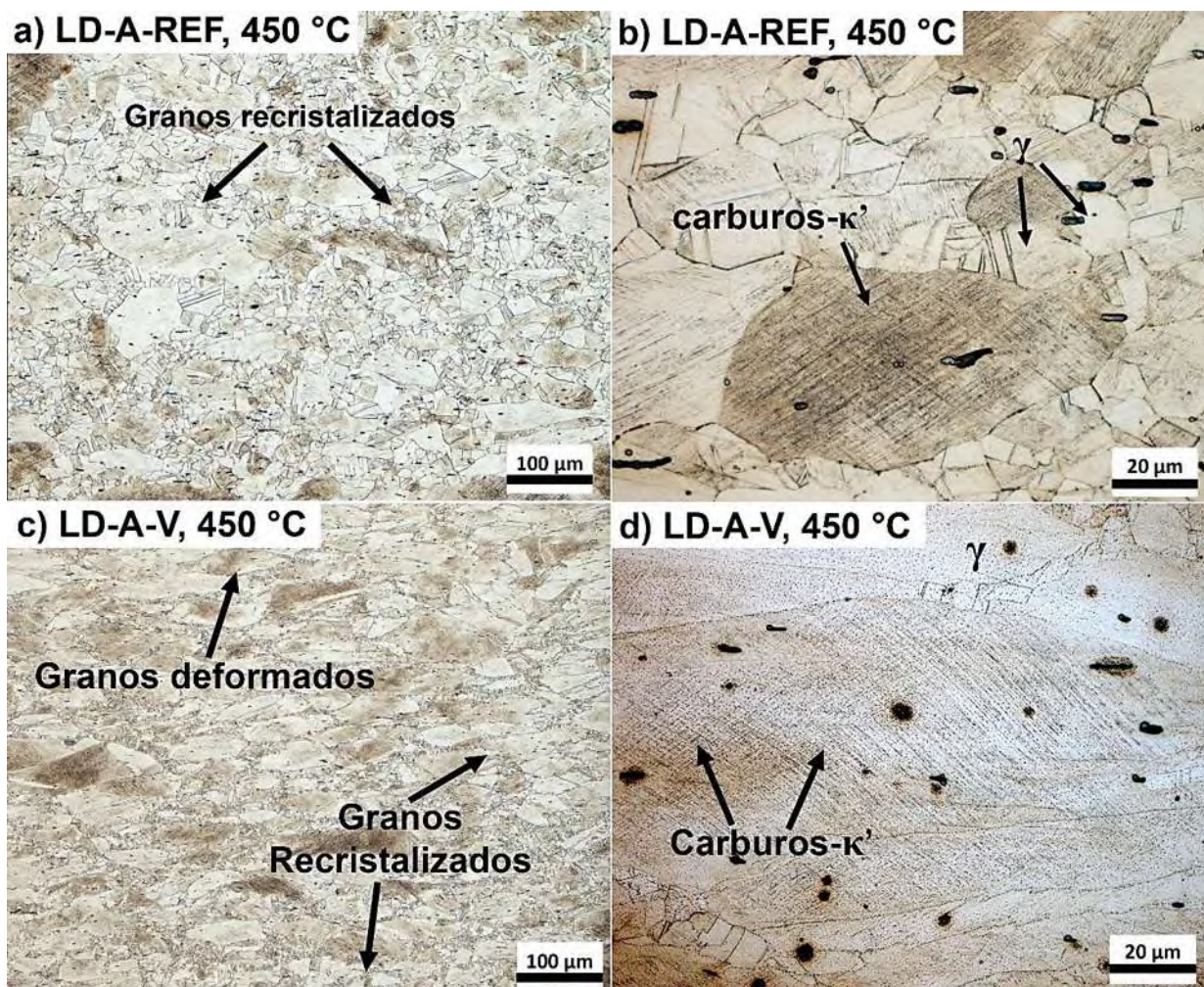


Figura 4.39 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 450 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

En la Figura 4.40 se presentan las micrografías correspondientes a las probetas sometidas a ensayos de dilatometría bajo condición isotérmica a 500 °C. En el acero austenítico de referencia (Figura 4.40a y Figura 4.40b) se observa una microestructura con granos deformados y recrystalizados en forma de estructuras de collar como granos equiaxiales bien definidos, lo que indica que a esta temperatura la movilidad de los límites de grano es suficiente para permitir una recrystalización parcial en comparación con temperaturas inferiores. La presencia de carburos- κ' tanto en el interior

como en los límites de grano indica que la precipitación ocurre de manera espinodal con la evolución microestructural. En contraste, el acero microaleado con V presenta una microestructura más heterogénea, donde coexisten regiones de poca recrystalización tipo collar con zonas que conservan morfología con mayor cantidad de granos deformados, producto de la deformación previa. Este comportamiento evidencia una competencia más marcada entre los mecanismos de recrystalización y precipitación. La mayor densidad de partículas finas favorecida por la adición de V incrementa el efecto de anclaje sobre los límites de grano, reduciendo su movilidad y limitando el mecanismo de recrystalización. Como consecuencia, el sistema evoluciona hacia una condición parcialmente recrystalizada.

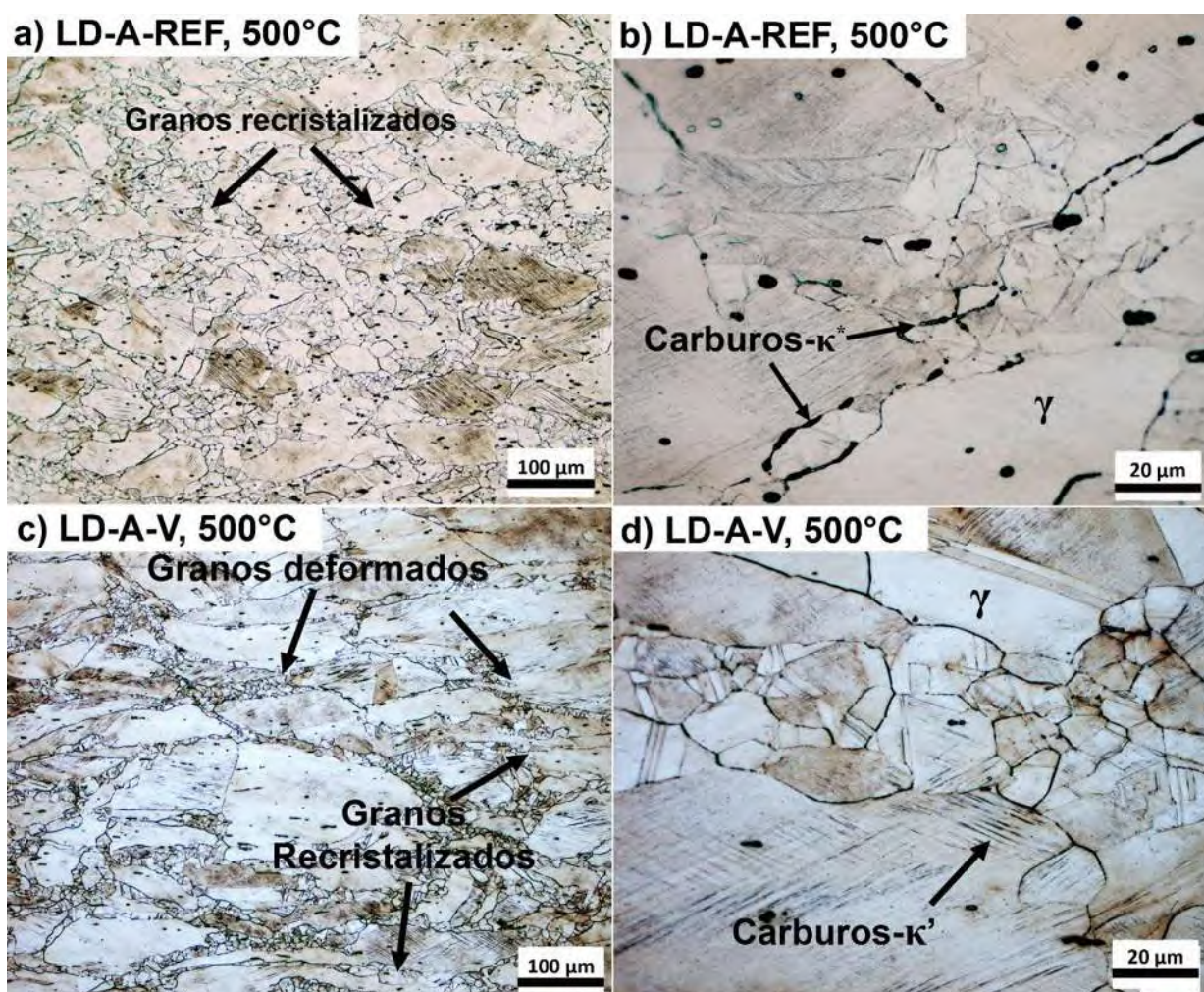


Figura 4.40 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 500 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

En la Figura 4.41, correspondiente a la condición isotérmica de 550 °C, se observa una evolución clara de la microestructura respecto a 500 °C, evidenciando un mayor grado de recrystalización en ambos aceros. En el acero austenítico de referencia (Figuras 4.41a y 4.41b) la microestructura se encuentra con mayor grado de recrystalización, con granos equiaxiales más definidos y una reducción notable de las regiones con granos deformados. El incremento de temperatura favorece la movilidad de los límites de grano, permitiendo una recrystalización más completa. Asimismo, se identifican carburos- κ' , también partículas de MnS y AlN, que permanecen estables y distribuidas en la matriz y sin impedir de manera significativa el crecimiento de grano. Por otro lado, en el acero microaleado con V (Figuras 4.41c y 4.41d) también se aprecia un avance en la recrystalización en comparación con la condición a 500 °C. Sin embargo, aún se conservan regiones con granos deformados, indicando que el efecto de anclaje asociado a la mayor densidad de VC continúa ejerciendo influencia sobre la cinética de la microestructura. Este incremento en la temperatura aumenta la tasa de recuperación y recrystalización, pero simultáneamente favorece el crecimiento de los carburos- κ' , generando una competencia entre ambos mecanismos. Como resultado, el sistema evoluciona hacia una microestructura más homogénea que a 500 °C, aunque el acero microaleado sigue mostrando un grado de recrystalización ligeramente inferior al del acero de referencia.

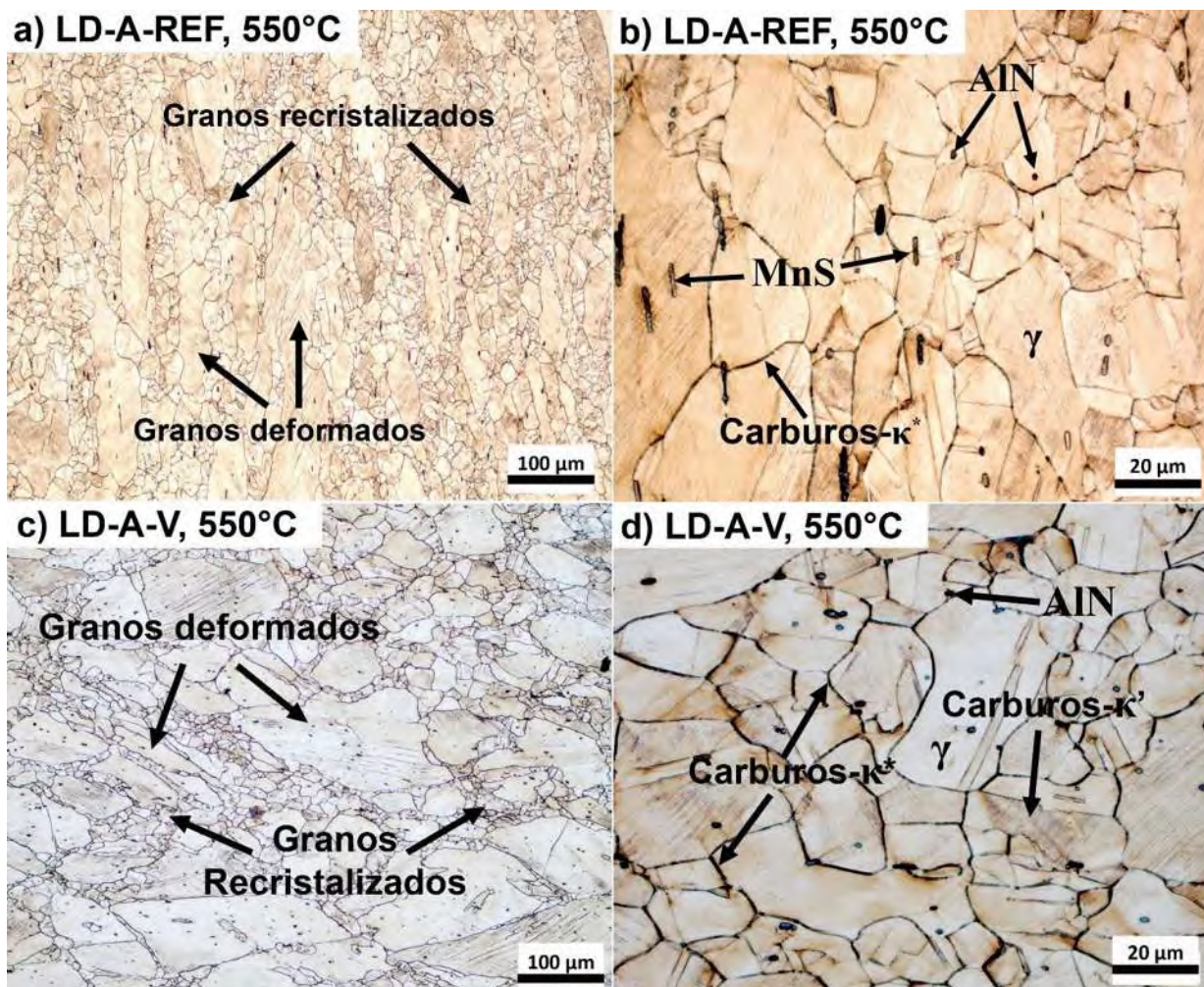


Figura 4.41 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 550 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

Por otro lado, en la Figura 4.42 se presentan las micrografías correspondientes a las probetas ensayadas a la temperatura de 600 °C de los aceros LD austeníticos. A primera vista, la microestructura muestra similitudes con la de las probetas ensayadas a 550 °C, conservando una matriz predominantemente austenítica. Sin embargo, se observa un cambio significativo en la distribución de los carburos- κ , los cuales ahora se encuentran precipitados tanto en el interior como en los límites de grano. Este comportamiento es consistente con lo esperado, ya que a temperaturas más altas, como a 600 °C, la difusión atómica se incrementa, lo que facilita la nucleación y el crecimiento de carburos- κ en estas regiones [119-121].

Los carburos- κ^* , caracterizados por su formación a mayores temperaturas, tienen una cinética de precipitación más activa en los límites de grano debido a la alta concentración de defectos cristalinos en estas áreas que actúan como sitios preferentes para la nucleación. Esto no solo modifica la distribución de las partículas, sino que también puede influir en las propiedades mecánicas del material, como su resistencia y ductilidad, al reforzar los límites de grano y disminuir la movilidad de las dislocaciones.

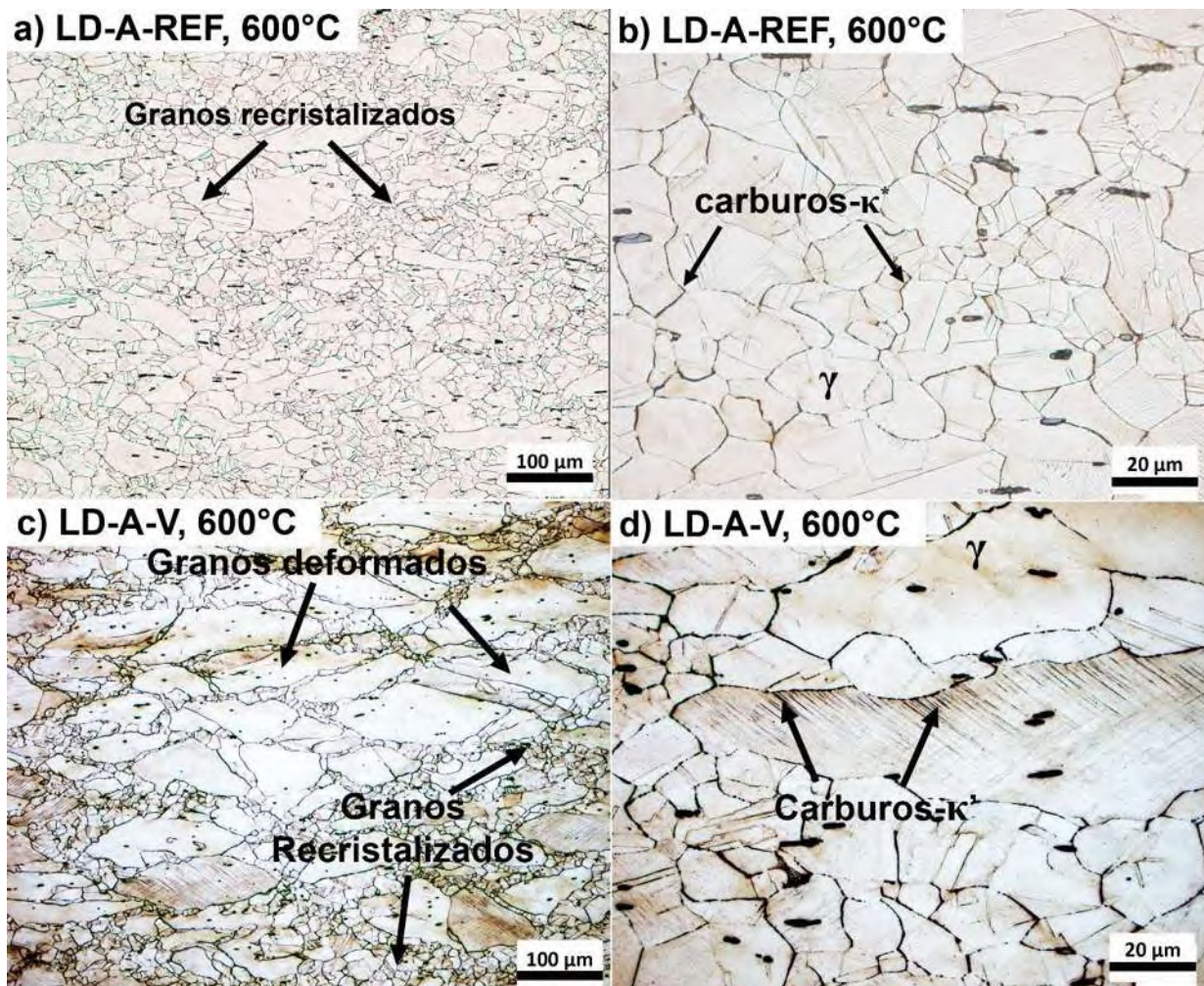


Figura 4.42 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 600 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

En la Figura 4.43 se observan las microestructuras correspondientes a la condición isotérmica de 650 °C de los aceros LD-A-REF y LD-A-V. En éstas se observa una evolución microestructural más avanzada respecto a las temperaturas inferiores, mostrando una recrystalización

significativamente mayor en ambos aceros. En el acero austenítico de referencia (Figuras 4.43a y 4.43b) la microestructura se encuentra casi completamente recrystalizada, con granos equiaxiales bien definidos y una disminución marcada de las regiones deformadas. El incremento de temperatura favorece notablemente la movilidad de los límites de grano y acelera los procesos difusionales, permitiendo una restauración microestructural más completa. Los carburos- κ' continúan presentes en la matriz γ , mientras que las partículas de AlN permanecen estables.

En el acero microaleado con V (Figuras 4.43c y 4.43d) también se observa un alto grado de recrystalización; sin embargo, aún pueden identificarse regiones localizadas que conservan morfología con granos equiaxiales, lo que indica que el efecto de anclaje asociado a la precipitación no desaparece completamente. Asimismo, los carburos- κ' presentan una distribución más definida y en algunos casos parecen de mayor tamaño respecto a los iniciales, indicando que el crecimiento de precipitados se vuelve más relevante que su efecto inhibidor sobre la movilidad de los límites de grano. En conjunto, el sistema evoluciona hacia una microestructura más homogénea, donde la recrystalización tiende a predominar sobre el efecto del V sobre el retraso en la cinética de recrystalización.

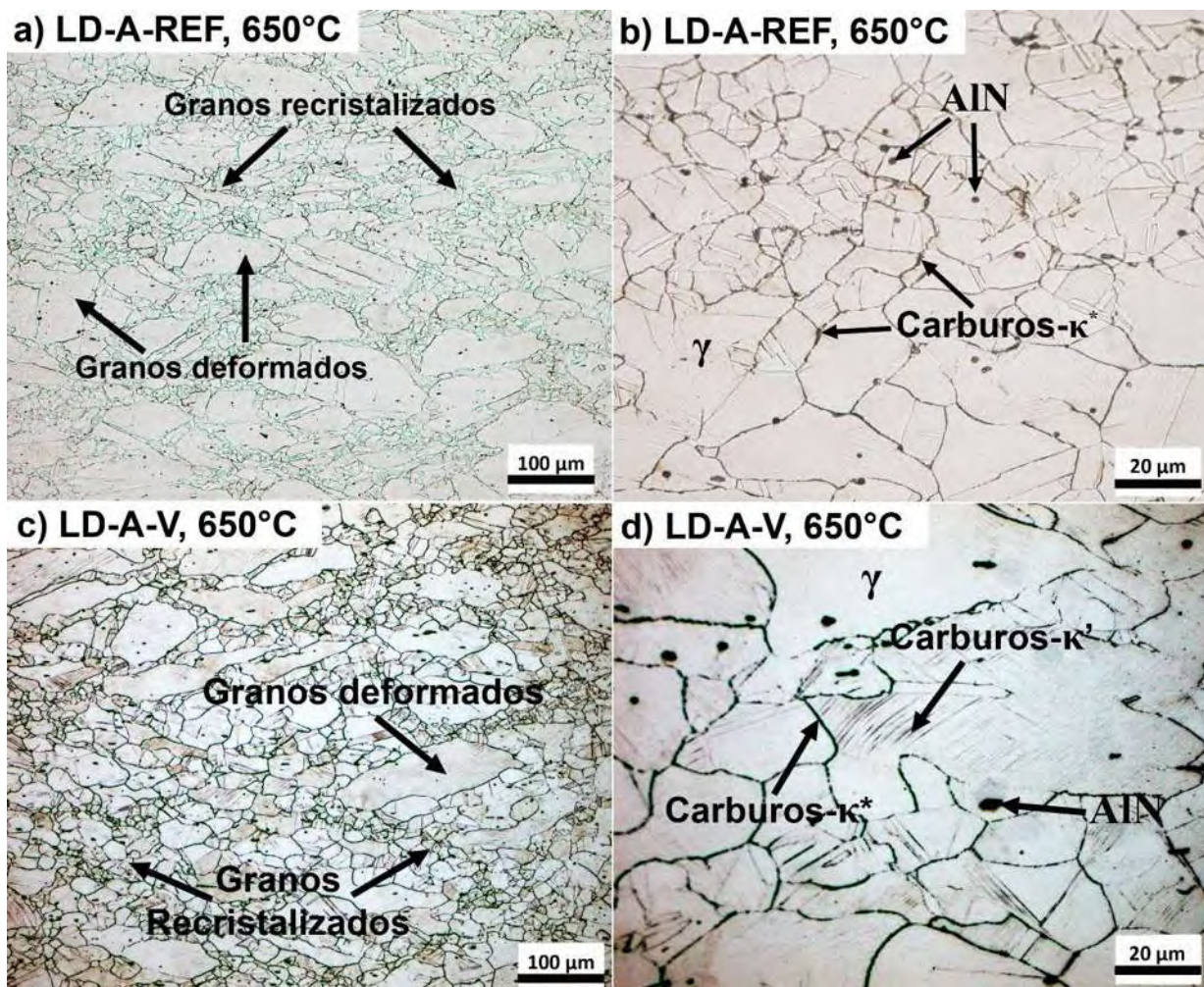


Figura 4.43 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 650 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

En la Figura 4.44 se muestran las micrografías correspondientes a la condición isotérmica de 700 °C. En el acero austenítico de referencia (Figuras 4.44a y 4.44b) la microestructura se encuentra prácticamente recrystalizada en su totalidad, con granos equiaxiales bien definidos y una reducción significativa de las regiones que conservan morfología deformada. A esta temperatura, la movilidad de los límites de grano y el incremento de los coeficientes de difusión favorecen una recrystalización completa y un crecimiento de grano más evidente. Los carburos- κ' , así como las partículas de AlN y las inclusiones tipo MnS, permanecen distribuidos en la matriz γ .

En el acero microaleado con V (Figuras 4.44c y 4.44d) también se observa un grado muy alto de recrystalización; no obstante, aún pueden identificarse regiones localizadas con morfología parcialmente elongada, indicando que la influencia del anclaje por precipitados VC no desaparece

completamente, la recrystalización tiende a dominar claramente sobre los mecanismos de retención asociados a la precipitación. Adicionalmente, los carburos- κ' presentan una morfología más definida y en algunos casos mayor tamaño aparente, y a su vez la formación de carburos- κ^* , los cuales son visibles en ambos aceros, pero más marcados en el acero microaleado con V.

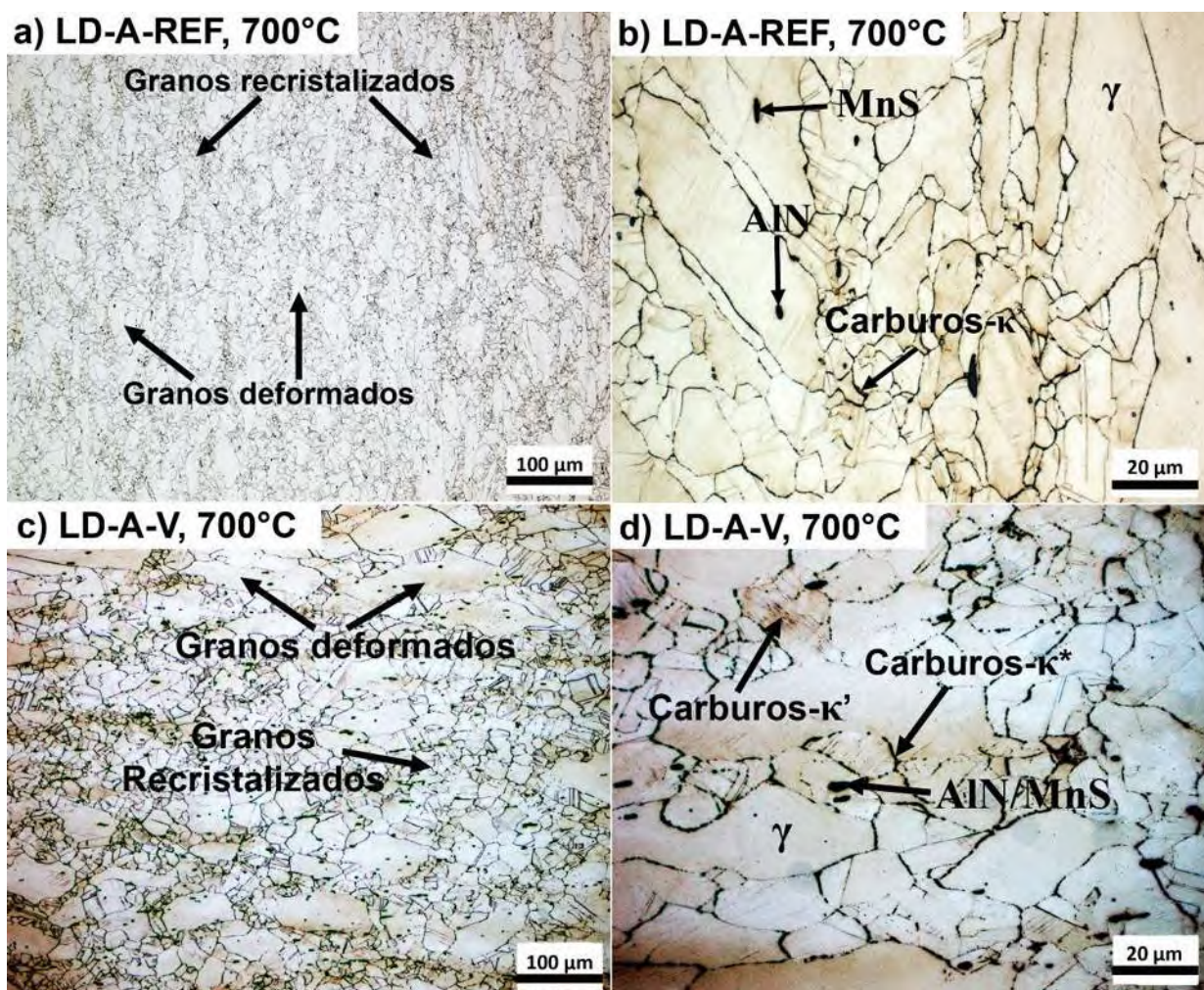


Figura 4.44 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 700 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

En la Figura 4.45 se muestran las micrografías de las probetas ensayadas a 750 °C de los aceros LD austeníticos, su microestructura es muy similar a las obtenidas a 600 °C. Sin embargo, se observa una disminución notable de carburos- κ precipitados, tanto en los límites de grano como al interior de ellos. Este fenómeno puede atribuirse al efecto del incremento en la temperatura, ya que la cinética de precipitación de carburos- κ disminuye su eficiencia a temperaturas más elevadas, debido a la estabilidad de la austenita [122]. Este comportamiento se corrobora con los diagramas

PTT presentados en las Figuras 4.30a y 4.30b, que revelan que el tiempo de precipitación es mucho menor a 600 °C en comparación con 750 °C. Este resultado demuestra que, aunque la precipitación ocurre en ambas temperaturas, la velocidad de precipitación es más rápida a 600 °C, donde las condiciones térmicas ofrecen mayor eficiencia en la formación de carburos- κ antes de que se estabilicen otras fases o mecanismos de recuperación.

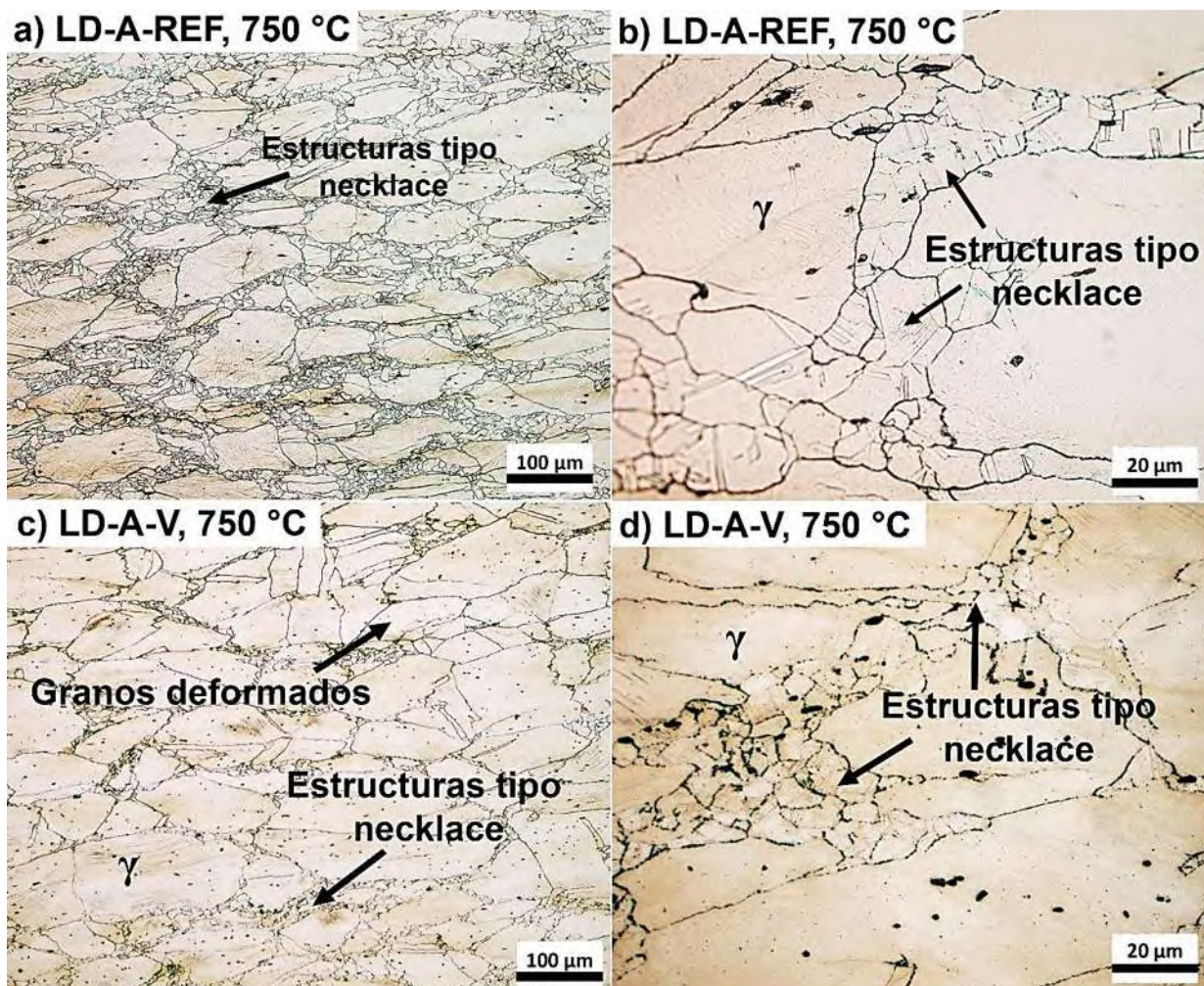


Figura 4.45 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 750 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-A-REF. c) y d) LD-A-V.

4.4.3.2 Aceros LD dúplex

En la Figura 4.46 se muestran las micrografías correspondientes de los aceros LD dúplex después de los ensayos de dilatometría a 450 °C. Estas micrografías muestran una microestructura completamente austenítica, similar a la observada en los aceros austeníticos LD-A-REF y LD-A-

V anteriormente descritos (Figura 4.32). Sin embargo, en estos aceros dúplex LD-D-REF y LD-D-V se observa una gran cantidad de carburos- κ' , que supera incluso los observados en la microestructura en los aceros austeníticos a 600 °C (Figura 4.35), la cual fue la que presentó mayor cantidad de precipitación de carburos- κ' . Es importante resaltar que, en esta condición, no se observa la presencia de carburos- κ^* , lo que podría atribuirse a que la temperatura de 450 °C no es lo suficientemente alta para favorecer su formación, ya que estos suelen precipitar a mayores temperaturas como lo indican los diagramas PTT en las Figuras 4.30c y 4.30d. Este resultado muestra que la precipitación de carburos- κ a bajas temperaturas es más eficiente al interior de los granos, mientras que los carburos- κ^* requieren condiciones térmicas más elevadas para su precipitación.

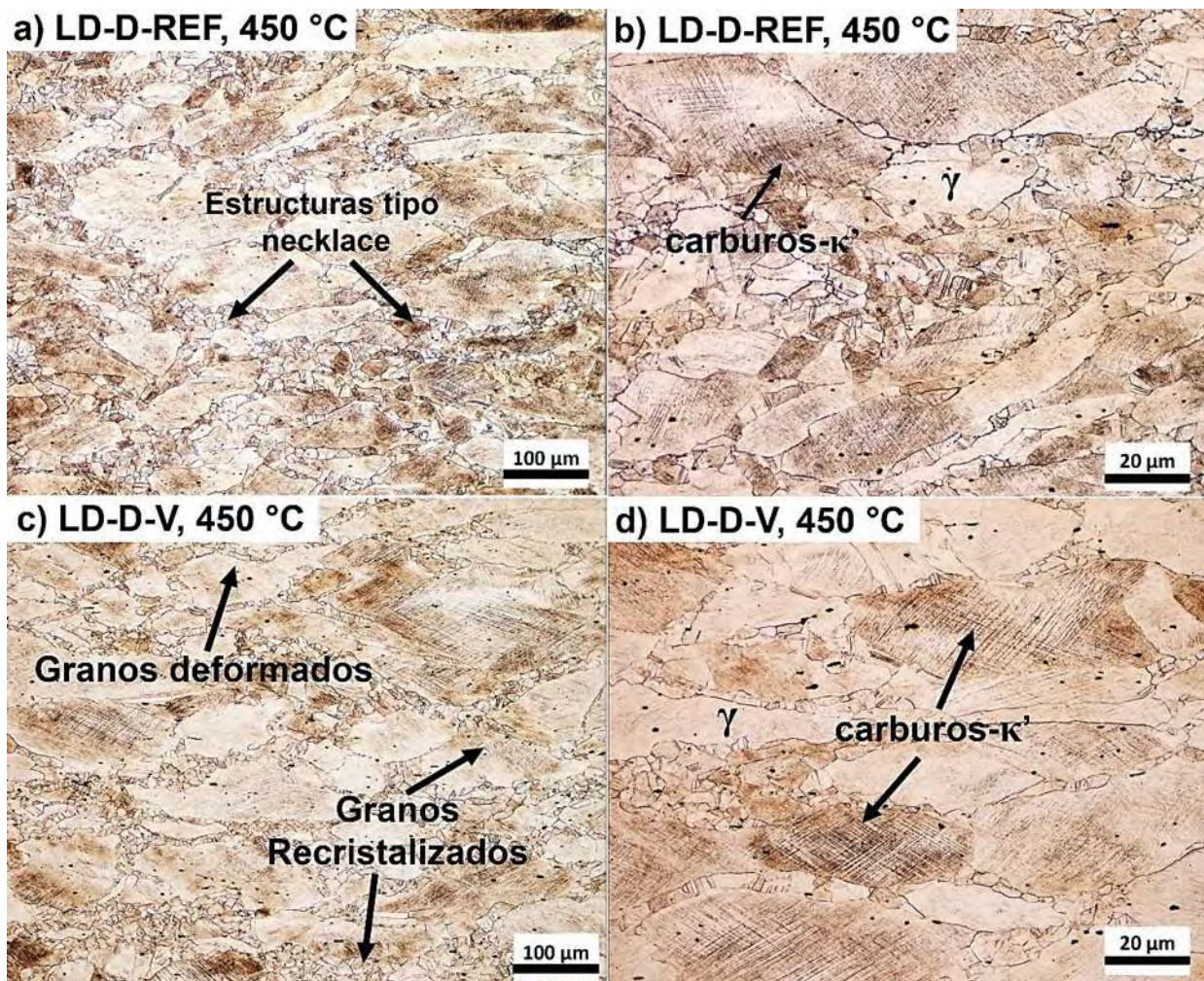


Figura 4.46 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 450 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

Esto demuestra que los aceros LD austeníticos y dúplex exhiben un comportamiento similar, donde los mecanismos de recuperación y recrystalización pueden ocurrir incluso a temperaturas relativamente bajas (450 °C), aunque la cinética de precipitación en los aceros LD dúplex es más rápida respecto a los aceros austeníticos [123]. Esto resalta la sensibilidad de la microestructura de estos aceros a las condiciones termo-mecánicas aplicadas. Además, los granos alargados (~300 μm) en los extremos de las probetas y los granos finos recrystalizados en el centro (~15 μm) confirman la heterogeneidad en los procesos microestructurales durante el tratamiento termo-mecánico. Por otra parte, el efecto del V como elemento microaleante acelera el inicio de la precipitación de carburos- κ' tal como se muestra en la Figura 4.44 d), en la cual se observa mayor precipitación de estos carburos- κ' ya que el V actúa como sitio preferente para la nucleación de estos precipitados.

En la Figura 4.47 se presentan las micrografías correspondientes a los aceros dúplex de referencia y microaleado con V bajo condición isotérmica a 500 °C. En el acero de referencia (Figuras 4.47a y 4.47b) se observa una microestructura compuesta por regiones de granos recrystalizados y zonas que aún conservan morfología de granos alargados/deformados, evidenciando que la recrystalización no se ha completado de manera uniforme. La presencia de carburos- κ^* comienza a ser visible en los límites de grano; sin embargo, es poco lo que se observa en esta condición, lo que indica una etapa temprana de nucleación. Las partículas de MnS permanecen estables y no parecen influir significativamente en la evolución microestructural. Por otro lado, en el acero microaleado con V (Figuras 4.47c y 4.47d) la microestructura presenta una mayor cantidad de granos deformados y destacándose la formación de estructuras de collar alrededor de estos granos deformados, lo que sugiere una recrystalización discontinua asociada a la acumulación de energía en los límites de grano. La aparición de carburos- κ^* intergranulares es menos evidente que en el acero de referencia, con tamaño aún más limitado. Este comportamiento indica que, en el sistema dúplex, la precipitación intergranular inicia de forma parcial a 500 °C, donde predomina la nucleación sobre el crecimiento, y la recrystalización aún no alcanza un estado avanzado, especialmente en el acero microaleado.

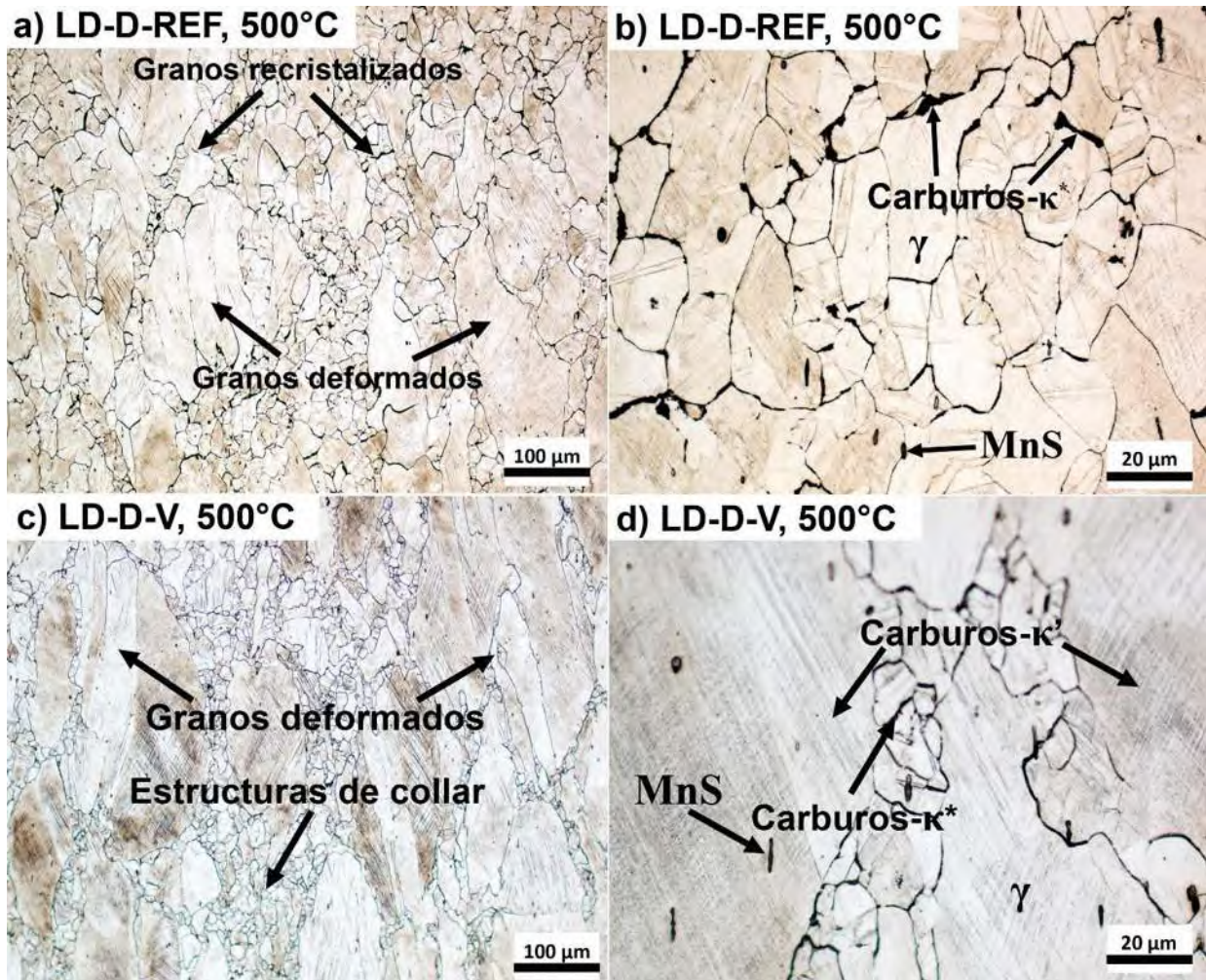


Figura 4.47 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 500 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

En la Figura 4.48, correspondiente a las micrografías en la condición isotérmica de 550 °C de los aceros dúplex, se observa una evolución significativa respecto a la condición a 500 °C, particularmente en la morfología y distribución de los carburos- κ^* . En el acero de referencia (Figuras 4.48a y 4.48b), la recrystalización muestra un avance más evidente, con mayor proporción de granos equiaxiales; sin embargo, aún coexisten regiones parcialmente deformadas. A esta temperatura, los carburos- κ^* intergranulares presentan un crecimiento más notorio y una mayor continuidad a lo largo de los límites de grano. En el acero microaleado con V (Figuras 4.48c y 4.48d), la microestructura muestra una recrystalización más restringida en comparación con el acero de referencia, en la cual se muestran estructuras de collar alrededor de granos parcialmente deformados compuestas por carburos- κ^* , dichos carburos son menos evidentes y presentan menor

espesor aparente, lo que sugiere una menor densidad de precipitación y una cinética de crecimiento menos activa en presencia de elemento microaleante.

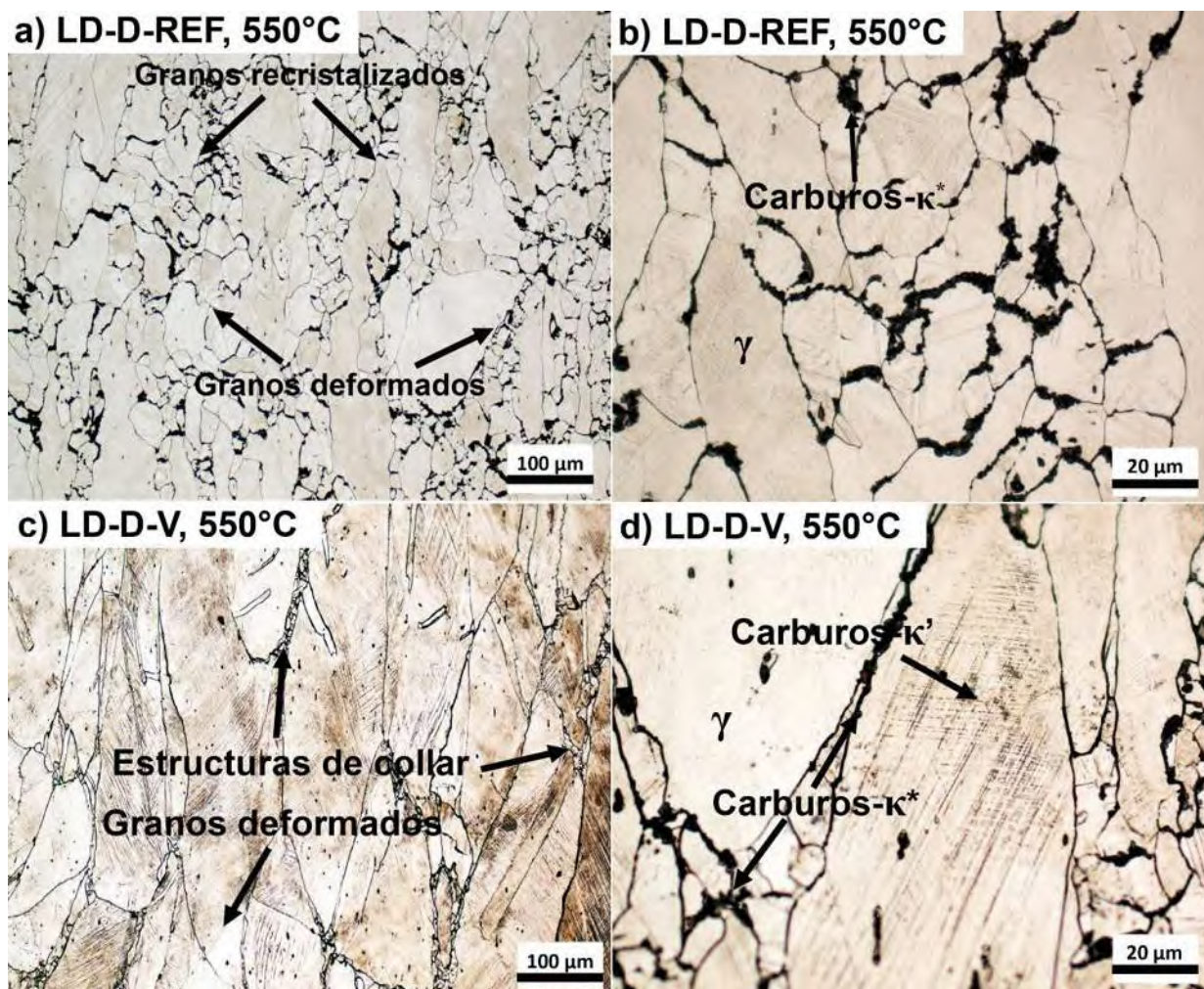


Figura 4.48 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 550 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

En la Figura 4.49, correspondiente a la condición isotérmica de 600 °C en los aceros dúplex, se observa una transformación microestructural asociada a la descomposición de la fase austenita en una estructura laminar compuesta por ferrita- α y carburos- κ^* . A esta temperatura, la morfología laminar es extensa y continua, característico de una transformación eutectoide generando la mezcla de $\alpha + \kappa$. La fracción transformada muestra que a 600 °C representa una condición térmica favorable para el desarrollo de esta reacción, donde la difusión de los elementos de aleación permite la formación estable de la estructura laminar. A diferencia de las condiciones evaluadas a temperaturas inferiores, en esta condición no se identifican de manera evidente carburos- κ' , lo que

sugiere un cambio en el mecanismo dominante de precipitación. En lugar de una precipitación intragranular de carburos- κ , el sistema evoluciona preferentemente hacia la formación cooperativa de $\alpha + \kappa^*$, favoreciendo una morfología laminar más estable a temperaturas intermedias. Comparando ambos aceros, el acero LD-D-REF (Figuras 4.49a y 4.49b) presenta una mayor proporción de la mezcla laminar $\alpha + \kappa^*$ en relación con el acero LD-D-V (Figuras 4.49c y 4.49d). Esta diferencia puede atribuirse a la presencia del elemento microaleante V, el cual modifica la disponibilidad de carbono en la matriz debido a su alta afinidad química para la formación de carburos tipo V_4C_3 [117]. Como consecuencia, parte del carbono disponible para la formación de carburos- κ es retenido por el V, lo que retrasa la cinética de precipitación y reduce la fracción transformada en el acero microaleado. De esta manera, la adición de este elemento no solo influye en los mecanismos de recrystalización previamente discutidos, sino también en la evolución termodinámica y cinética de la transformación eutectoide en el sistema dúplex.

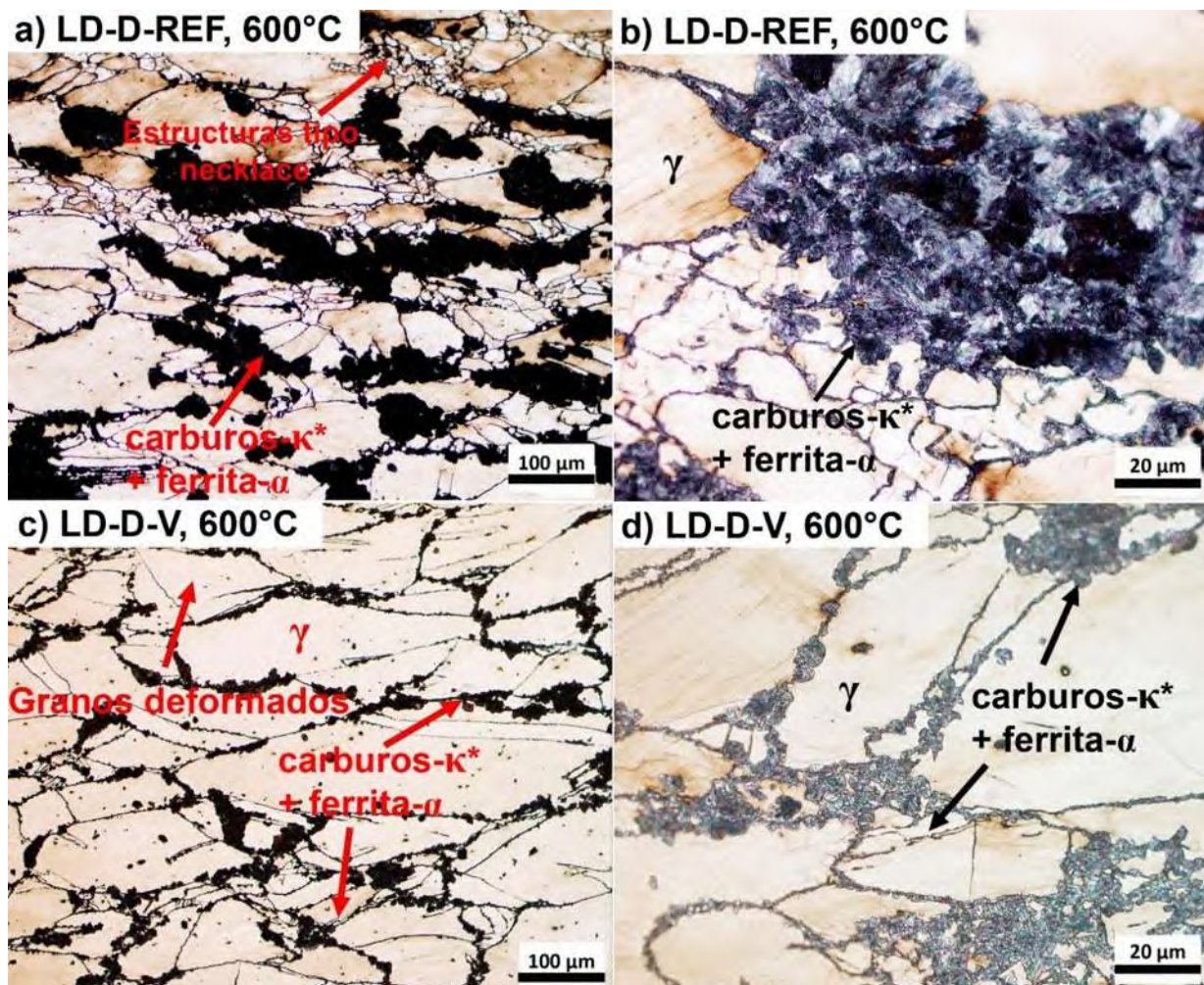


Figura 4.49 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 600 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

En la Figura 4.50, correspondiente a las microestructuras de los aceros dúplex en condición isotérmica a 650 °C, se observa que la transformación eutectoide continúa avanzando, generando mayor cantidad de las regiones asociadas a la transformación $\alpha + \kappa$.

En el acero de referencia (Figuras 4.50a y 4.50b), se aprecia la formación de zonas oscuras continuas a lo largo de regiones previamente deformadas, correspondientes a la descomposición de la ferrita en una mezcla $\alpha + \kappa$. En el acero microaleado con V (Figuras 4.50c y 4.50d), la transformación $\alpha + \kappa$ es igualmente evidente, aunque con una distribución que sigue el contorno de las regiones con granos deformados y en menor cantidad respecto al acero de referencia.

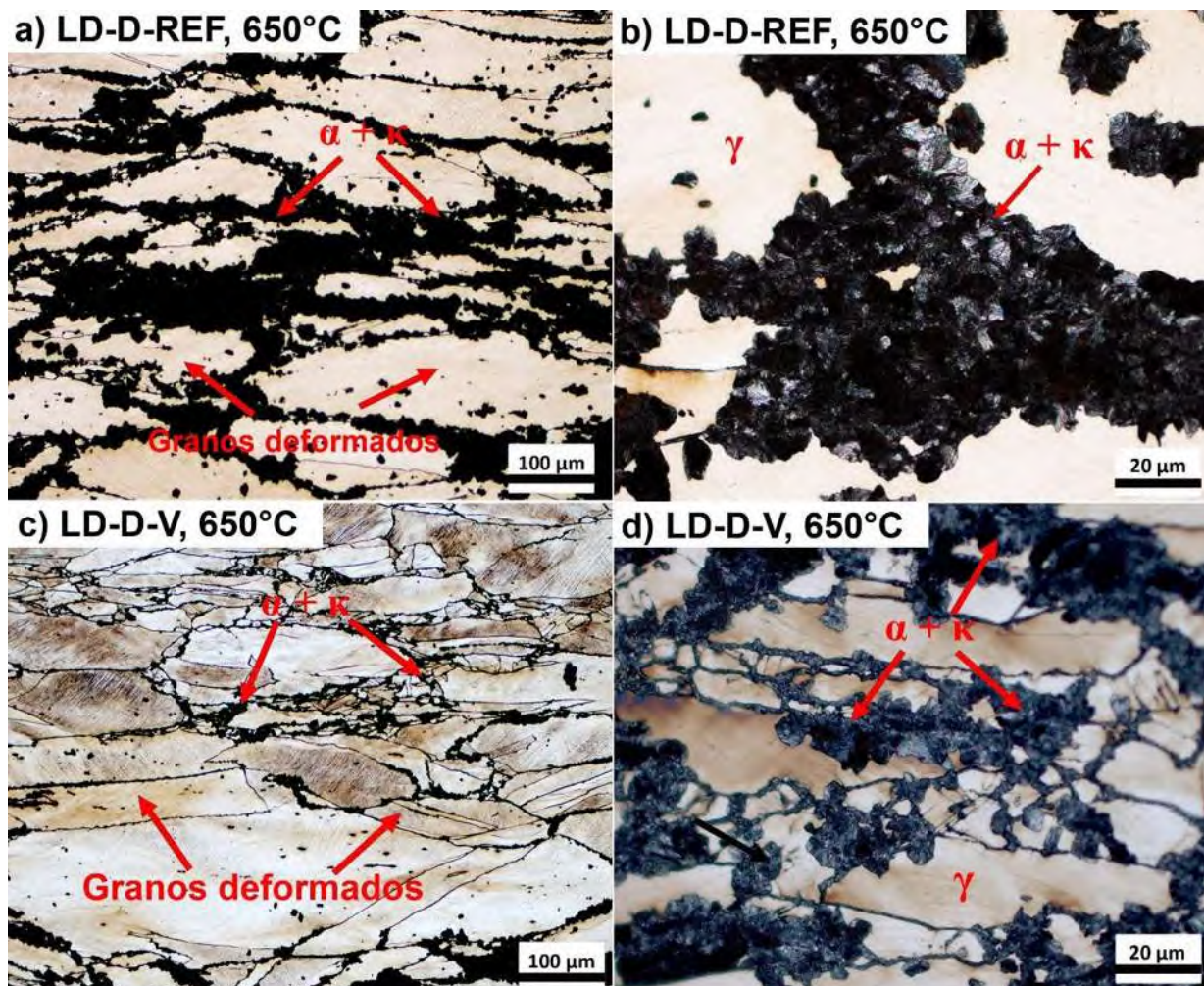


Figura 4.50 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 650 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

En la Figura 4.51, correspondiente a la condición isotérmica de 700 °C en los aceros dúplex, se observa una evolución microestructural aún más pronunciada respecto a 650 °C, evidenciando un avance significativo en la transformación asociada a la descomposición de la ferrita como reacción eutectoide. En el acero de referencia (Figuras 4.51a y 4.51b), la microestructura muestra regiones oscuras en grandes cantidades correspondientes a la mezcla $\alpha + \kappa$. La matriz γ permanece identificada como fase clara, conservando su integridad estructural y delimitando las regiones transformadas. En el acero microaleado con V (Figuras 4.51c y 4.51d), al igual que en el acero de referencia la transformación $\alpha + \kappa$ también incrementó, sin embargo, en menor cantidad respecto a este. En conjunto, a 700 °C el sistema dúplex alcanza un régimen donde la transformación ferrita $\rightarrow \alpha + \kappa$ se encuentra ampliamente desarrollada, con morfologías continuas y mayor coalescencia,

evidenciando que la cinética de transformación de fases ha pasado desde la nucleación intergranular inicial hacia un proceso dominado por crecimiento y engrosamiento de las regiones transformadas en los límites de grano.

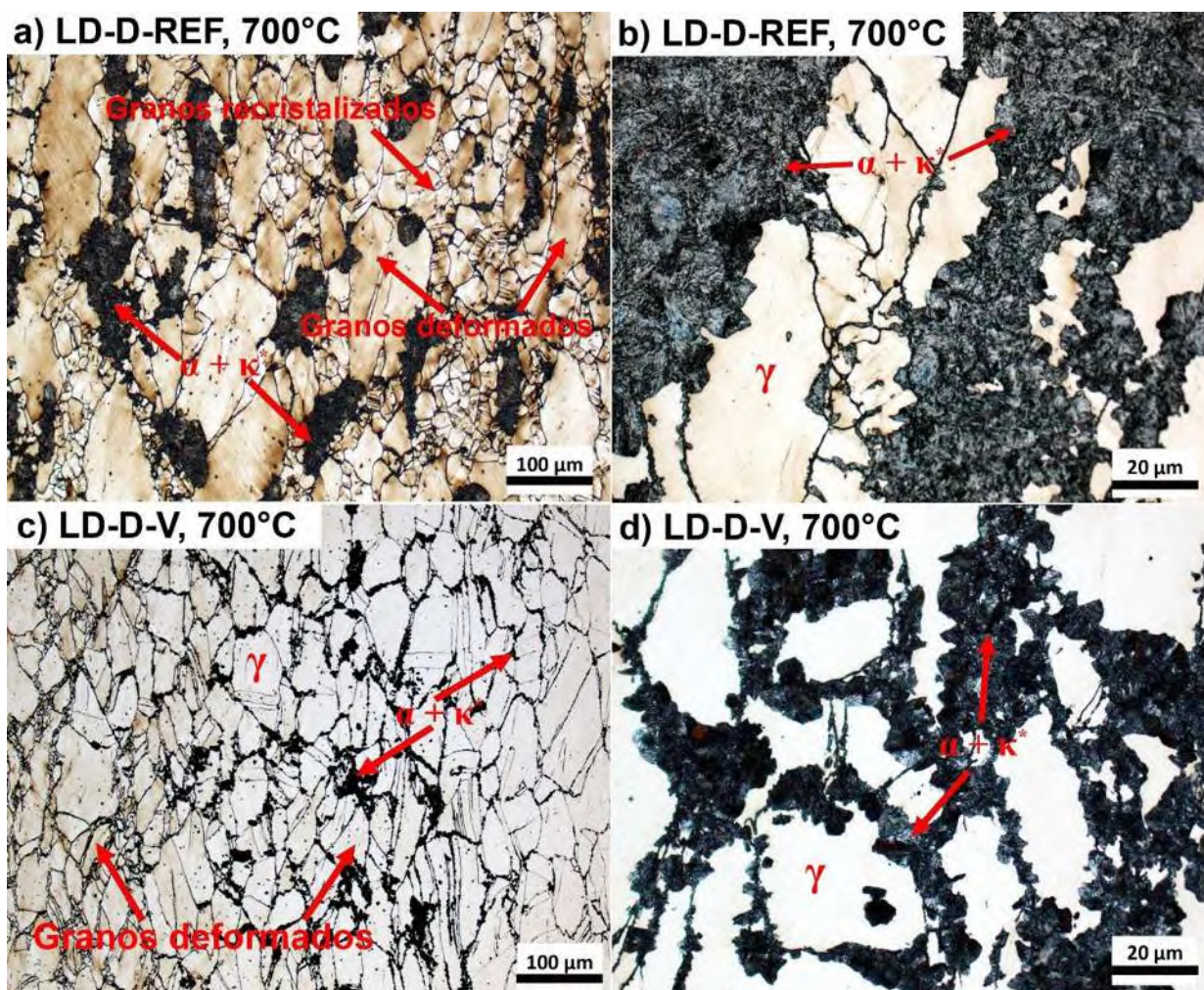


Figura 4.51 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 700 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

Finalmente, en la Figura 4.52 se presentan las micrografías de los aceros dúplex en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 750 °C. En esta condición, se observa una microestructura caracterizada con una mayor cantidad de $\alpha + \kappa^*$. Estos carburos muestran una morfología laminar típica, al igual que las muestras ensayadas a 700 °C (Figura 4.51) pero con una precipitación eutectoide más avanzada. A su vez, se muestra la presencia de carburos- κ' en algunos de los granos

de austenita. La coexistencia de carburos- κ' y $\alpha + \kappa^*$ en esta condición sugiere que las transformaciones de fase están fuertemente influenciadas por el incremento de temperatura, favoreciendo tanto la nucleación intragranular como el desarrollo de estructuras laminares, lo cual se corrobora con los diagramas PTT de las Figuras 4.30c, 4.30d, 4.31c y 4.31d. Otra razón importante asociada a este fenómeno podría ser la recrystalización dinámica y estática, ya que a temperaturas intermedias (550-650 °C), los granos recrystalizados finos presentes indican que la recrystalización dinámica ocurre como resultado de las altas densidades de dislocaciones generadas durante la deformación [124]. En contraste, a temperaturas más altas (~700-750 °C), la recrystalización estática domina, permitiendo un mayor crecimiento de los granos recrystalizados [116]. Estos resultados demuestran la complejidad de las reacciones de precipitación en los aceros dúplex y la influencia de la temperatura sobre las cinéticas de transformaciones de fases.

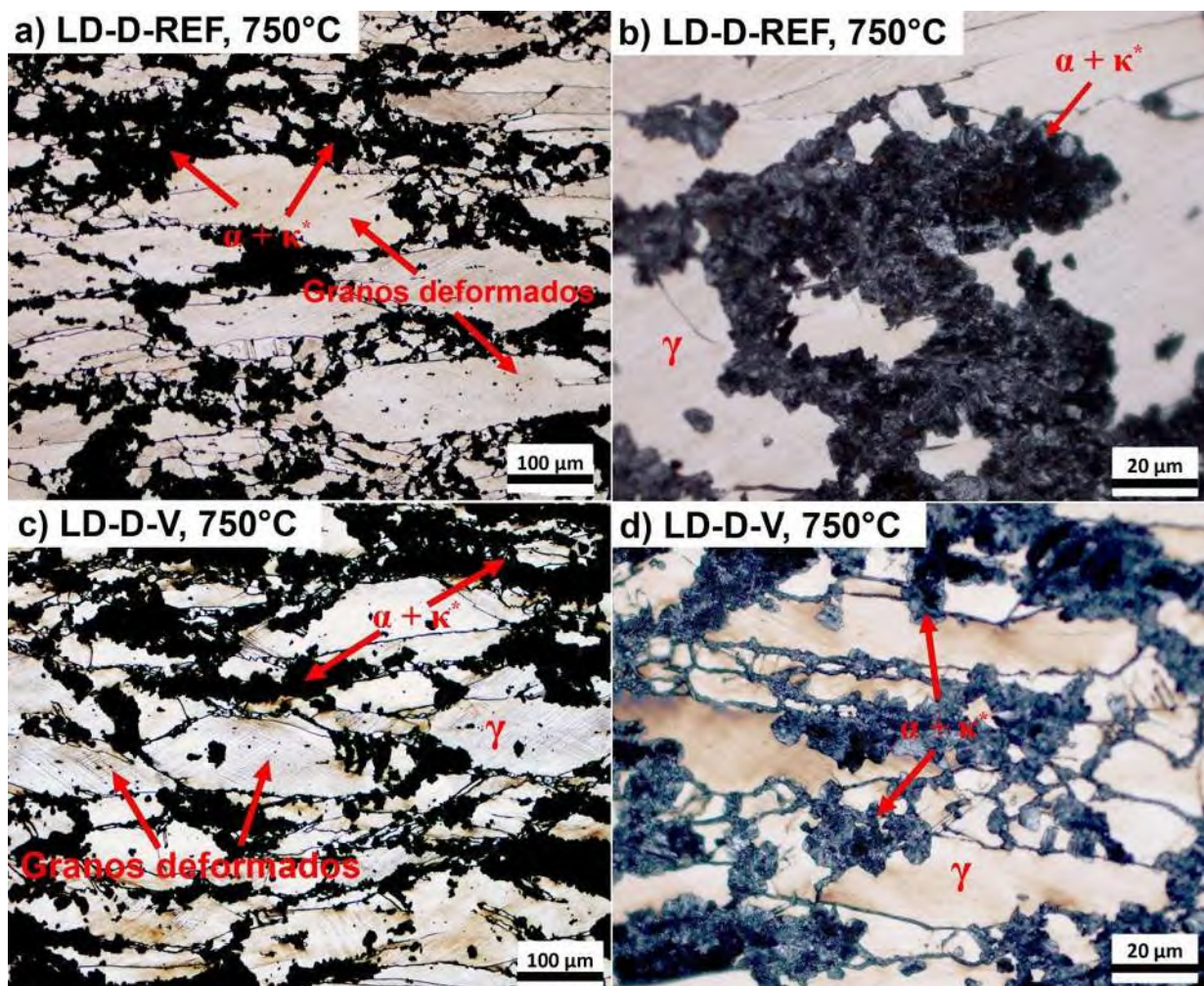


Figura 4.52 Micrografías mediante LOM de las probetas en condición de dilatometría durante 2 horas a 750 °C de los aceros LD austeníticos: a) y b) LD-D-REF. c) y d) LD-D-V.

4.4.4 Microdureza Vickers (HV)

En la Tabla 4.3 se muestran los resultados de microdureza Vickers (HV) obtenidos después de los ensayos de dilatometría, los cuales muestran una clara dependencia de la temperatura del ensayo y con la composición de cada acero. En los aceros austeníticos, el acero microaleado LD-A-V presentó valores de dureza superiores al acero de referencia en todo el intervalo de temperatura evaluado, lo que indica un efecto de endurecimiento asociado al V, relacionado con la precipitación de VC y con una mayor resistencia de la matriz austenítica al ablandamiento térmico. En ambos aceros austeníticos se observa un incremento de dureza desde 450 °C hasta 550 °C, alcanzando valores máximos de 336 HV en el acero de referencia y 388 HV en el microaleado con V. En el acero de referencia estos valores se favorecen debido a la precipitación de carburos- κ y, en el caso del acero microaleado, la contribución adicional de VC. A partir de 600 °C la dureza disminuye gradualmente, lo cual puede atribuirse al sobre-envejecimiento, al crecimiento de precipitados y a la activación de mecanismos de recuperación y recrystalización que reducen la densidad de defectos. Por otro lado, en los aceros dúplex, los valores de dureza fueron mayores respecto a los de los aceros austeníticos, lo cual es consistente con la formación de una microestructura bifásica más endurecida, asociada a la descomposición de la austenita y a la presencia de ferrita y carburos- κ . El acero LD-D-V presentó los valores más altos de dureza en prácticamente todas las temperaturas, alcanzando su máximo de 406 HV a 650 °C, lo que indica que esta condición promueve de manera importante la transformación y precipitación de fases endurecedoras y adicionalmente con un ligero aporte del V por la formación de VC. En contraste, el acero LD-D-REF mostró valores ligeramente inferiores al microaleado en la mayoría de las condiciones, excepto a 550 °C, donde ambos presentan durezas similares. Este comportamiento sugiere que, el V contribuye al endurecimiento, y modifica la cinética de transformación, retardando parcialmente la formación de la microestructura $\alpha + \kappa$. En conjunto, estos resultados indican que la respuesta en microdureza de los cuatro aceros está gobernada por la competencia entre precipitación, transformación de fases y procesos de restauración, siendo más marcada la contribución de las transformaciones $\alpha + \kappa$ en los aceros dúplex que el simple endurecimiento por precipitación en los austeníticos.

Tabla 4.3. Valores de microdureza Vickers (HV) de los aceros LD austeníticos y dúplex posterior a los ensayos de dilatometría.

Temperatura	LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V
450 °C	291 ± 12	310 ± 10	309 ± 16	319 ± 18
500 °C	296 ± 6	332 ± 15	341 ± 15	350 ± 15
550 °C	336 ± 10	366 ± 16	372 ± 12	368 ± 18
600 °C	311 ± 16	362 ± 13	382 ± 21	402 ± 16
650 °C	321 ± 14	345 ± 12	397 ± 23	406 ± 18
700 °C	290 ± 7	322 ± 9	367 ± 16	372 ± 17
750 °C	265 ± 13	301 ± 8	362 ± 19	366 ± 21

4.5 Difracción de rayos-X por radiación sincrotrón (DRX-Sincrotrón)

4.5.1 Análisis mediante sincrotrón (ALBA-synchrotron)

4.5.1.1 Difractogramas

En la Figura 4.53 se presentan los patrones de difracción de rayos-X obtenidos mediante el sincrotrón ALBA, correspondientes a los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex en condición isotérmica de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante distintos tiempos de permanencia de 1, 60 y 120 minutos sin deformación previa. En los difractogramas se observan los picos de la fase austenítica como fase matriz principal en todos los aceros LD, presentando mayor estabilidad el acero LD-A-REF respecto a los demás, ya que el pico de ferrita- α {110} presenta menor intensidad respecto al de los demás aceros. Sin embargo, en los aceros LD-A-V, LD-D-REF y LD-D-V (Figuras 4.46b c y d) se identifica el pico de ferrita- α {110} con mayor intensidad correspondiente a esta fase, confirmando así que se generan transformaciones de fases durante el tratamiento térmico de envejecimiento.

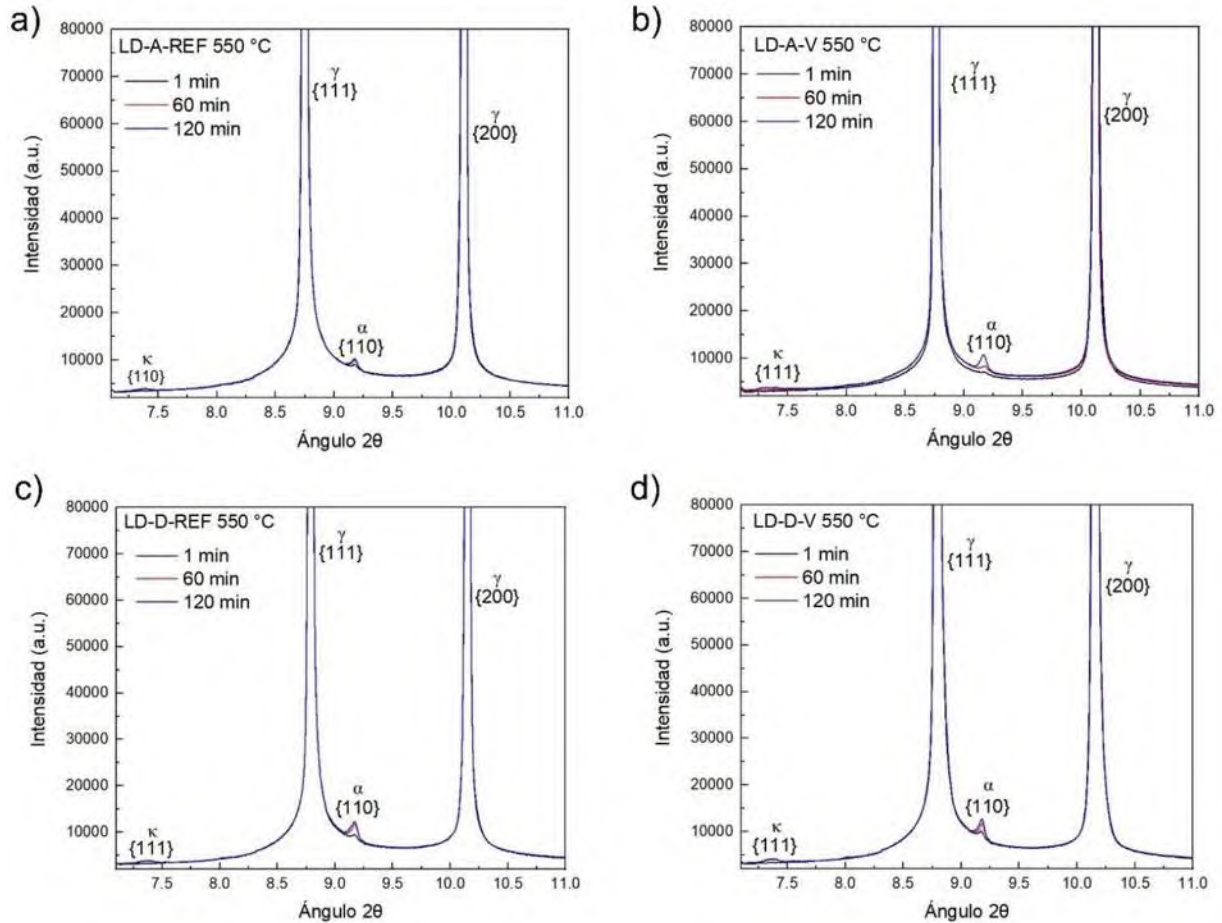


Figura 4.53 Difractogramas obtenidos con intensidad desde 2,500 a 80,000 (a.u.) mediante radiación sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante tiempos de 1, 60 y 120 minutos. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

Durante el tratamiento de envejecimiento, se muestra la aparición y evolución progresiva de la fase-κ, la cual se origina a partir de la descomposición de la austenita. En la condición inicial con 1 minuto de envejecimiento, los difractogramas no muestran señales asociadas a estas fases, lo que indica la ausencia de precipitados y segundas fases al inicio del tratamiento. Sin embargo, a partir de los 60 minutos del tratamiento de envejecimiento, comienzan a aparecer picos de difracción con mayor intensidad en las posiciones características de las fases α y κ {110} y {111}, respectivamente, mostrando el inicio y avance de los procesos de precipitación.

Por otro lado, en la Figura 4.54 se muestra un acercamiento a escala desde 2,500 a 15,000 (a.u.) de la Figura 4.53 para observar detalladamente el comportamiento de los picos durante el tratamiento térmico a 550 °C y se observa que después de 120 minutos de este tratamiento, se presenta un

incremento en la intensidad y definición de los picos secundarios (también llamados picos satélites), con mayor intensidad en los aceros dúplex, alcanzando valores de intensidad de hasta 12,500 (a.u.). Este comportamiento puede atribuirse a la coexistencia de austenita y ferrita, la cual favorece la difusión de elementos como Al y C, promoviendo y acelerando la formación de carburos- κ . Estos resultados confirman que la cinética de precipitación depende del tiempo, de la microestructura y de la composición química, por lo que en los aceros austeníticos con mayor contenido de Mn (27-30 % en peso) existe mayor estabilidad de la austenita. En cambio, los aceros dúplex con menor contenido de Mn (12 % en peso) la estabilidad de la austenita es menor por lo que se muestra la presencia las fases $\alpha + \kappa$.

Los resultados obtenidos del porcentaje de fases mediante refinamiento Rietveld muestran que en los aceros austeníticos, la microestructura permanece dominada por la austenita estable durante todo el tratamiento, con fracciones volumétricas superiores al 98% incluso después de 120 minutos. La formación de ferrita y carburos- κ es limitada, alcanzando valores menores al 1% en la mayoría de los casos, lo que indica que a esta temperatura la estabilidad de la austenita es alta y los procesos de transformaciones de fase ocurren muy lentamente. Sin embargo, el acero LD-A-V muestra un ligero incremento en la fracción de ferrita y κ en comparación con el acero de referencia, sugiriendo que el V puede favorecer la nucleación temprana de estas fases, aunque sin un impacto significativo en la transformación.

En los aceros dúplex, se observa una evolución microestructural más activa que en los aceros austeníticos, las fracciones de ferrita y carburos- κ son considerablemente mayores respecto a éstos. Después de 120 minutos de envejecimiento, la ferrita alcanza valores cercanos a 1.2–1.5% y los carburos- κ alrededor de 0.5–0.7%, lo que indica que la descomposición de la austenita hacia la microestructura $\alpha + \kappa$ es más rápida respecto a los aceros austeníticos. Por otro lado, el efecto del V muestra un ligero retraso en la evolución de las fases, ya que en el acero LD-D-V, se observan fracciones ligeramente menores de ferrita y κ en comparación con el acero de referencia.

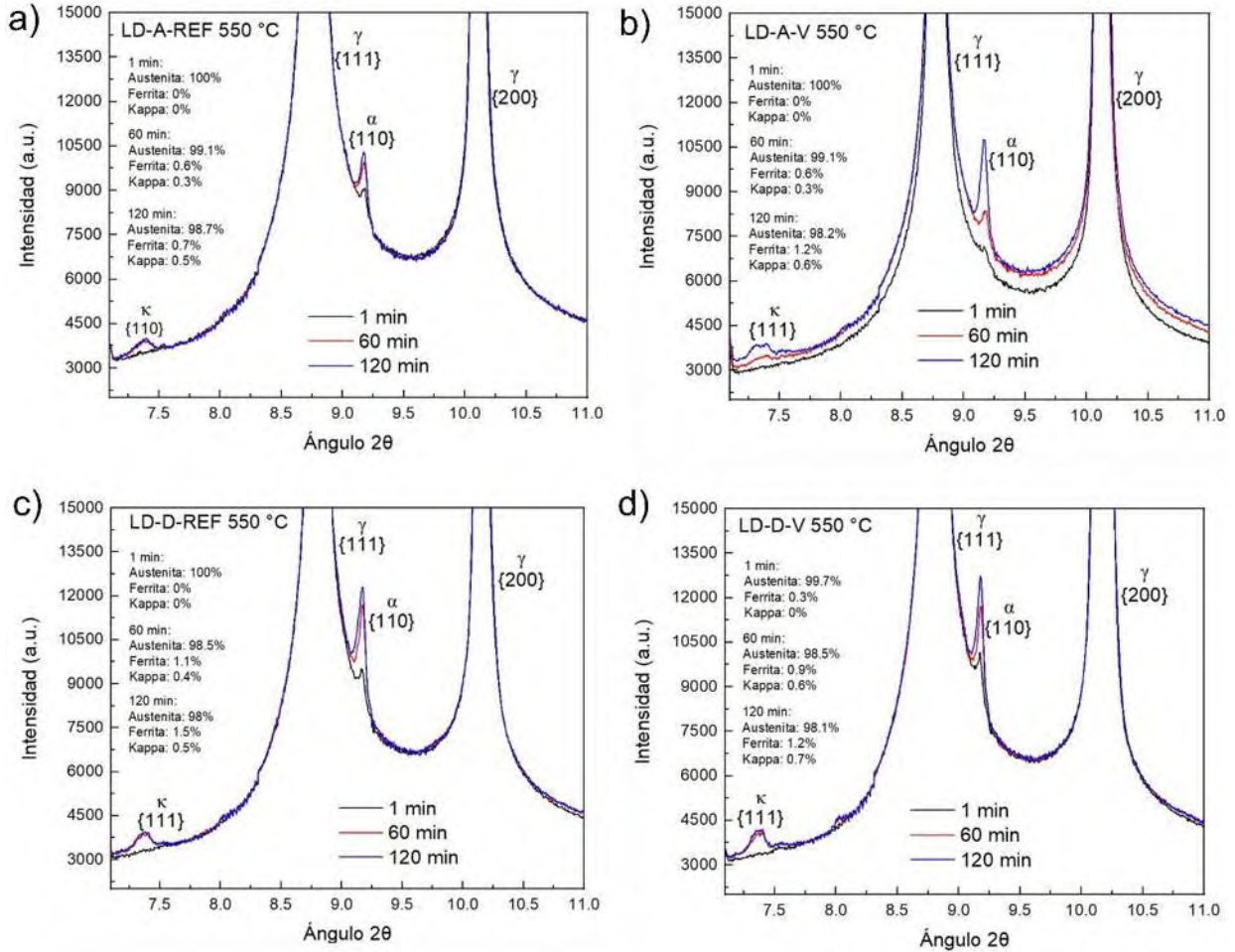


Figura 4.54 Acercamiento de los difractogramas con intensidad desde 2,500 a 15,000 (a.u.) obtenidos mediante radiación sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante tiempos de 1, 60 y 120 minutos. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

Por otro lado, en la Figura 4.55 se observan los cuatro aceros LD estudiados durante el tratamiento de envejecimiento a 700 °C por los mismos tiempos (1 min, 60 min y 120 min), los cuales muestran diferente evolución de las fases kappa y α respecto a la condición de 550 °C. En los aceros austeníticos (Figuras 4.55a y b) se observa el incremento de picos asociados tanto a la ferrita- α como a los carburos- κ {110} y {111}, respectivamente, aunque con intensidades moderadas pero mayores que a 550 °C, lo que indica que la descomposición de la austenita es limitada pero sí se presenta bajo estas condiciones. Sin embargo, en ambos casos la precipitación es menor que en los aceros dúplex, particularmente en el acero microaleado con V, donde los picos de κ y α presentan

intensidades significativamente menores respecto al acero austenítico de referencia. Esta reducción en la fracción precipitada confirma el efecto inhibidor del V como elemento microaleante sobre la cinética de formación de carburos- κ , ya que la adición de V disminuye la disponibilidad de C en la matriz austenítica y eleva la barrera de nucleación de los carburos- κ , retardando simultáneamente la transformación eutectoide $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$. Por otro lado, los aceros dúplex de las Figuras 4.48c) y d) muestran los mismos picos $\kappa\{110\}$, $\kappa\{111\}$, $\kappa\{200\}$ y $\alpha\{110\}$ pero más definidos y con mayor intensidad, reflejando una cinética de precipitación más rápida debido principalmente a su composición química, ya que el menor contenido de Mn hace que la austenita sea más inestable, durante estos tratamientos térmicos de envejecimiento la ferrita y la fase kappa se muestran en abundancia en las interfases γ/α , que es donde se facilita la nucleación heterogénea. No obstante, incluso en el acero dúplex con V, las intensidades de los picos κ y α permanecen de menor intensidad respecto al acero sin V, reforzando nuevamente el papel del V como un microaleante que inhibe la evolución de la fase- κ en aceros LD. Los resultados obtenidos del porcentaje de fases mediante refinamiento Rietveld muestra, en los aceros LD austeníticos, fracciones de austenita superiores al 96% incluso después de 120 minutos. Sin embargo, se observa la aparición progresiva de pequeñas cantidades de ferrita ($\approx 2\text{--}2.6\%$) y carburos- κ ($\approx 1.4\text{--}1.7\%$), lo que indica que aunque la austenita es estable a esta temperatura, ocurren procesos ligeros de descomposición. El acero LD-A-V presenta ligeramente mayores fracciones de ferrita y κ en comparación con el acero de referencia en etapas tempranas, lo que sugiere que el V puede favorecer la nucleación inicial de estas fases, aunque sin alterar significativamente la estabilidad de la austenita. Por otro lado, en los aceros dúplex se observa una evolución microestructural más marcada. A diferencia de los aceros austeníticos, la fracción de austenita disminuye considerablemente con el tiempo, bajando de 100% a valores de 84-90% después de 120 minutos, mientras que la ferrita y los carburos- κ aumentan de manera significativa. En el acero LD-D-REF, la ferrita alcanza aproximadamente 10.3% y los carburos- κ cerca de 5.6%, evidenciando transformaciones de fase del tipo eutectoide de $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$. En el caso del acero LD-D-V, aunque también se observa esta tendencia, los porcentajes de ferrita ($\sim 7.2\%$) y κ ($\sim 2.7\%$) son menores, lo que indica que el acero microaleado retarda y/o presenta un efecto inhibidor en la transformación de fases. Este efecto, como ya ha sido discutido, se atribuye principalmente a la formación de VC, los cuales reducen la disponibilidad de C para la formación de carburos- κ y limitan la velocidad de descomposición de la austenita [82,117, 125-127]. Finalmente, es importante señalar que no se observaron picos característicos de otras fases

ordenadas como la B2 o D0₃ en estas condiciones isotérmicas, sin embargo, no se descarta la posibilidad de que se encuentren en cantidades inferiores a los de la fase kappa y en tamaños nanométricos.

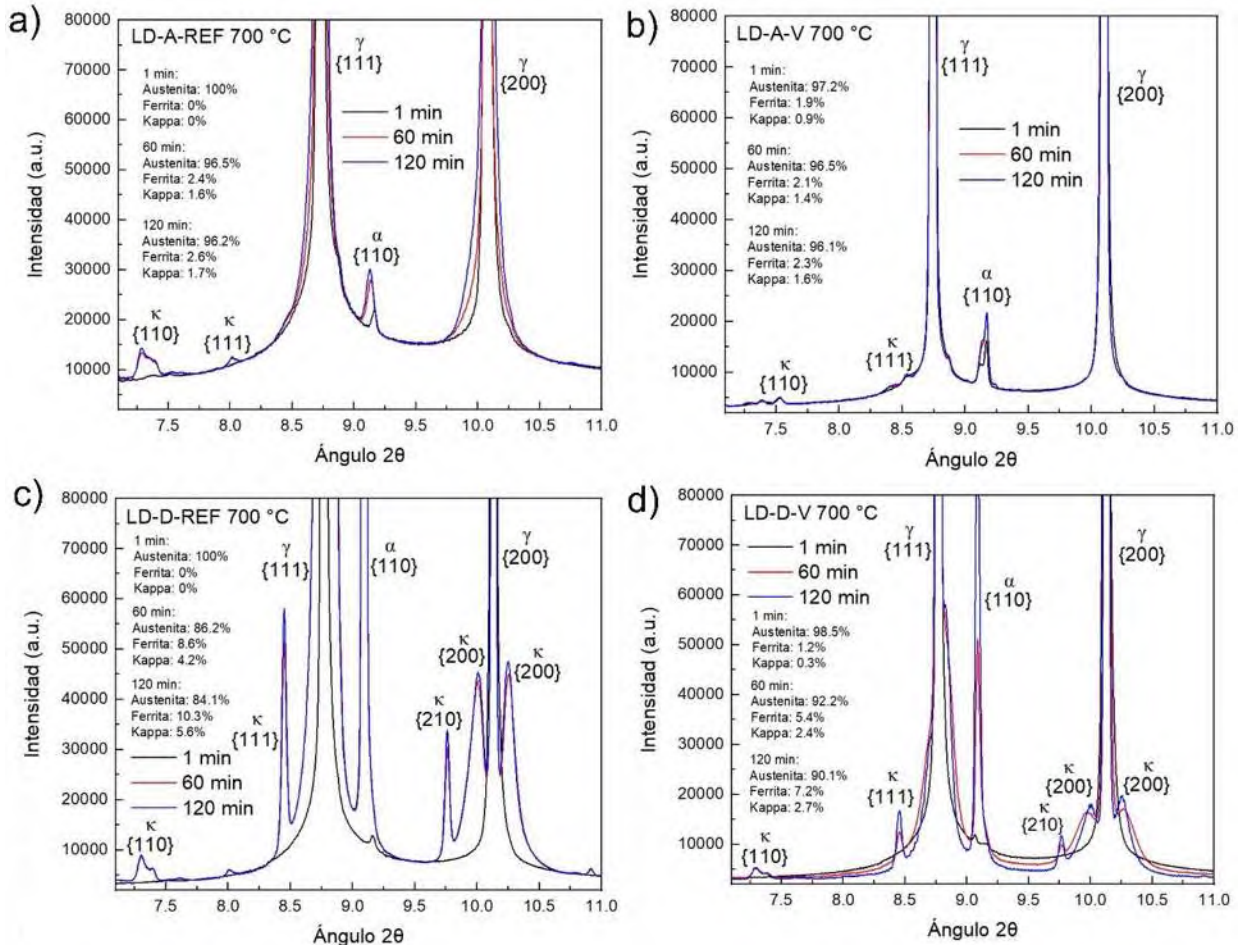


Figura 4.55 Difractogramas obtenidos con intensidad desde 2,500 a 80,000 (a.u.) mediante radiación sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 700 °C durante tiempos de 1, 60 y 120 minutos. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

4.5.1.2 Caracterización metalográfica mediante LOM

En la Figura 4.56 se presentan las micrografías obtenidas mediante LOM de los aceros LD en condición de envejecimiento isotérmico a 550 °C durante 2 horas de permanencia. En los aceros austeníticos LD-A-REF y LD-A-V (Figuras 4.56a y b), la microestructura está compuesta predominantemente por granos equiaxiales de austenita- γ , sin evidencia de formación de ferrita- α o transformación eutectoide, lo cual corrobora la alta estabilidad térmica de la fase γ a esta temperatura. En ambos casos se observan inclusiones dispersas de AlN/MnS, distribuidas de

manera heterogénea dentro de la matriz, las cuales actúan como partículas inertes que no generan cambios apreciables en la morfología de la austenita. Por otro lado, no se observa que la adición de V modifique o tenga algún efecto sobre la microestructura en general en esta condición del tratamiento. Por otro lado, los aceros dúplex LD-D-REF y LD-D-V (Figuras 4.56 c y d) muestran una microestructura un poco distinta; para el caso del acero LD-D-REF se identifican tanto granos de austenita γ como la presencia temprana de precipitados de carburos- κ^* en algunos de los límites de grano. Asimismo, se observan inclusiones de AlN/MnS distribuidas en los límites de grano al igual que en los aceros austeníticos. Por otra parte, el acero LD-D-V conserva la morfología de granos equiaxiales con austenita como fase predominante, pero sin evidencia clara de precipitación temprana de carburos- κ^* como en el acero de referencia. En esta condición comienza a notarse el efecto inhibitor del V sobre la formación de la fase- κ a 550 °C.

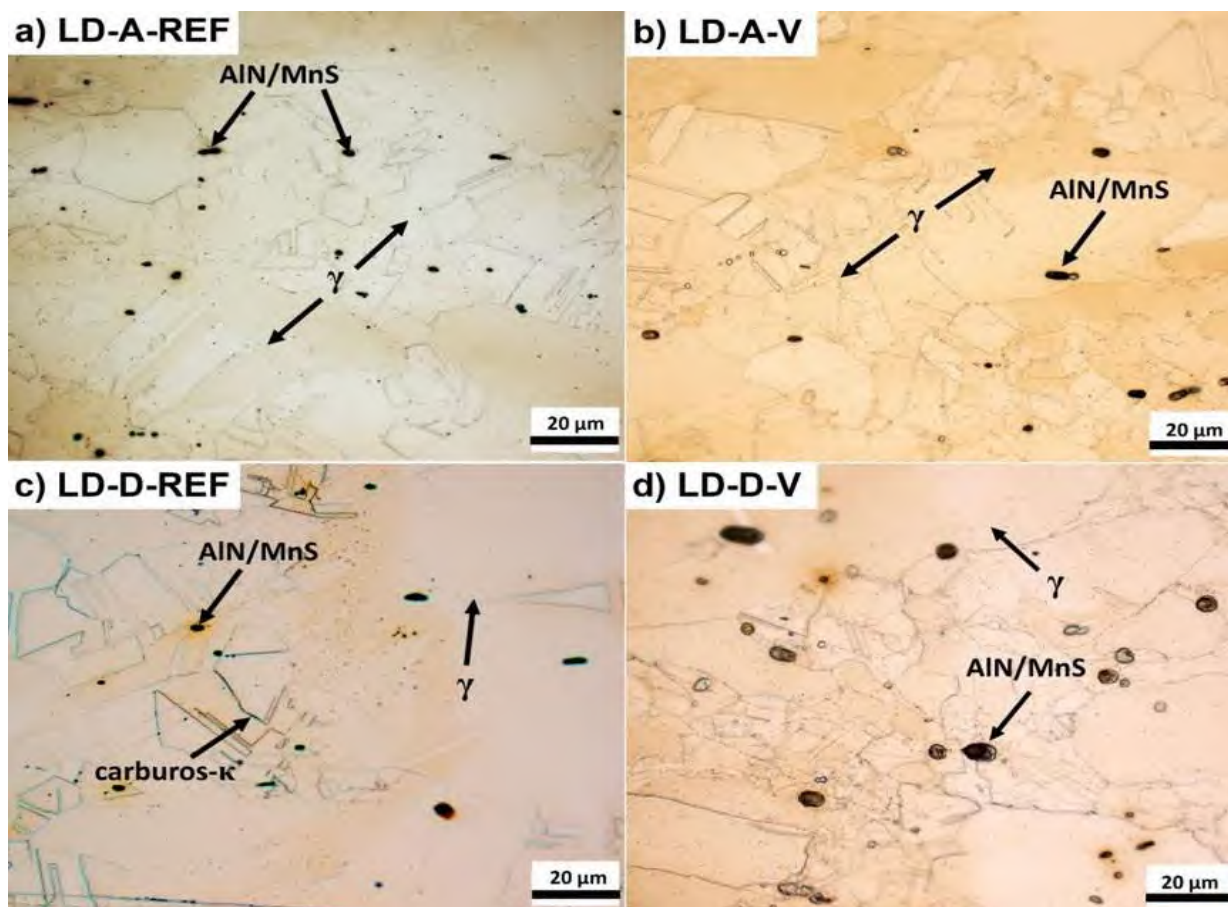


Figura 4.56 Micrografías obtenidas a través de microscopia óptica de luz (LOM) de las probetas de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante 2 horas, ensayadas en el sincrotrón ALBA. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

En la Figura 4.57 se muestran las micrografías de las muestras de los aceros avanzados LD después del envejecimiento isotérmico a 700 °C durante 2 h. En los aceros austeníticos LD-A-REF y LD-A-V (Figuras 4.57a y b), la microestructura continúa dominada por granos equiaxiales de austenita- γ . La presencia de los precipitados sigue siendo limitada, lo que indica que, aún a 700 °C, la austenita permanece completamente estable y la precipitación y/o transformaciones de fases son casi nulas en estos aceros tal como se corrobora con los difractogramas de las Figuras 4.48a y b. Por otro lado, las inclusiones de AlN y MnS permanecen distribuidas de manera heterogénea y actúan como sitios potenciales de anclaje.

Por otro lado, los aceros dúplex LD-D-REF y LD-D-V (Figuras 4.57c y d) muestran transformaciones mucho más avanzadas debido a la menor estabilidad termodinámica de la fase γ en las microestructuras iniciales y comparadas con la condición de 550 °C. En el acero LD-D-REF, la formación de $\alpha + \kappa$ generada por la transformación eutectoide es abundante y se observa a lo largo de los límites de grano de la austenita. Estas colonias presentan la morfología típica observada en LOM que consiste en "bordes negros u oscuros" asociada a la precipitación de ferrita- α y carburos- κ con estructura laminar, indicando un alto grado de descomposición eutectoide a 700 °C. En contraste, el acero LD-D-V también presenta transformación eutectoide $\alpha + \kappa$ en los límites de grano, pero claramente se observa menor presencia de estos. Esta limitación en las transformaciones de fases confirma nuevamente la influencia del V como elemento microaleante capaz de retrasar la descomposición eutectoide, ya que el V forma primero VC a temperaturas elevadas, consume C y eleva la barrera energética para la nucleación de la fase- κ . En ambos aceros dúplex continúan presentes inclusiones de AlN/MnS que pueden actuar como sitios de nucleación para la transformación eutectoide como los límites de grano, pero con menor impacto.

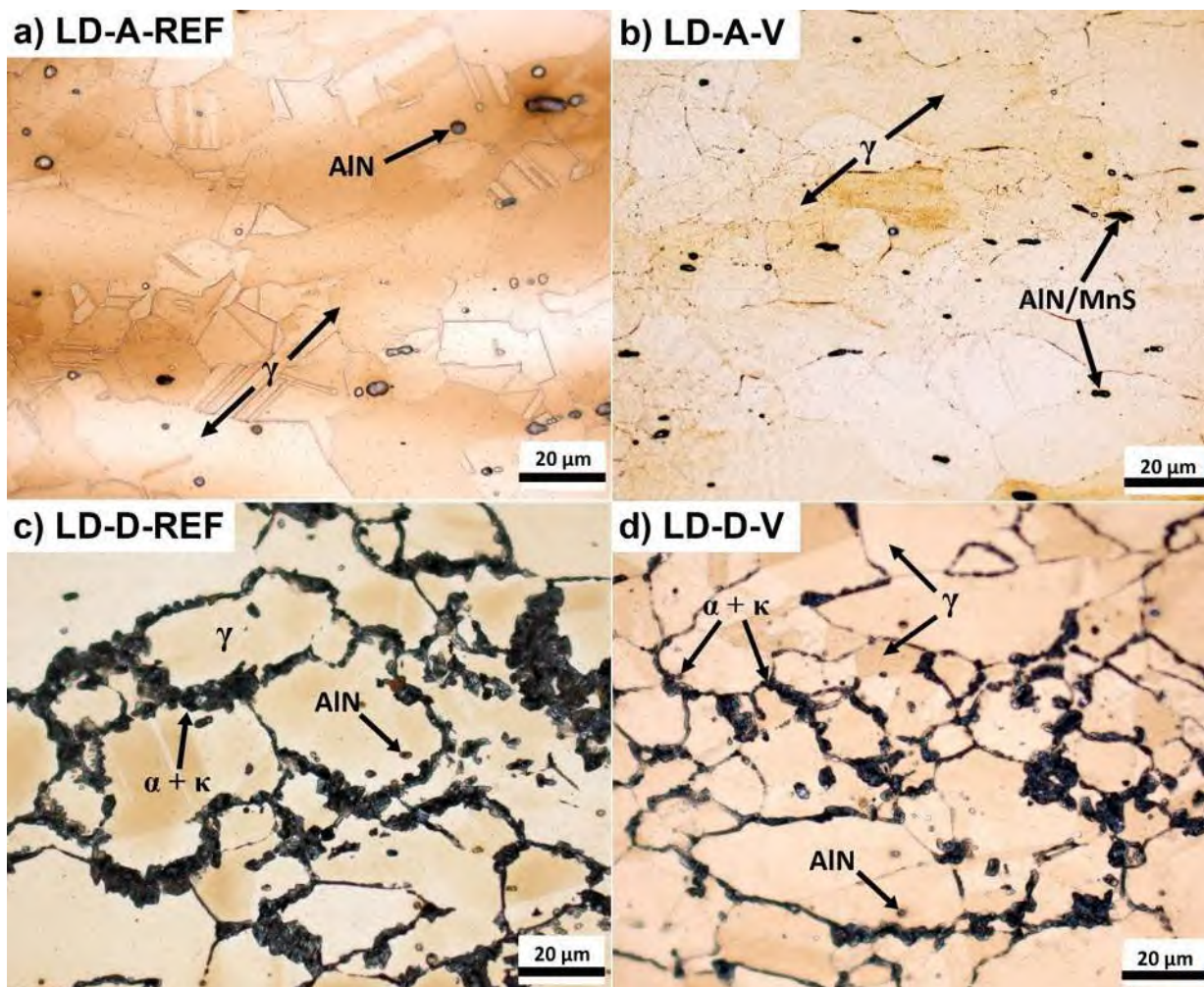


Figura 4.57 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas ensayadas mediante el sincrotrón ALBA de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 700 °C durante 2 horas: a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

4.5.1.3 Microdureza Vickers (HV)

Por otro lado, en la Tabla 4.4 se presentan los valores de microdureza Vickers (HV) obtenidos para los aceros avanzados LD bajo las condiciones de envejecimiento a 550 °C y a 700 °C. En general, se observa que la dureza es mayor en la condición de 550 °C respecto a 700 °C, lo cual está asociado a la mayor cinética de precipitación fina de carburos- κ' y a la nucleación temprana de ferrita- α a bajas temperaturas, que generan un endurecimiento más efectivo. En contraste, a 700 °C los precipitados tienden a ser más gruesos en los límites de grano, reduciendo su efectividad al endurecimiento. Los valores más elevados de dureza se registraron en los aceros dúplex, particularmente en el acero LD-D-REF, que alcanzó aproximadamente 430 HV después del envejecimiento a 550 °C. Este comportamiento es consistente con el comportamiento de la mayoría

de los aceros LD que muestran precipitación de carburos- κ tanto intergranular como intragranular, los cuales incrementan significativamente la resistencia del material. Cabe señalar que, el acero dúplex microaleado con V mostró una dureza menor, lo que confirma el efecto retardante del V sobre la precipitación carburos- κ y la descomposición eutectoide, generando una microestructura menos endurecida bajo estas condiciones. Por otro lado, los aceros austeníticos presentaron las durezas más bajas entre los cuatro aceros analizados, especialmente el acero LD-A-V, que registró alrededor de 230 HV a 700 °C. Este valor reducido se relaciona tanto con la estabilidad de la austenita como con el efecto del V, que limita aún más la precipitación de carburos- κ y la formación de ferrita, disminuyendo la contribución de estas transformaciones al endurecimiento. Estos resultados concuerdan plenamente con las observaciones microestructurales y los patrones de difracción, ya que la dureza aumenta conforme se forma una mayor cantidad de carburos- κ , y disminuye cuando la microestructura permanece mayormente austenítica o cuando la cinética de precipitación es inhibida por la adición de V.

Tabla 4.4 Valores de dureza HV obtenidos de las probetas ensayadas durante los tratamientos de envejecimiento en el sincrotrón ALBA.

Condición del tratamiento	LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V
550 °C	385 $\pm$ 8 HV	248 $\pm$ 6 HV	430 $\pm$ 25 HV	415 $\pm$ 21 HV
700 °C	232 $\pm$ 11 HV	238 $\pm$ 11 HV	377 $\pm$ 15 HV	393 $\pm$ 12

4.5.2 Análisis mediante sincrotrón-dilatómetro (PETRA III-synchrotron)

4.5.2.1 Patrones-anillos de difracción LD austeníticos y dúplex

En la Figura 4.58 se observan los anillos de Debye-Scherrer correspondientes a los patrones de difracción de los aceros LD austeníticos y dúplex. En las Figuras 4.58a, c, e, y g) se muestran los patrones correspondientes a las muestras en condición de tratamiento térmico de solubilizado a 1000 °C durante 10 minutos, en esta condición dichos anillos muestran únicamente los planos cristalográficos de la austenita FCC: {111}, {200}, {220}, {311} y {222}. Por otro lado, en las Figuras 4.58b, d, f y h) se muestran los patrones de difracción de los mismos aceros LD después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 horas, de igual manera los anillos de la fase austenita FCC permanecen visibles. Sin embargo, en los aceros LD dúplex aparecen anillos adicionales correspondientes a la ferrita BCC ({110}, {200} y {211}), así como a la fase- κ ({111},

$\{200\}$, $\{220\}$, $\{311\}$ y $\{222\}$, cabe mencionar que estos picos aparentemente no se observan en los aceros LD austeníticos.

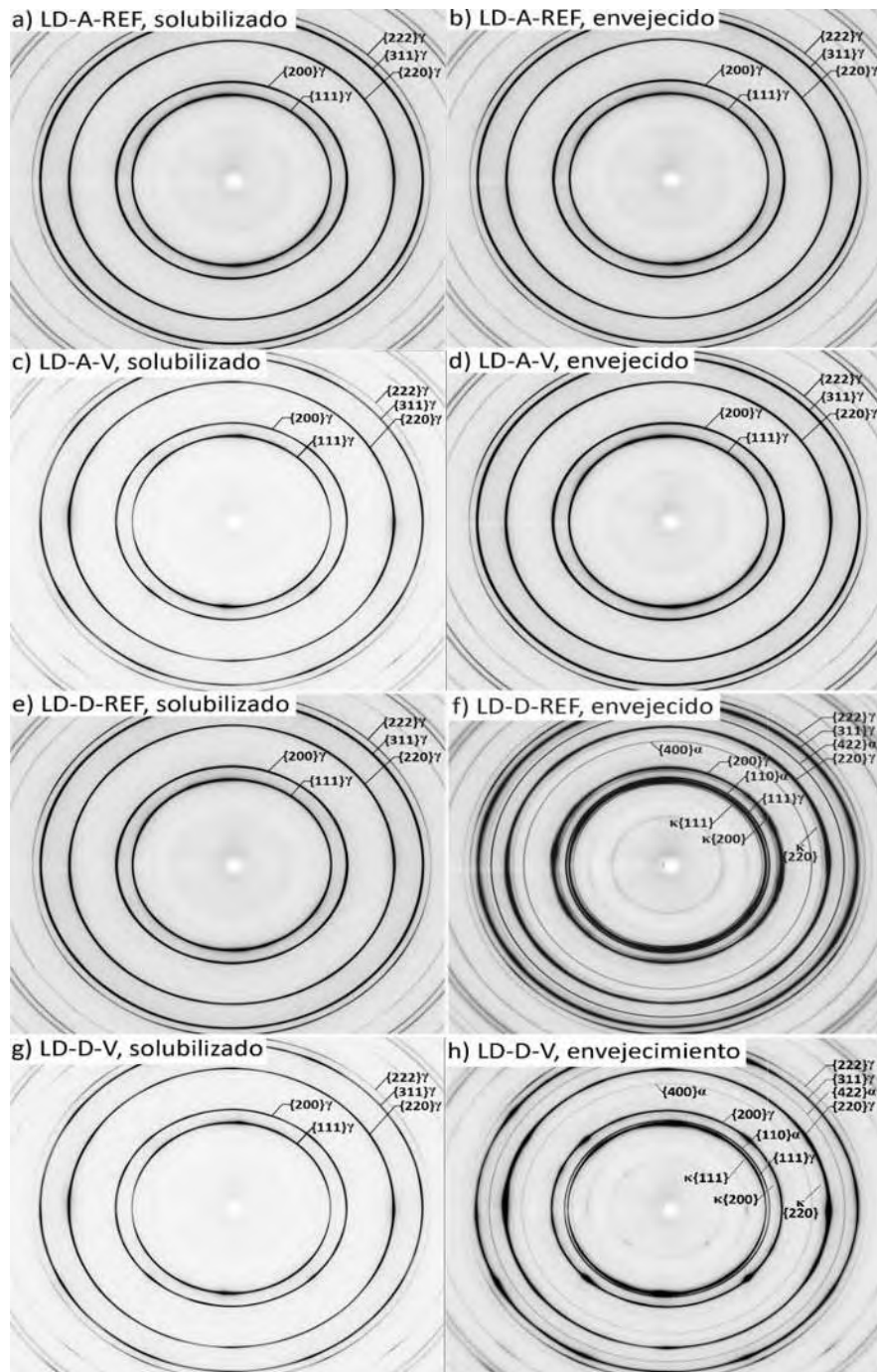


Figura 4.58 Anillos de difracción correspondientes a los patrones de difracción obtenidos mediante radiación sincrotrón HEXRD. a), c), e), g) aceros LD en condición de solubilizado (después de 10 minutos de permanencia), b), d), f), h) aceros LD después de 2 h del tratamiento de envejecimiento a 600 °C.

4.5.2.2 Difractogramas

En la Figura 4.59 se presenta la evolución de los difractogramas obtenidos a través de los anillos de Debye-Scherrer de los aceros austeníticos durante el envejecimiento a 600 °C, en tiempos de 7, 40, 60, 80, 100 y 120 minutos. En todos los casos, los picos correspondientes a la austenita {111} y {200} dominan los difractogramas, indicando que esta fase continúa siendo mayoritaria durante todo el ciclo del tratamiento térmico. Sin embargo, también se observa la presencia del pico asociado a la ferrita {110}, cuya intensidad aumenta ligeramente con el tiempo de envejecimiento, evidenciando una transformación progresiva de la austenita. Al comparar ambos aceros, se observa que el acero LD-A-REF presenta un ligero incremento en la fracción de ferrita a tiempos largos en comparación con el acero LD-A-V. Este comportamiento puede atribuirse a la afinidad del V por el C, favoreciendo la formación de carburos tipo VC que reducen la disponibilidad de C para la formación de carburos- κ y, en consecuencia, retardan la descomposición de la austenita. Estos resultados demuestran que, aunque ambos aceros presentan una evolución microestructural similar durante el envejecimiento, el efecto del V como elemento microaleante se presenta como una ligera reducción en la cinética de transformación, favoreciendo la estabilidad de la austenita y limitando el crecimiento de la fracción de ferrita. Asimismo, la baja variación en la fracción de carburos- κ sugiere que, a esta temperatura, la transformación está dominada principalmente por la formación de ferrita más que por la precipitación intensiva de carburos- κ .

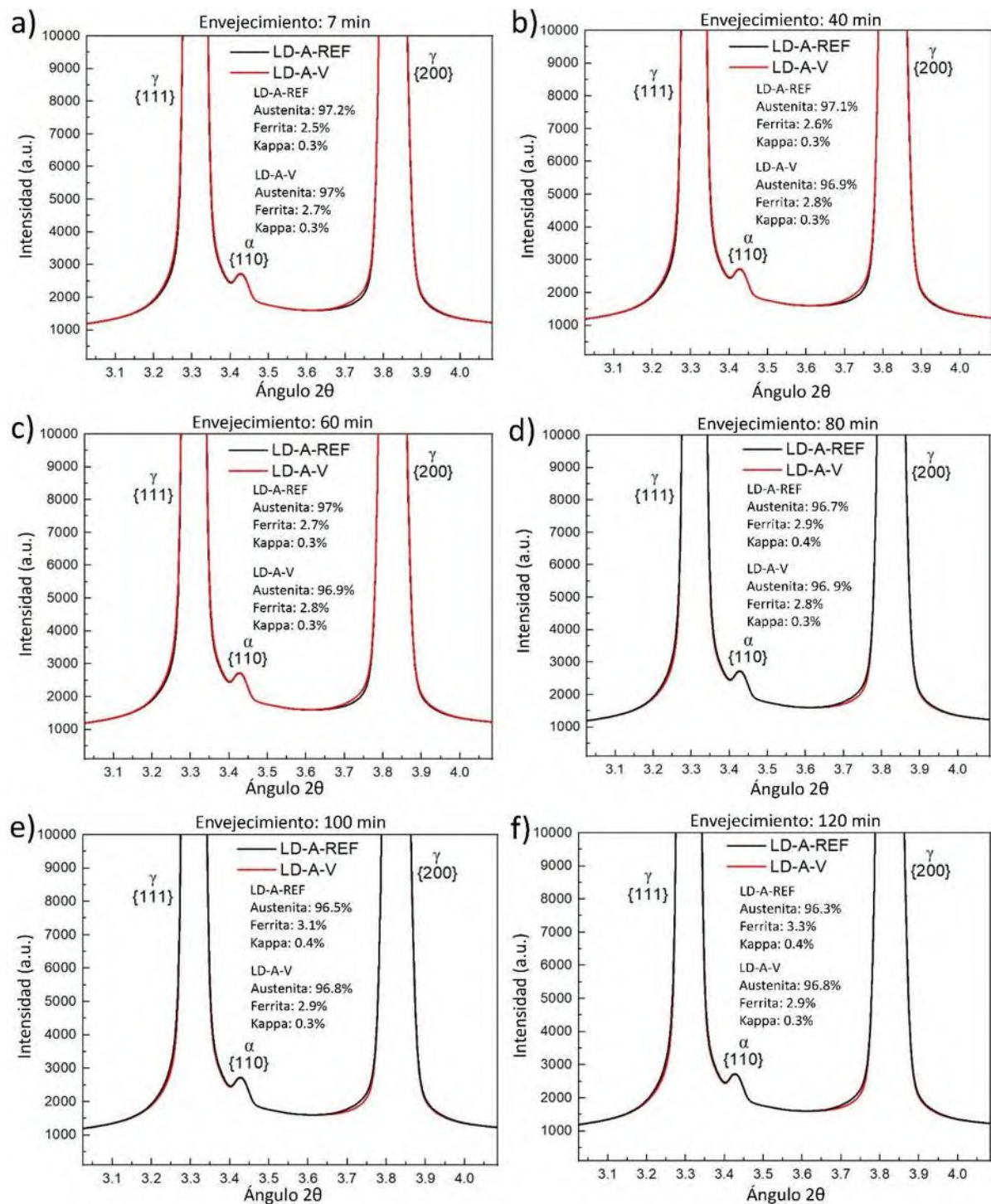


Figura 4.59 Difractogramas obtenidos mediante radiación sincrotrón de los aceros LD austeníticos durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C durante diferentes tiempos de permanencia: a) 7 min, b) 40 min, c) 60 min, d) 80 min, e) 100 min and f) 120 min.

En la Figura 4.60 se muestran los difractogramas de los aceros LD dúplex obtenidos después de la etapa de deformación y durante el tratamiento de envejecimiento a 600 °C por 7, 40, 60, 80, 100 y 120 minutos, las cuales revelan la evolución de fases con variaciones en los porcentajes de fases en ambos aceros. A los 7 minutos, se observan los picos de difracción correspondientes a las familias de planos cristalográficos de la fase austenítica, mientras que el pico {110} de la ferrita presenta una intensidad muy baja y se detecta únicamente en el acero de referencia (Figura 4.60a). Después de 40 minutos, la intensidad del pico {110} de la ferrita aumenta, asimismo se presenta la aparición del pico {111} inicial de la fase- κ , lo que indica el inicio de la precipitación de esta fase en el acero de referencia. Por otro lado, este pico aún no se observa en el acero LD-D-V (Figura 4.60b) en el mismo tiempo de envejecimiento. Durante el tratamiento térmico de envejecimiento, la presencia de la fase- κ se vuelve mayor, tal como lo indica el crecimiento continuo de sus picos de difracción. En el acero microaleado con V, dichos picos comienzan a aparecer en esta etapa, mientras que en el acero de referencia ya se encuentran completamente desarrollados y continúan incrementando su intensidad (Figura 4.60c). Después de 80 minutos del tratamiento de envejecimiento, en la microestructura de ambos aceros ya se encuentran presentes las fases austenita, ferrita y fase- κ , con contenidos aproximados de carburos- κ de 2.7 % en peso en el acero de referencia y 1.65 % en el acero LD-D-V de acuerdo con el cálculo de fases (Figura 4.46d). En este punto, el acero LD-D-V presenta casi la mitad del contenido de ferrita y fase- κ en comparación con el acero de referencia. A medida que el tratamiento térmico continúa, los picos de los carburos- κ y de la ferrita siguen aumentando su intensidad a los 100 minutos (Figura 4.60e), alcanzando sus valores máximos a los 120 minutos, lo que marca el final del tratamiento térmico (Figura 4.60f). Estos resultados demuestran que la adición de V influye en el comportamiento de precipitación durante el tratamiento de envejecimiento, retrasando de manera efectiva las transformaciones de fase, como la formación de ferrita y carburos- κ , en comparación con el acero de referencia. La cinética de transformación se retarda en el acero microaleado con V, esto puede atribuirse a la fuerte afinidad del V por el C, lo que favorece la formación preferencial de VC durante el envejecimiento. Esta afinidad entre V y C ha sido reportada por varios autores [82,117, 125-127], donde la precipitación de VC se identifica como un factor clave que reduce la disponibilidad de C para la nucleación de carburos- κ y, en consecuencia, retrasa la transformación eutectoide $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$. Este comportamiento es coherente con los resultados obtenidos en el presente trabajo. Los resultados obtenidos mediante difracción de rayos-X con radiación sincrotrón muestran una buena correlación

con las curvas PTT construidas a partir de dilatometría y relajación de esfuerzos, en especial con aquellas obtenidas mediante el método de la derivada. En ambos casos se identifican tiempos de inicio de transformación relativamente cortos, especialmente en los aceros LD dúplex, donde la precipitación de carburos- κ ocurre desde etapas tempranas del envejecimiento. Esto se confirma experimentalmente mediante la aparición progresiva de las reflexiones de la fase- κ en los patrones de difracción incluso durante los primeros minutos del tratamiento térmico. Asimismo, se observa una evolución más compleja, asociada a la transformación eutectoide, lo cual coincide con las regiones de transformación en las curvas PTT. En conjunto, estos resultados indican que los ensayos mediante sincrotrón y las curvas PTT obtenidas mediante el método de la derivada representan de manera precisa la cinética de precipitación y transformación de fases en los aceros LD estudiados.

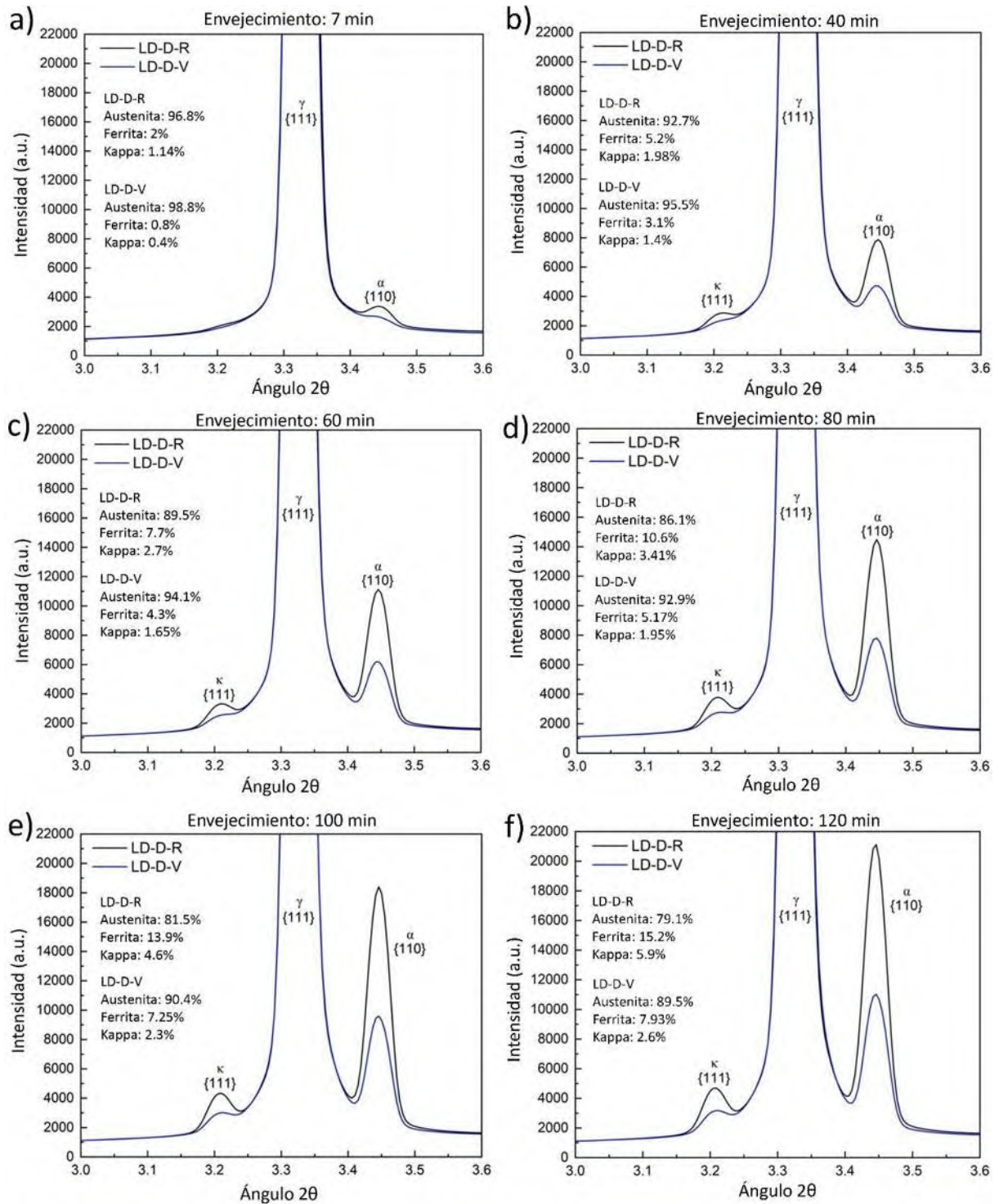


Figura 4.60 Difractogramas obtenidos mediante radiación sincrotrón de los aceros LD dúplex durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C durante diferentes tiempos de permanencia: a) 7 min, b) 40 min, c) 60 min, d) 80 min, e) 100 min and f) 120 min.

4.5.2.3 Porcentaje de fases

En la Figura 4.61 se muestra la evolución de fases durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas de los aceros LD austeníticos y dúplex. En general se observa una disminución constante del contenido de austenita a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, a su vez se muestra un crecimiento que corresponde al contenido de ferrita y carburos- κ . Los resultados de la cuantificación muestran que en los aceros austeníticos hay una disminución gradual en la fracción de austenita, pasando de aproximadamente 97.2–97.0% a valores cercanos a 96.3–96.8% tras 120 minutos. De manera simultánea, la fracción de ferrita incrementa ligeramente hasta alcanzar valores del orden de 3.1–3.3% en el acero de referencia y ~2.9% en el acero microaleado. La fracción de carburos- κ se mantiene prácticamente constante y en niveles bajos (~0.3–0.4%), por lo que la fracción total transformada ($\alpha + \kappa$) disminuye ligeramente de ~3.55% en el acero de referencia a ~3.2% en el acero microaleado, lo que representa una reducción cercana al 10%, lo que indica que, en estas condiciones, la precipitación de carburos- κ es limitada y ocurre principalmente en etapas tempranas del tratamiento. Por otro lado, en los aceros LD dúplex al finalizar el tratamiento de envejecimiento, la fracción de austenita se redujo a 79.1 % en el acero LD-D-R y a 89.5 % en el acero LD-D-V. Por otro lado, la fracción de ferrita aumentó a 15.9 % en el acero LD-D-R y a 7.3 % en el acero LD-D-V, mientras que la fracción de fase- κ alcanzó valores de 5.9 % y 2.6 % en los aceros LD-D-R y LD-D-V, respectivamente. En conjunto, la fracción total transformada ($\alpha + \kappa$) disminuye de 21.8 % en el acero LD-D-R a 9.9 % en el acero LD-D-V, lo que representa aproximadamente un 55 % menos de fase transformada en el acero microaleado con V. Este comportamiento es consistente de acuerdo con la transformación eutectoide de la austenita en ferrita y carburos- κ , la cual incrementa a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento. En el acero LD-D-R, la transformación se genera a mayor velocidad, generando una fracción más alta de ferrita y fase- κ en cada etapa en comparación con el acero LD-D-V. La afinidad del V por el C favorece la formación de partículas precipitadas de VC, reduciendo la cantidad de C disponible en la matriz para la nucleación de la fase- κ . En consecuencia, se retrasa la transformación eutectoide y se limita la fracción de carburos- κ . Como resultado, los contenidos de ferrita y fase- κ en el acero microaleado con V permanecen significativamente más bajos a lo largo de todo el tratamiento en comparación con el acero de referencia. Este efecto es considerablemente mayor al observado en los aceros austeníticos, lo que

indica que el impacto del V sobre la cinética de transformación es más pronunciado en sistemas bifásicos.

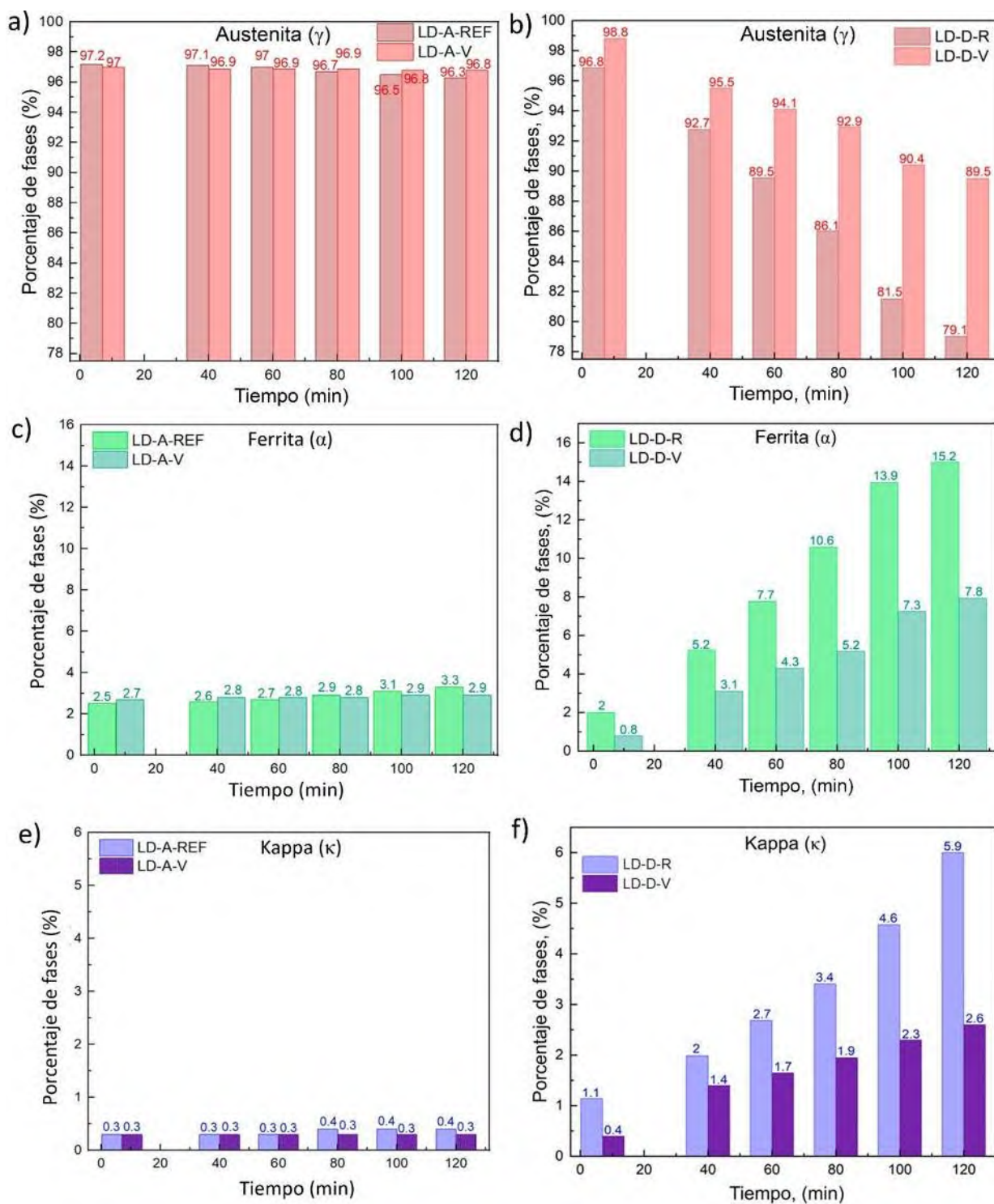


Figura 4.61 Porcentaje de fases (% vol.) de los aceros LD austeníticos y dúplex durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C. a), b) austenita, c), d) ferrita y e), f) kappa.

4.5.2.4 Cambio de longitud y relajación de esfuerzos

En la Figura 4.62 se muestran las señales de relajación de esfuerzos, en las cuales las Figuras 4.62a y b) corresponden a los aceros LD austeníticos y las Figuras 4.62c y d) corresponden a los aceros LD dúplex, las cuales fueron obtenidas a través de los ensayos de dilatometría durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas. En el acero LD austenítico de referencia (Figura 4.62a), la curva de relajación muestra una disminución gradual del esfuerzo, con cambios característicos en la pendiente aproximadamente a los 30 s, lo que indica el inicio de transformaciones de fases o mecanismos activados. Sin embargo, en el acero LD austenítico microaleado Figura 4.62b se observa que incluso desde tiempos más cortos (18s) se presenta un cambio en la pendiente, lo que indica que el V induce el inicio de transformaciones de fases o mecanismos activados.

Por otro lado, en el caso de los aceros LD dúplex Figuras (4.62c y d) los tiempos en los cambios de estas pendientes son más prolongados (60 s). Sin embargo, el acero de referencia parece presentar una caída y después un incremento en el esfuerzo después de los 60 s, si bien puede ser una falla del equipo, también puede indicar un evento asociado a algún mecanismo de endurecimiento o a transformaciones de fases. En el acero microaleado con V (Figura 4.62d) muestra un inicio similar en la curva de la relajación de esfuerzos. Se observan variaciones de pendiente definidas de forma gradual desde los 60-120 s lo que indica que las transformaciones de fases en este acero se están generando progresivamente.

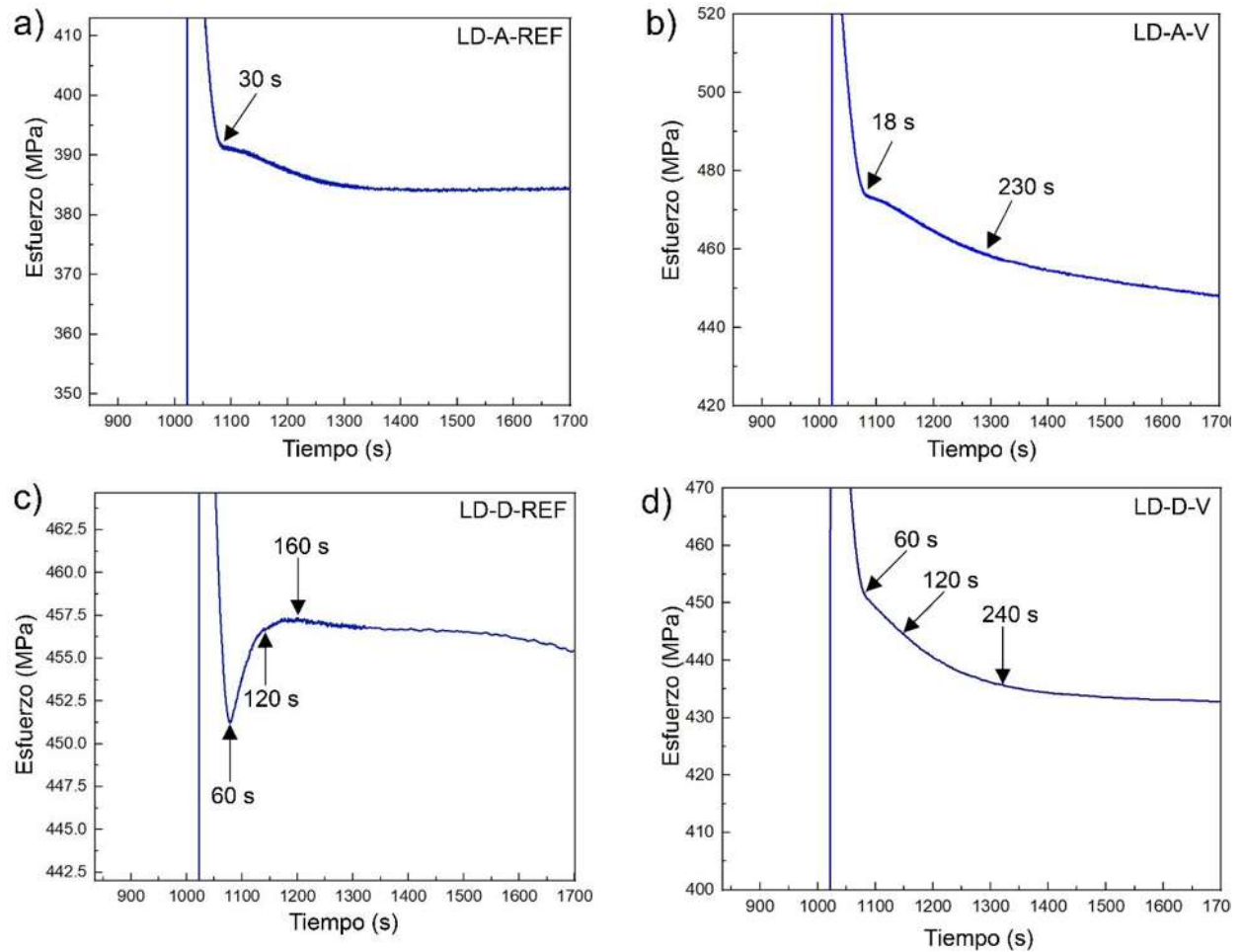


Figura 4.62 Curvas de relajación de esfuerzos obtenidas durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas en los aceros LD. a) LD-A-REF y c) corresponden al acero LD-D-R, mientras que las señales b) y d) corresponden al acero LD-D-V.

En la Figura 4.63 se presentan las curvas de cambio de longitud obtenidas mediante dilatometría para los aceros LD austeníticos y dúplex durante el tratamiento de envejecimiento. En ambos casos se observan variaciones ligeras pero definidas en la señal, las cuales están asociadas a cambios microestructurales que ocurren durante el tratamiento térmico. En el acero LD-A-REF (Figura 4.63a), se identifican tres cambios de pendiente principales, el primer cambio alrededor de los 15 s, seguido de un ligero incremento en la señal con un máximo cercano a los 36 s, y posteriormente una disminución progresiva hasta aproximadamente 360 s y finalmente continúa incrementando gradualmente hasta los 7200 s. Estos cambios pueden asociarse inicialmente a procesos de relajación y redistribución de dislocaciones inducidas por la deformación previa, seguidos por la

nucleación temprana de precipitados finos, como carburos- κ' . La posterior disminución en la señal indica la evolución de estos precipitados hacia estados más estables o la activación de procesos de recuperación que reducen la densidad de defectos.

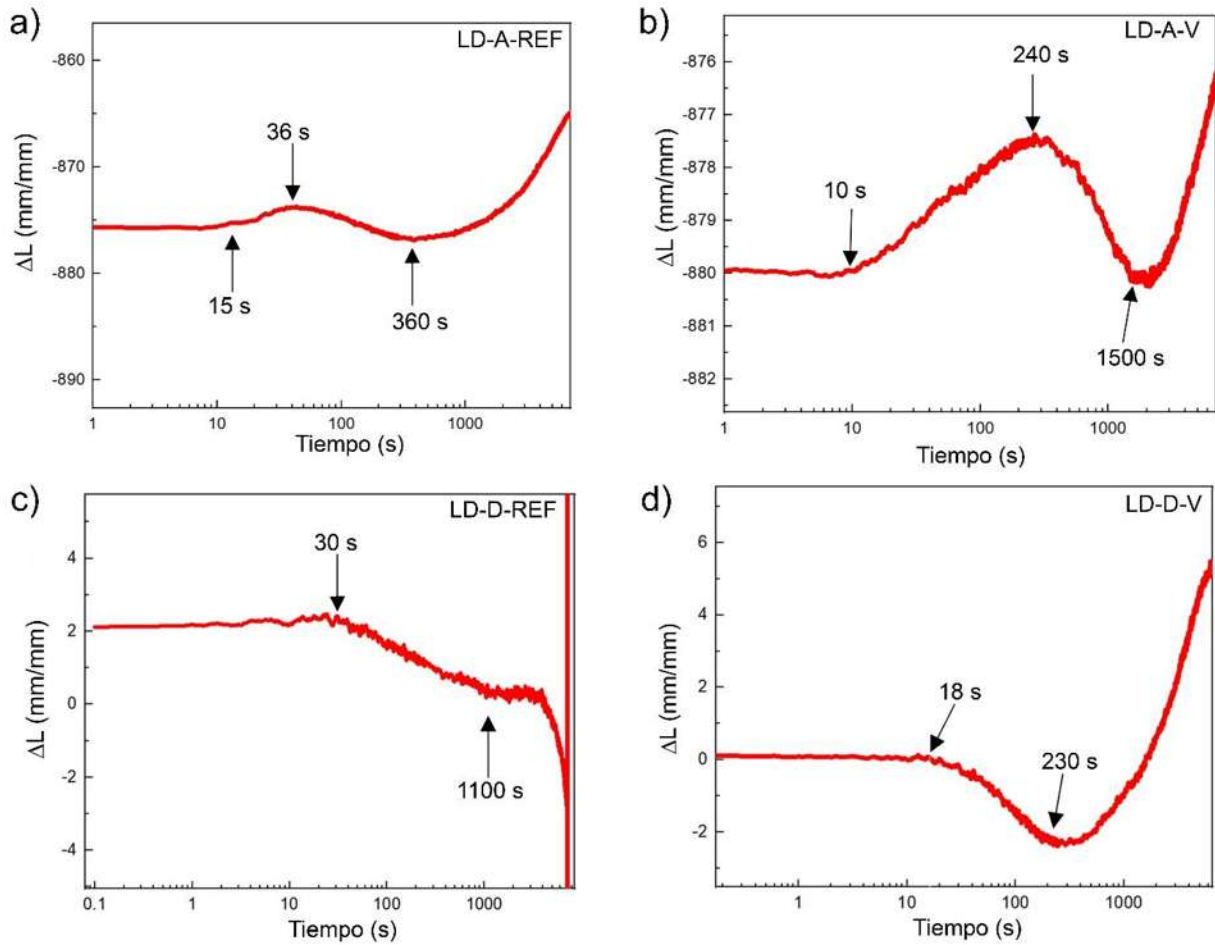


Figura 4.63 Curvas de cambio de longitud obtenidas durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas de los aceros LD austeníticos y dúplex. a) LD-A-REF, b) LD-A-V, c) LD-D-REF y d) LD-D-V.

Por otro lado, el acero LD-A-V (Figura 4.63b) presenta un comportamiento similar en cuanto a la secuencia de eventos, pero con diferencias notables en la magnitud de las variaciones. En este caso, el primer cambio ocurre a tiempos más cortos (~ 10 s), seguido de un incremento más pronunciado en la señal que alcanza un máximo alrededor de 240 s, y posteriormente una caída significativa con un mínimo cercano a los 1500 s y comienza a subir nuevamente hasta el final del tratamiento. Este comportamiento sugiere una mayor actividad de procesos difusivos y de precipitación durante

etapas iniciales, influenciada por la presencia de V, el cual como ya se observó anteriormente puede actuar como sitio de nucleación para precipitados o modificar la distribución de C en la matriz. Sin embargo, la aparición de un mínimo más marcado a tiempos largos indica que el V también contribuye a retardar o modificar la evolución posterior de las fases, mediante la formación de VC que estabilizan parcialmente la microestructura y limitan la transformación hacia fases más estables.

Por otro lado, la respuesta de la curva de cambio de longitud correspondiente al acero dúplex de referencia (Figura 4.62c) muestra una variación retardada en la señal, con una inflexión alrededor de los 30 s y una variación más pronunciada después de los 1100 s, lo que sugiere una transformación progresiva de la austenita y una precipitación posterior de ferrita y carburos- κ en las etapas finales del tratamiento. Comportamientos similares han sido reportados por Kaltzakorta et al. [86] en un acero dúplex Fe-11.4Mn-9.9Al-0.66C envejecido a temperaturas de 550 °C y 750 °C, donde se observaron variaciones en la pendiente y puntos de inflexión en las curvas de cambio de longitud, los cuales se asociaron con el inicio de la precipitación de carburos- κ y la descomposición progresiva de la austenita. Estas observaciones respaldan la interpretación de que los cambios de pendiente y las señales de expansión y contracción detectadas en el presente estudio corresponden a transformaciones difusionales que ocurren durante el tratamiento de envejecimiento. En el caso del acero LD-D-V (Figura 4.62d) se registra una contracción significativa entre los 180 y 230 s. Este comportamiento indica que la adición de V acelera el inicio de las transformaciones de fase, asociadas con la formación de ferrita, precipitación de carburos- κ y con mecanismos de recristalización y ablandamiento [128-129]. La cinética de transformación y precipitación más temprana observada en el acero LD-D-V es coherente con el efecto que genera el V como formador de carburos, ya que compite por el C y modifica la estabilidad de la austenita, generando su inestabilidad y así promoviendo la transformación eutectoide ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$) en tiempos más cortos. Además, varios autores [128-130] han reportado que la cinética de precipitación puede verse fuertemente influenciada por los elementos microaleantes, dado que éstos proporcionan sitios preferenciales de nucleación que facilitan el inicio de los procesos de precipitación y transformación de fases. No obstante, aunque las transformaciones de fases inicien previamente en acero dúplex microaleado, la cinética global de precipitación progresa de manera más lenta que en el acero de referencia, debido a la menor disponibilidad de C para la formación de carburos- κ , ya que como se observó en los diagramas de fases en equilibrio (Figura 4.9) en los aceros dúplex LD

la fase- κ aparece en el rango de 400 a 800 °C aproximadamente, alcanzando una fracción máxima antes de disolverse gradualmente a temperaturas superiores a 850 °C. En contraste, en el acero LD-D-V los diagramas confirman la formación preferencial de precipitados de VC a temperaturas más altas que la fase- κ , a 1050 °C aproximadamente. Esta predicción concuerda con las observaciones experimentales, donde se identificaron partículas de VC predominantemente a lo largo de las colonias $\alpha + \kappa$ y en los límites de γ/α .

La estabilidad preferencial de las partículas de VC tiene dos efectos principales. En primer lugar, la nucleación temprana de VC acelera la cinética de formación de la fase- κ al proporcionar sitios de nucleación heterogénea. Sin embargo, dado que las partículas de VC consumen C durante su precipitación, la cantidad de C disponible en la matriz disminuye, lo que a su vez ralentiza la cinética de crecimiento de los carburos- κ . Este doble efecto es consistente con los resultados experimentales de dilatometría y radiación sincrotrón. Mientras que las señales de relajación de esfuerzos y dilatometría indican un inicio más temprano de las transformaciones térmicamente activadas en el acero microaleado con V, los resultados de sincrotrón muestran que la precipitación de carburos- κ ocurre ligeramente antes en el acero de referencia. Esta aparente discrepancia puede atribuirse al efecto dual del V, el cual favorece la nucleación temprana de VC y las transformaciones asistidas por difusión, pero posteriormente retarda el crecimiento de los carburos- κ debido a la disminución del C disponible en la matriz austenítica. Además, las predicciones obtenidas mediante JMatPro (Figura 4.8) indican que la adición de V no solo introduce una fase de carburo competitiva, sino que también incrementa la estabilidad de la fase γ -austenita. En el acero LD-D-V, este efecto se evidencia por una ligeramente mayor estabilización de la austenita, lo que retrasa la cinética de la reacción eutectoide.

La Figura 4.64 muestra los cálculos termodinámicos que respaldan el efecto doble de la adición de V. A altas temperaturas (~ 1030 °C), los VC son los primeros carburos en precipitar (P1 y P4), consumiendo parte del C disponible en la matriz austenítica. Esta formación preferencial de VC reduce ligeramente el potencial químico del C, limitando así el crecimiento subsecuente de los carburos- κ . En ambos aceros, la concentración de C en la austenita aumenta con la temperatura hasta el inicio de la precipitación de la fase- κ . En el punto P2, los carburos- κ comienzan a nuclearse, y el contenido de C en la austenita empieza a disminuir en consecuencia. Posteriormente, en el punto P3, la austenita continúa empobreciéndose en C conforme avanza la precipitación de

carburos- κ , lo que indica una difusión continua de C desde la matriz hacia los precipitados. Este empobrecimiento progresivo de C reduce la fuerza impulsora termodinámica para el crecimiento adicional de los carburos- κ en tiempos prolongados. En consecuencia, aunque la reacción eutectoide en el acero microaleado con V inicia a menores tiempos, progresa más lentamente y resulta en una fracción total de ferrita + carburos- κ inferior en comparación con el acero de referencia. Finalmente, estos resultados concuerdan estrechamente con las observaciones experimentales obtenidas por dilatometría y radiación sincrotrón, donde el acero microaleado con V mostró un inicio más temprano de las transformaciones térmicamente activadas, pero una cinética de precipitación más lenta, confirmando la influencia del efecto doble del V sobre la nucleación y el crecimiento de los carburos- κ .

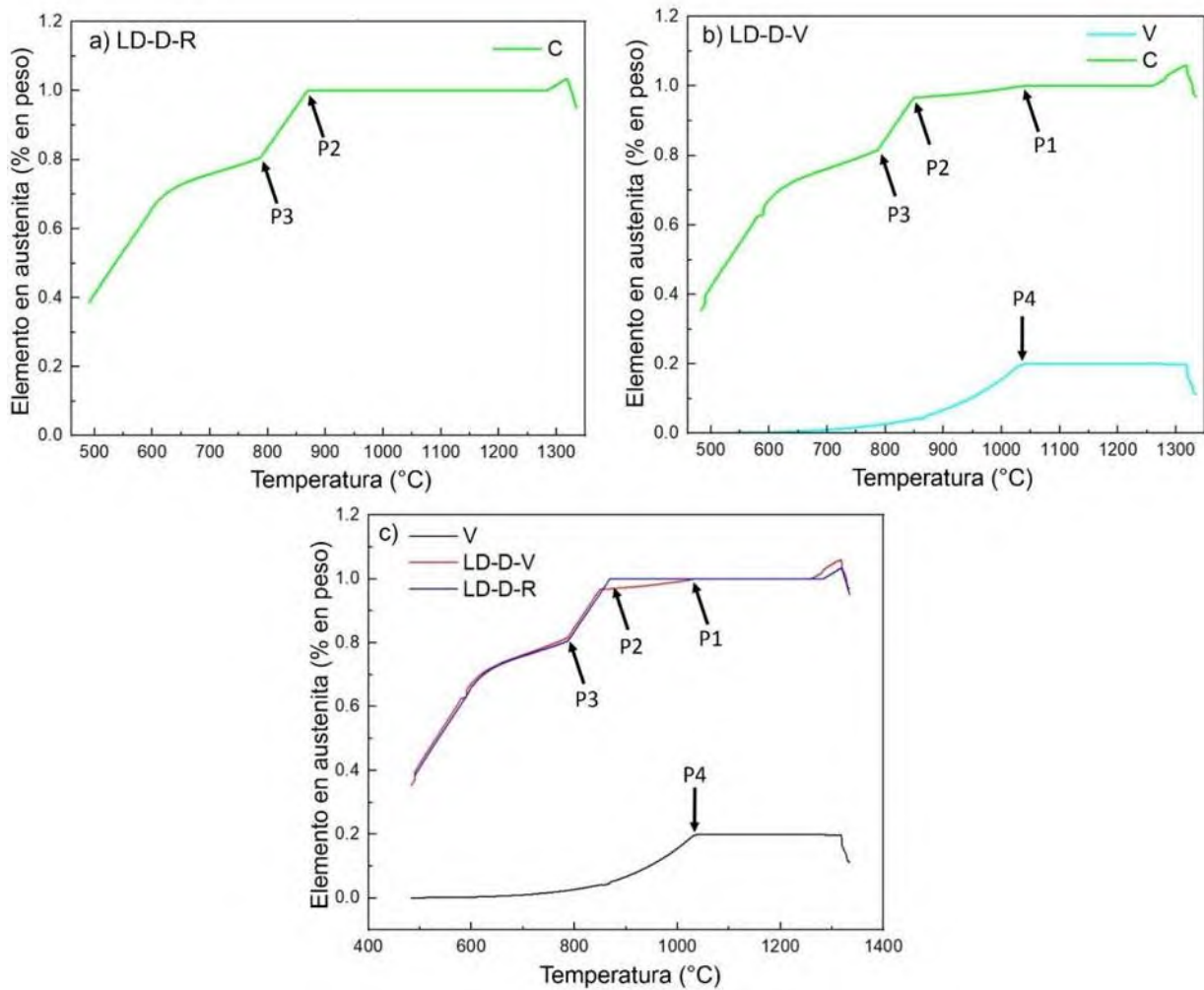


Figura 4.64 Cálculos termodinámicos de la concentración de V y C en la fase austenita en los aceros LD dúplex, realizados mediante el software JMatPro® 9.1.2. a) Acero LD-D-R, b) Acero LD-D-V y c) superposición de las predicciones de concentración de C y V para ambos aceros.

4.5.2.5 Caracterización metalográfica SEM/LOM

La Figura 4.65 muestra las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) del acero LD dúplex microaleado con V después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C por 2 horas. Se observa una microestructura dúplex en la que las colonias $\alpha + \kappa$ nuclearon preferentemente en los límites de grano de la austenita y crecen hacia el interior de la matriz austenítica. Microestructuras similares fueron reportadas por Moon y col. [44] en un acero LD Fe-30Mn-9Al-0.9C envejecido a 550 °C durante 10,000 minutos. Los carburos- κ presentan una morfología laminar con espaciamiento laminar relativamente uniforme dentro de cada colonia, mientras que la austenita muestra relieves con bandas de deslizamiento y deformación, lo que evidencia la deformación previa aplicada y la presencia de una alta densidad de dislocaciones que favorecen la cinética de precipitación al proporcionar sitios preferenciales para la nucleación heterogénea. Asimismo, se observan partículas de VC dentro de las colonias $\alpha + \kappa$ y a lo largo de las interfaces austenita-ferrita. Su distribución demuestra un mecanismo en el cual estos precipitados consumen C, reduciendo la cantidad disponible para la nucleación de carburos- κ tanto en la matriz como en los límites de grano, lo que limita más el engrosamiento de las láminas de ferrita. Observaciones similares fueron reportadas por Ren y col. [131], quienes identificaron partículas de VC tanto en el interior de los granos como en los límites de grano, atribuyendo su presencia a la segregación del elemento V.

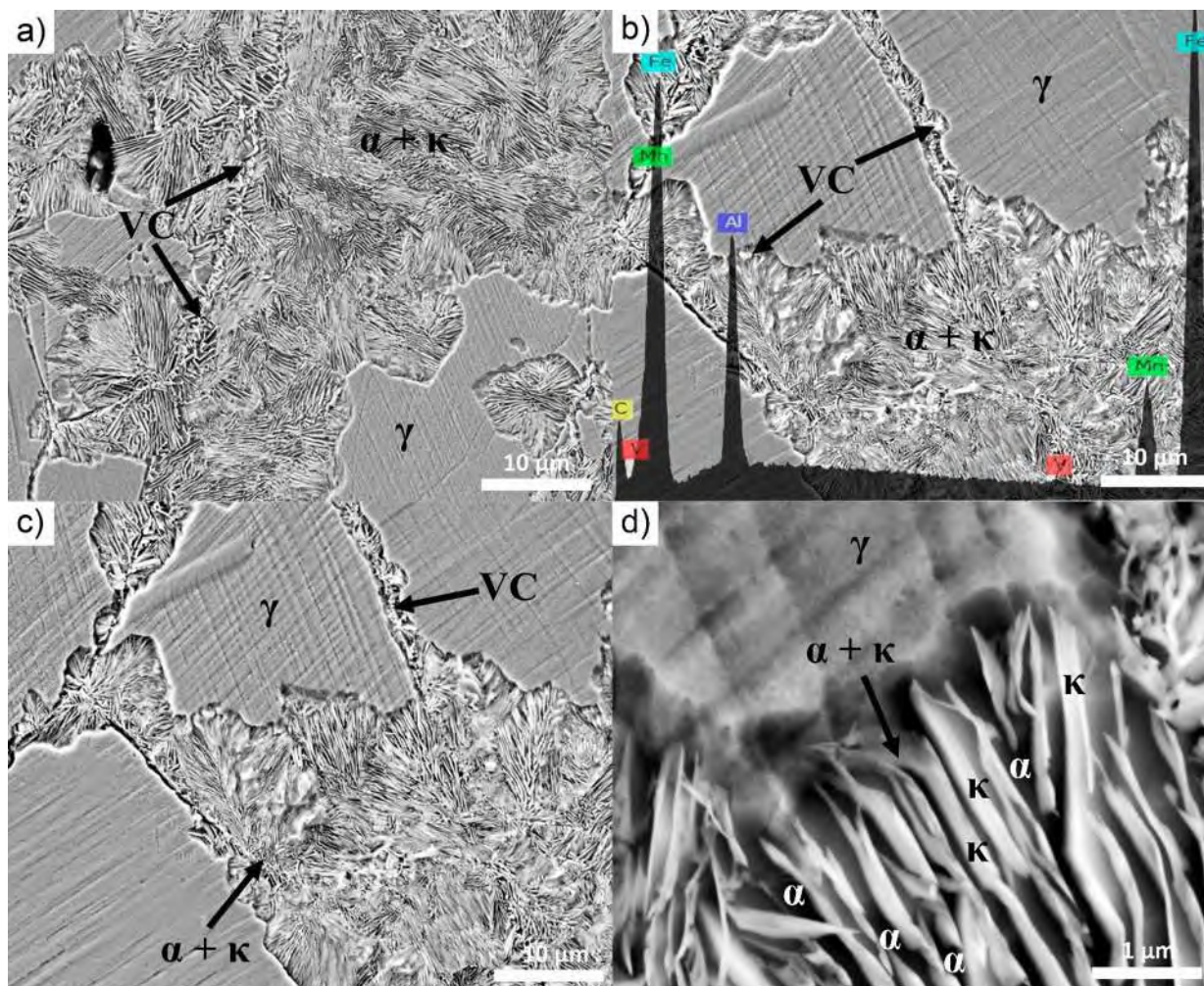


Figura 4.65 Micrografías de SEM del acero LD-D-V después del tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C por 2 horas. a), c) Microestructura general mostrando la coexistencia de γ y $\alpha + \kappa$ con algunas partículas de VC localizadas en los límites de γ y α . b) Mapeo elemental mediante EDS con partículas VC y colonias de $\alpha + \kappa$. d) Imagen de alta magnificación resaltando la morfología laminar de $\alpha + \kappa$ en el límite de γ/α .

La Figura 4.66 muestra las micrografías obtenidas mediante SEM, combinadas con mapeos químicos elementales, las cuales revelan con mayor claridad la ubicación preferencial de los precipitados de VC dentro de las regiones constituidas por ferrita + fase- κ . Estas partículas se identifican en los mapas químicos por la superposición intensa de las señales de V y C, cuya composición fue confirmada mediante los espectros de análisis puntual EDS. Los precipitados de VC muestran una morfología distintiva y son en general, más finos en comparación con los carburos- κ de morfología lamelar, que también se encuentran en las mismas regiones. La formación

preferencial de VC dentro de las áreas con ferrita + carburos- κ sugiere una fuerte interacción entre el V y el C durante el tratamiento de envejecimiento, lo que conduce al consumo del C que, de otro modo, participaría en la formación de carburos- κ .

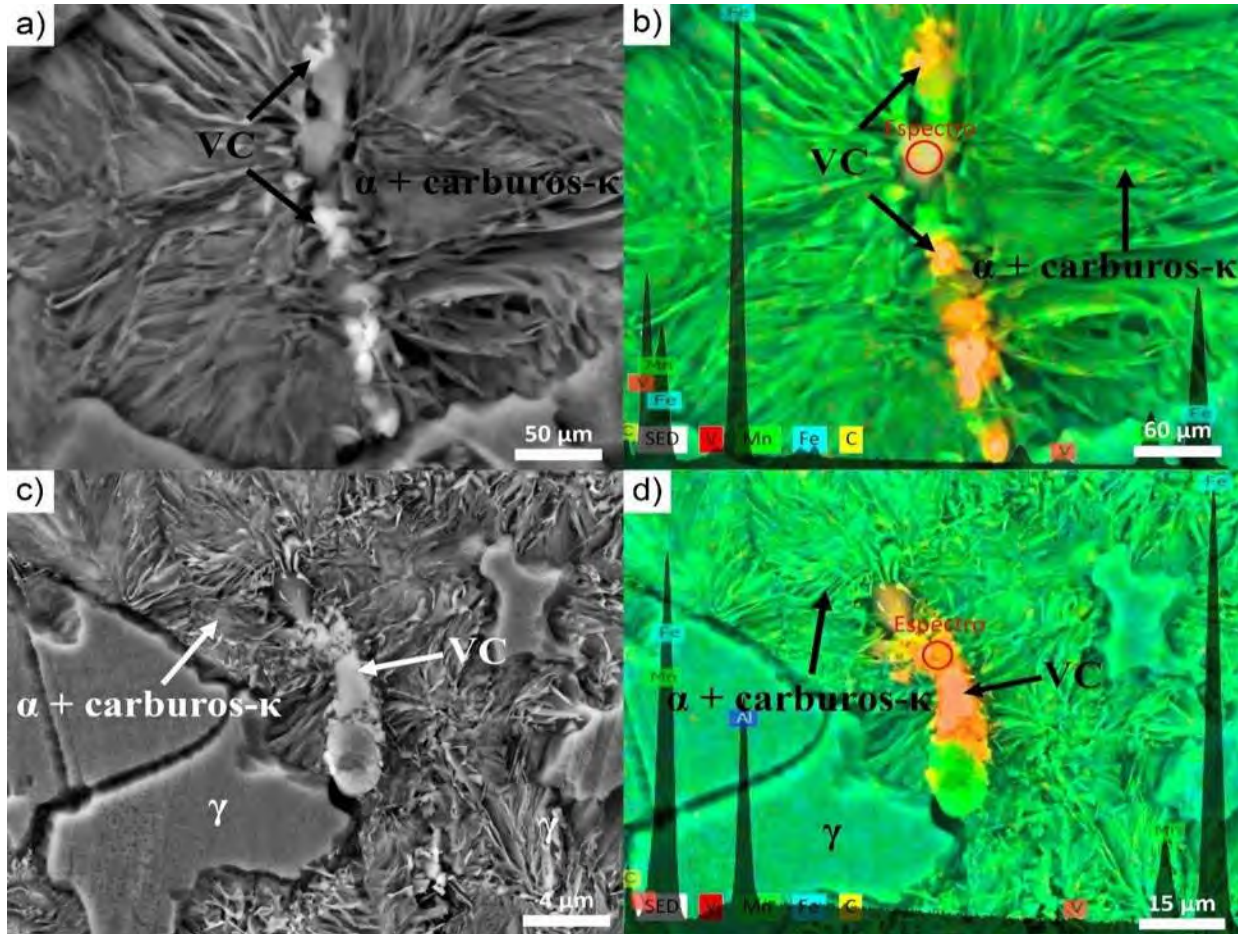


Figura 4.66 Micrografías SEM y mapeos químicos elementales del acero LD-D-V después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h. a), c) Microestructura de colonias lamelares $\alpha + \kappa$ coexistiendo con austenita (γ), con partículas de VC localizadas en los límites de grano. b), d) Mapas elementales de partículas de VC dentro de las regiones $\alpha + \kappa$ y en los límites de grano.

En la Figura 4.67 se muestran las micrografías obtenidas mediante LOM de los aceros austeníticos a diferentes aumentos después del tratamiento termo-mecánico de envejecimiento en el sincrotrón PETRA III. A baja magnificación (Figuras 4.67a y b), ambos aceros muestran una microestructura completamente austenítica con granos alargados producto de la deformación previa. En el acero LD-A-V se observa con mayor claridad la presencia de granos deformados y estructuras tipo

“collar” en los límites de grano, lo que sugiere una mayor heterogeneidad en la distribución de deformación y posibles sitios preferenciales para la nucleación de nuevos granos.

A una escala intermedia (Figuras 4.67c y d), se identifican regiones con granos recrystalizados, así como la presencia de bandas de deformación (DMBs) y granos aún deformados, lo que indica que la recrystalización no es completamente homogénea en ambos aceros. En el acero LD-A-REF se observa una mayor coexistencia de granos deformados y recrystalizados, mientras que en el acero LD-A-V la recrystalización parece ser más localizada, esto debido al efecto del V como elemento microaleante, el cual retarda la movilidad de los límites de grano mediante el anclaje por precipitados. A mayores aumentos (Figuras 4.67e y h), se aprecia la precipitación de carburos- κ en sus diferentes morfologías. En el acero LD-A-REF se distinguen claramente carburos- κ' y carburos- κ^* asociados a regiones de alta energía como los límites de grano, evidenciando la descomposición parcial de la austenita. En contraste, el acero LD-A-V presenta una menor densidad aparente de precipitados finos dentro de los granos y una mayor tendencia a la formación de regiones tipo $\alpha + \kappa$ en zonas localizadas, lo que indica que el V modifica la cinética y el mecanismo de precipitación. Este comportamiento puede atribuirse a la formación de VC, los cuales compiten por el C disponible, limitando la nucleación homogénea de carburos- κ y favoreciendo una evolución microestructural más heterogénea.

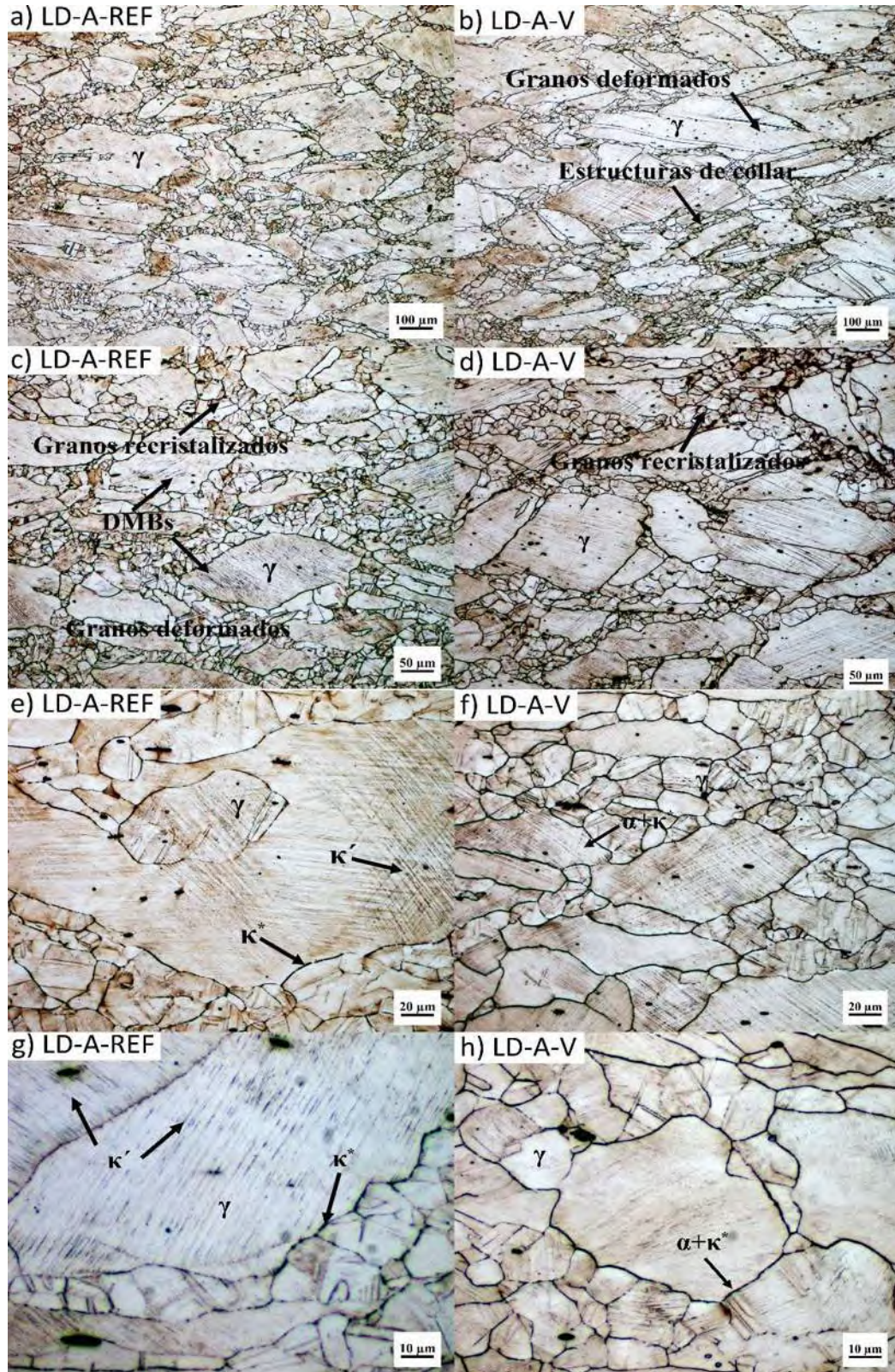


Figura 4.67 Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica de luz (LOM) de las muestras de los aceros LD-A-REF (a, c, e, g) y LD-D-V (b, d, f, h) después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h, obtenidas a diferentes aumentos.

En la Figura 4.68 se muestran las micrografías mediante LOM de los aceros LD-D-R y LD-D-V después del tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C durante 2 h. En ambos casos se observa claramente una morfología dúplex compuesta por austenita (γ) y colonias de $\alpha + \kappa$. Sin embargo, el acero microaleado con V presenta una fracción menor de la mezcla de ambas fases $\alpha + \kappa$ en comparación con el acero de referencia. Esta observación concuerda con la cuantificación de fases obtenida a partir de los patrones de difracción y del refinamiento Rietveld mostrados en las Figuras 4.52y 4.53, las cuales evidenciaron menores cantidades de $\alpha + \kappa$ en el acero microaleado. Estos resultados confirman nuevamente el efecto retardante del V sobre la reacción eutectoide de austenita hacia ferrita + carburos- κ , lo que se traduce en una mayor proporción de austenita retenida y una menor fracción de colonias de $\alpha + \kappa$ en el acero LD-D-V respecto al acero LD-D-R bajo las mismas condiciones de envejecimiento. Asimismo, en la Figura 4.69 se muestra el análisis cuantitativo de fases sobre las micrografías ópticas utilizando el software ImageJ, con el propósito de validar las observaciones visuales de LOM. Para el acero LD-D-R, los resultados indican una fracción volumétrica del 26.4 % correspondiente a la fase $\alpha + \kappa$ y un 73.6 % de austenita. En contraste, el acero LD-D-V presentó una menor fracción de la fase $\alpha + \kappa$ (13.7 %) y un mayor contenido de austenita (86.3 %). Estos valores son cercanos con los resultados obtenidos mediante los patrones de difracción de radiación sincrotrón presentados en las Figuras 4.44 y 4.45, lo que corrobora que la adición de V retrasa de manera efectiva la transformación $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$ durante el tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h.

En resumen, la menor fracción de colonias de $\alpha + \kappa$ observada en el acero LD-D-V muestra el papel fundamental del V en la modificación de la cinética de transformación eutectoide durante el tratamiento térmico de envejecimiento. Al formar precipitados estables de VC, el V compite por el C y limita eficazmente su disponibilidad para la precipitación de carburos κ , además de ejercer un efecto de anclaje sobre los límites de grano, lo que retarda la transformación eutectoide. Asimismo, el V actúa como un estabilizador de la ferrita y puede disolverse o segregarse parcialmente en dicha fase, contribuyendo adicionalmente al retraso de la transformación $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$. Este mecanismo dual retrasa la cinética de descomposición $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$, dando lugar a una mayor retención de austenita en el acero microaleado con V en comparación con el acero de referencia bajo las mismas condiciones térmicas. Por otro lado, este elemento actúa como sitios de nucleación para adelantar el inicio de la cinética de la reacción eutectoide.

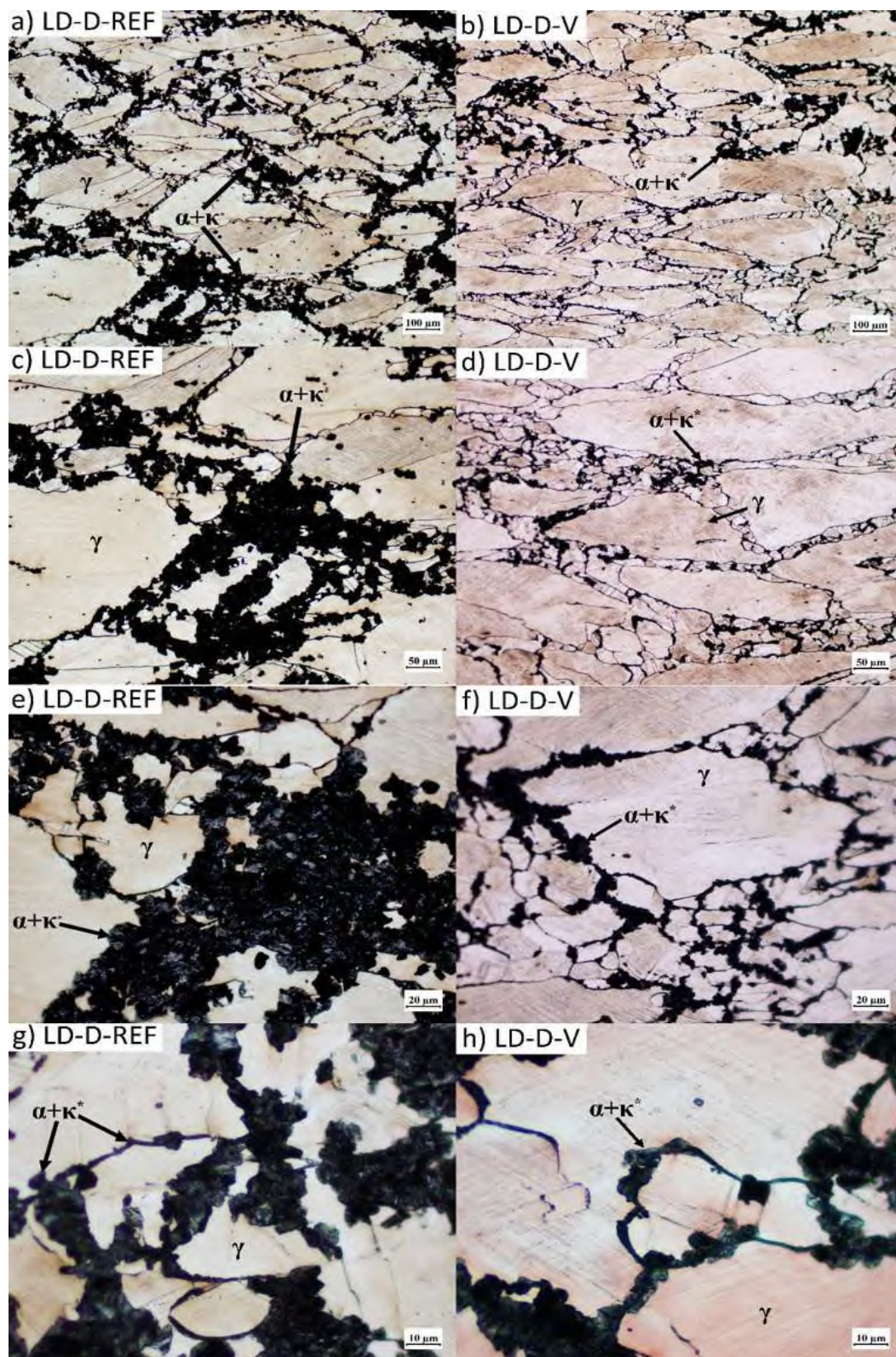


Figura 4.68 Micrografías obtenidas mediante LOM de las muestras de los aceros LD-D-R (a, c, e, g) y LD-D-V (b, d, f, h) después del tratamiento de envejecimiento a 600 °C durante 2 h, obtenidas a diferentes aumentos.

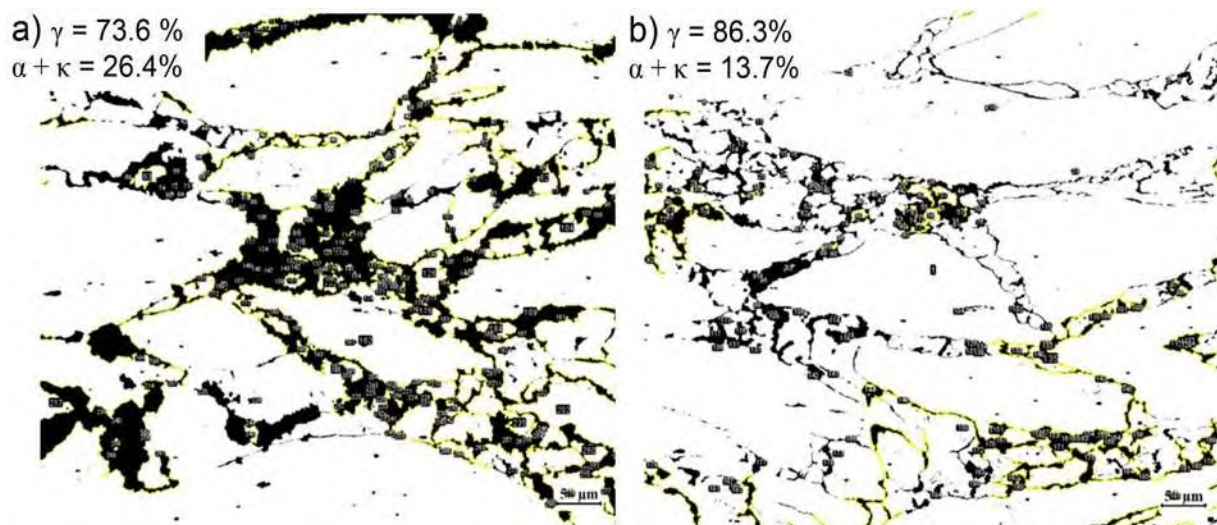


Figura 4.69 Análisis de imagen cuantitativo de fases de γ y $\alpha + \kappa$ mediante el software ImageJ.
a) Acero LD-D-REF y b) Acero LD-D-V.

4.5.2.6 Microdureza Vickers (HV)

En la Tabla 4.5 se presentan los valores de microdureza Vickers (HV) obtenidos bajo las condiciones de sincrotrón dilatometría-relajación de esfuerzos a 600 °C. Estos resultados evidencian diferencias claras entre los aceros LD austeníticos y dúplex, así como el efecto del V como elemento microaleante. En primer lugar, los aceros dúplex presentan mayores valores de dureza (385 ± 15 HV para LD-D-REF y 395 ± 5 HV para LD-D-V) en comparación con los aceros austeníticos (328 ± 10 HV para LD-A-REF y 362 ± 12 HV para LD-A-V). Este comportamiento se asocia principalmente a la naturaleza bifásica de los aceros dúplex, donde la coexistencia de austenita, ferrita y fase kappa, esto genera un efecto combinado de endurecimiento por solución sólida y endurecimiento por precipitación.

En el caso de los aceros austeníticos, el incremento de dureza observado en el acero microaleado con V respecto al acero de referencia sugiere que la adición de V promueve mecanismos adicionales de endurecimiento. Este efecto puede atribuirse a la formación de VC, los cuales actúan como obstáculos al movimiento de dislocaciones, incrementando la resistencia mecánica aun cuando la fracción de fase transformada ($\alpha + \kappa$) es relativamente baja o nula. Asimismo, la interacción entre VC y las dislocaciones generadas durante la deformación previa contribuye a un endurecimiento adicional.

Por otro lado, en los aceros dúplex, aunque el acero microaleado (LD-D-V) presenta una dureza ligeramente superior al de referencia, la diferencia es menos pronunciada que en los aceros austeníticos. Esto es consistente con los resultados de fracción de fases, donde se observó una menor cantidad de fase transformada ($\alpha + \kappa$) en el acero microaleado. En este caso, el endurecimiento adicional inducido por la presencia de VC compite con la reducción en la cantidad de carburos- κ y ferrita formados, resultando en un efecto moderado sobre la dureza.

Tabla 4.5 Valores de microdureza Vickers (HV) de los aceros LD austeníticos y dúplex en condición los ensayos de sincrotrón PETRA III.

Microdureza Vickers (HV)			
LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V
328 + 10	362 ± 12	385 ± 15	395 ± 5

4.6 Tratamientos térmicos de envejecimiento por precipitación

4.6.1 Caracterización metalográfica mediante LOM

En la Figura 4.70 se muestran las micrografías de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex en condición de tratamiento térmico de solubilizado a 1200 °C durante 2 horas, a partir de esta condición se iniciaron los tratamientos térmicos de envejecimiento a 550 °C desde 2.5 horas hasta 20 horas, con intervalos de 2.5 horas. En esta condición, la microestructura observada en ambos aceros LD es notablemente homogénea, constituida por granos equiaxiales de austenita que presentan maclas de recocido. En dicha condición no se observa la presencia de segundas fases, lo que confirma que la alta temperatura y el tiempo de permanencia aplicados fueron suficientes para lograr la disolución de ferrita, carburos y otras partículas secundarias formadas durante etapas previas de procesamiento. Además, la uniformidad de la microestructura permite analizar de manera confiable los fenómenos de precipitación y transformación de fases inducidos posteriormente durante el tratamiento térmico de envejecimiento.

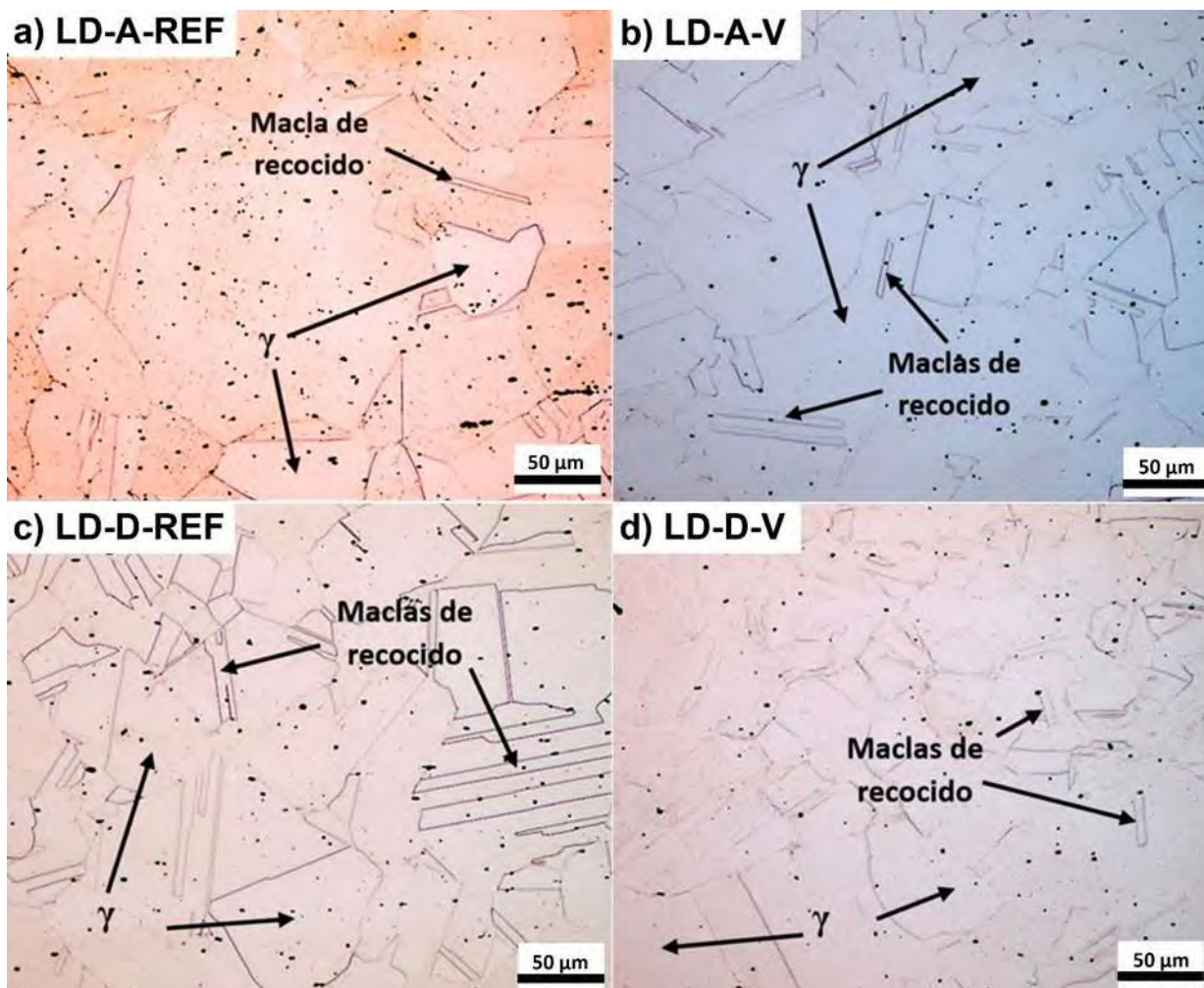


Figura 4.70 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de solubilizado. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

En la Figura 4.71 se muestran las micrografías de los aceros LD después del tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación realizado a 550 °C durante 5 horas. Como puede observarse en las Figuras 4.71a y b, los aceros LD austeníticos presentan una microestructura compuesta por granos equiaxiales de austenita completamente estable, sin evidencia de ferrita o carburos- κ en los límites de grano. No obstante, dentro de los granos austeníticos se observan estructuras moduladas finas asociadas a la precipitación de carburos- κ' con estructura $L1_2$, los cuales tienden a crecer a lo largo de direcciones cristalográficas preferenciales $\langle 100 \rangle$ mediante el mecanismo de descomposición espinodal [132]. Estas estructuras moduladas son características de las primeras etapas del tratamiento de envejecimiento, donde la nucleación ocurre de manera coherente con la matriz austenítica. Por otro lado, en las Figuras 4.71c y d se muestran los aceros LD dúplex, al

igual que en los aceros auténticos, en esta condición también la austenita está presente como fase matriz principal, mientras que en los límites de grano se observan los primeros indicios de la transformación eutectoide ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$), evidenciada por la presencia de ferrita y carburos- κ . Esta morfología indica el inicio del proceso de descomposición de la austenita inducido por el envejecimiento isotérmico, el cual se genera principalmente en los límites de grano debido a la mayor energía intergranular. Los resultados de la cuantificación de fases por análisis de imágenes arrojaron como resultado valores de 4.6% de la mezcla de fases $\alpha + \kappa$ en el acero LD-D-REF y 2.6% en el acero LD-D-V, lo que indica el inicio de la transformación eutectoide en estas condiciones de tiempo y temperatura para los aceros LD dúplex.

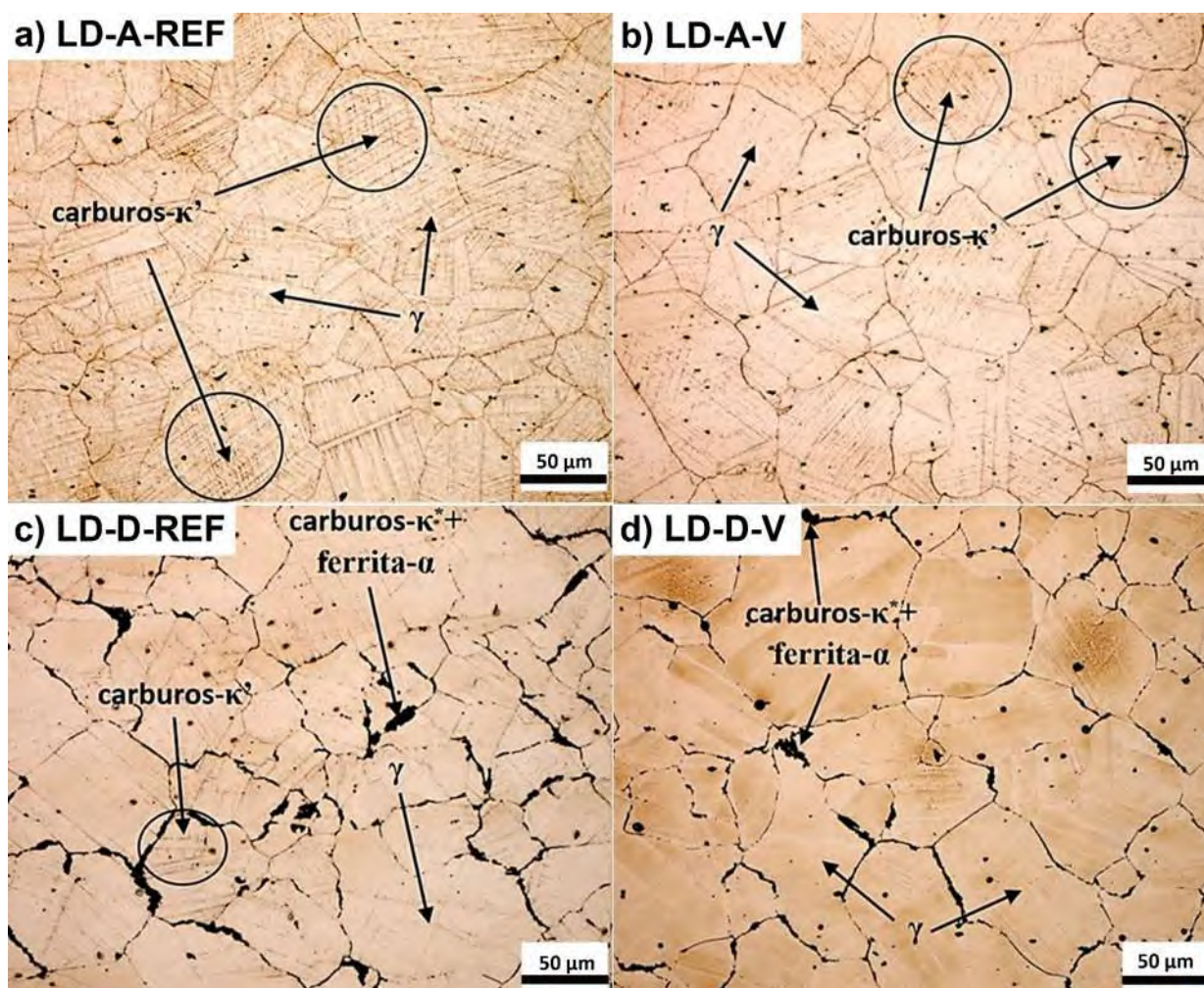


Figura 4.71 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 5 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

En la Figura 4.72 se presentan las micrografías de los aceros avanzados LD, tanto austeníticos como dúplex, después del tratamiento de envejecimiento a 550 °C durante 10 horas. Como puede observarse en las Figuras 4.72a y b, correspondientes a los aceros austeníticos, la cantidad de estructuras moduladas de carburos- κ' dentro de los granos de austenita disminuye notablemente en comparación con el tratamiento de 5 horas (Figuras 4.71a y b). Sin embargo, se aprecia el inicio de la precipitación de carburos- κ^* en los límites de grano, lo que indica el avance de la descomposición de la austenita hacia la reacción eutectoide, lo cual explica claramente el efecto de disminución de las estructuras moduladas de carburos- κ' ya que estas migran preferentemente a los límites de grano por efectos difusivos. Por otro lado, en las Figuras 4.63c y d, correspondientes al porcentaje de fases de los aceros LD dúplex, se obtuvo mayor cantidad de la mezcla de fases ferrita + carburos- κ con valores de 15.6% en el acero LD-D-REF y 9.6% en el acero LD-D-V evidenciando una evolución microestructural más pronunciada, respecto a la condición de 5 horas. Este comportamiento es característico del fenómeno de sobre-envejecimiento, donde el prolongado tiempo de permanencia a esta temperatura favorece el crecimiento de las fases secundarias, disminuyendo la fracción de austenita como fase matriz. Dichos cambios microestructurales sugieren una cinética de precipitación más activa en los aceros dúplex, debido principalmente a su diferencia en composición química.

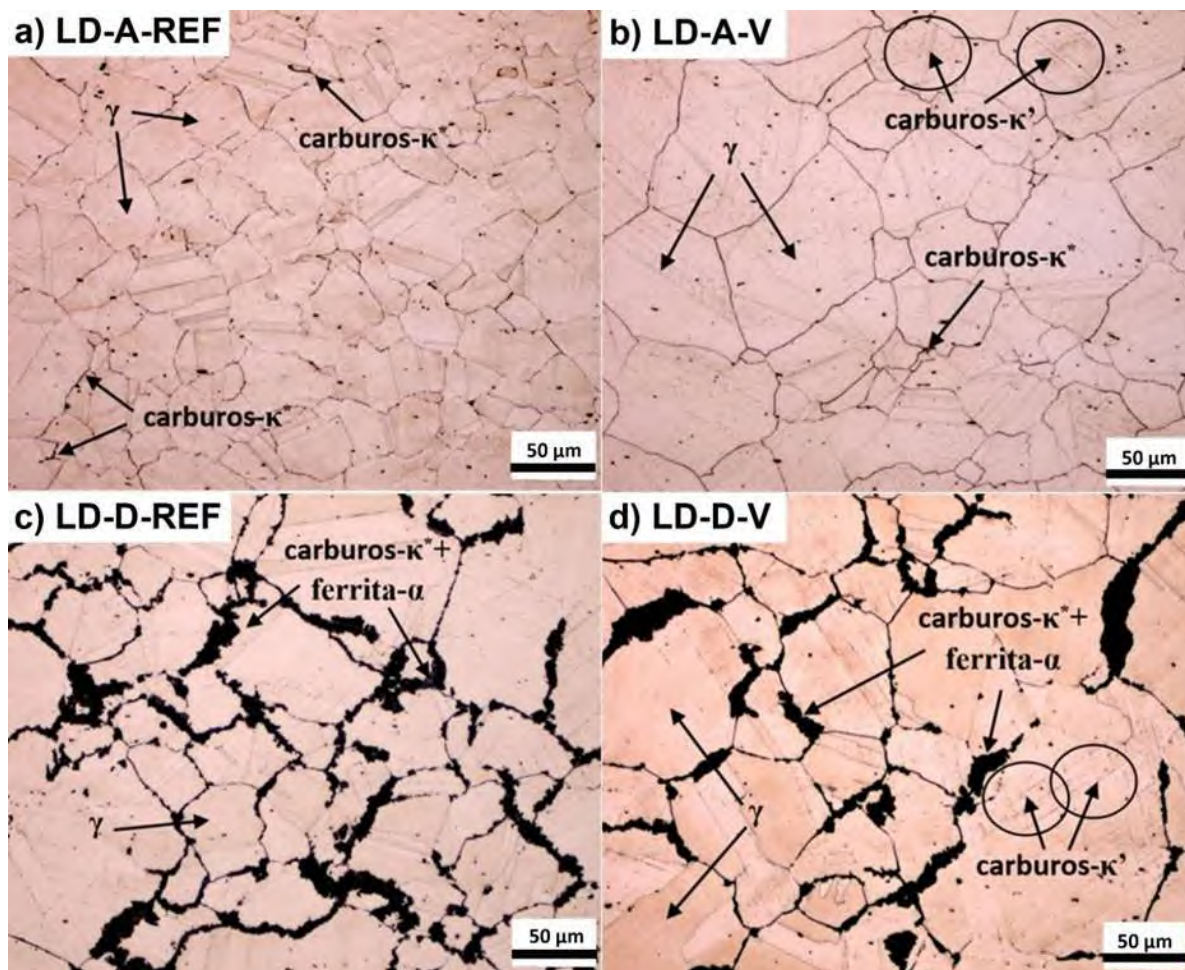


Figura 4.72 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 10 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

En la Figura 4.73 se muestran las micrografías de los aceros avanzados LD, en condición del tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación a 550 °C durante 15 horas. En las Figuras 4.73a y b, correspondientes a los aceros austeníticos, se observa una microestructura con granos equiaxiales de austenita, pero con un ligero aumento en la densidad de estructuras moduladas de carburos- κ' dentro de los granos en comparación con el tratamiento a 10 horas de permanencia (Figura 4.72). El aumento de estas estructuras moduladas indica que el proceso de formación de los precipitados al interior de los granos ha vuelto a tomar lugar debido al largo tiempo de permanencia, y a su vez la transición hacia carburos- κ^* más estables ubicados en los límites de grano.

En las Figuras 4.73c y d, correspondientes a los aceros LD dúplex, se aprecia un incremento significativo en la mezcla de fases $\alpha + \kappa$, que se distribuyen a lo largo de los límites de grano. Esta morfología evidencia una etapa más avanzada del sobre-envejecimiento, donde las fases $\alpha + \kappa$ se han desarrollado de manera excesiva en los límites de grano. Además, puede notarse que en el acero LD-D-V, la distribución de las colonias $\alpha + \kappa$ resulta más discontinua y fina que en el acero LD-D-REF. Cálculos de porcentajes de fases mediante análisis de imagen arrojan valores de 72 % de γ y 28 % de la mezcla de fases $\alpha + \kappa$ en el acero de referencia, y de γ de 84.6 y de la mezcla de fases $\alpha + \kappa$ de 15.4 % lo cual indica que el V retarda parcialmente el avance de la reacción eutectoide ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$), estabilizando la matriz austenítica y controlando la cinética de crecimiento de las fases secundarias. Sustentando así los resultados obtenidos por el análisis sincrotrón, dilatometría y relajación de esfuerzos previamente discutidos.

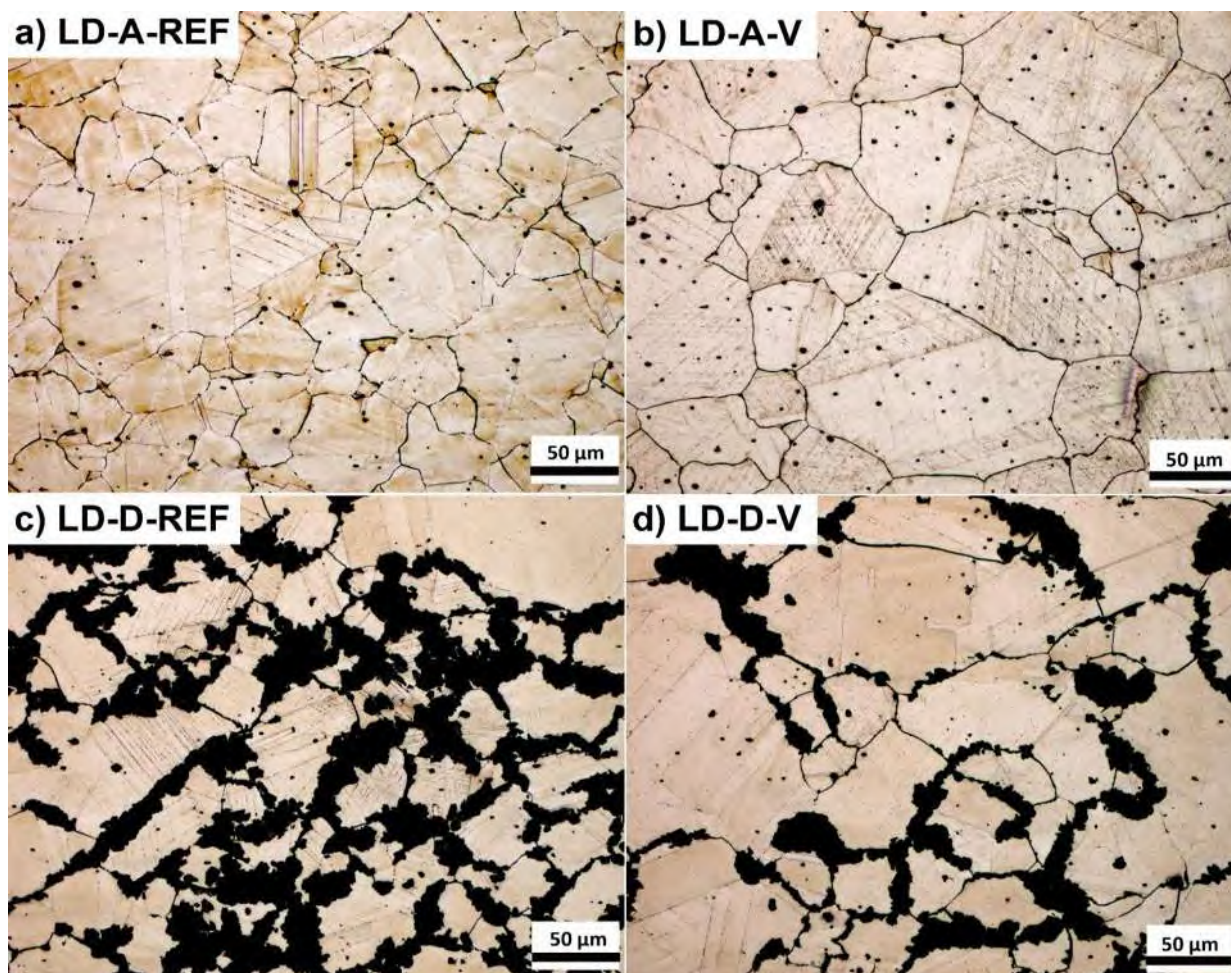


Figura 4.73 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 15 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

En la Figura 4.74 se muestran las micrografías correspondientes a los aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C durante un tiempo de permanencia de 20 horas. En la Figura 4.74a, para el acero LD-A-REF, se observa que la precipitación de carburos- κ^* se ha intensificado e incrementa y se extiende a lo largo de los límites de grano y subgrano, indicando una etapa más avanzada del proceso de envejecimiento comparado con el tiempo de 15 horas (Figura 4.73). En el acero LD-A-V (Figura 4.74b), se aprecia nuevamente un incremento en la densidad de carburos- κ' , lo que sugiere una renovada nucleación favorecida por la segregación de V y su interacción con el C residual en la matriz austenítica. Por otro lado, en los aceros LD dúplex (Figuras 4.74c y d), la fracción volumétrica de la mezcla $\alpha + \kappa$ continúa incrementándose de manera notable, evidenciando el efecto del sobre-envejecimiento. Esta evolución microestructural está asociada a la difusión prolongada de C y Al hacia las fronteras de la austenita, donde la transformación eutectoide ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa^*$) se intensifica. Los resultados de la cuantificación de fases mediante análisis de imagen arrojan valores para la mezcla de fases $\alpha + \kappa$ de 36.5 % para el acero LD-D-REF y 25.6 % para el acero LD-D-V. Cabe destacar que la adición de V contribuye a una morfología más refinada y uniforme de las colonias $\alpha + \kappa^*$, en comparación con el acero de referencia.

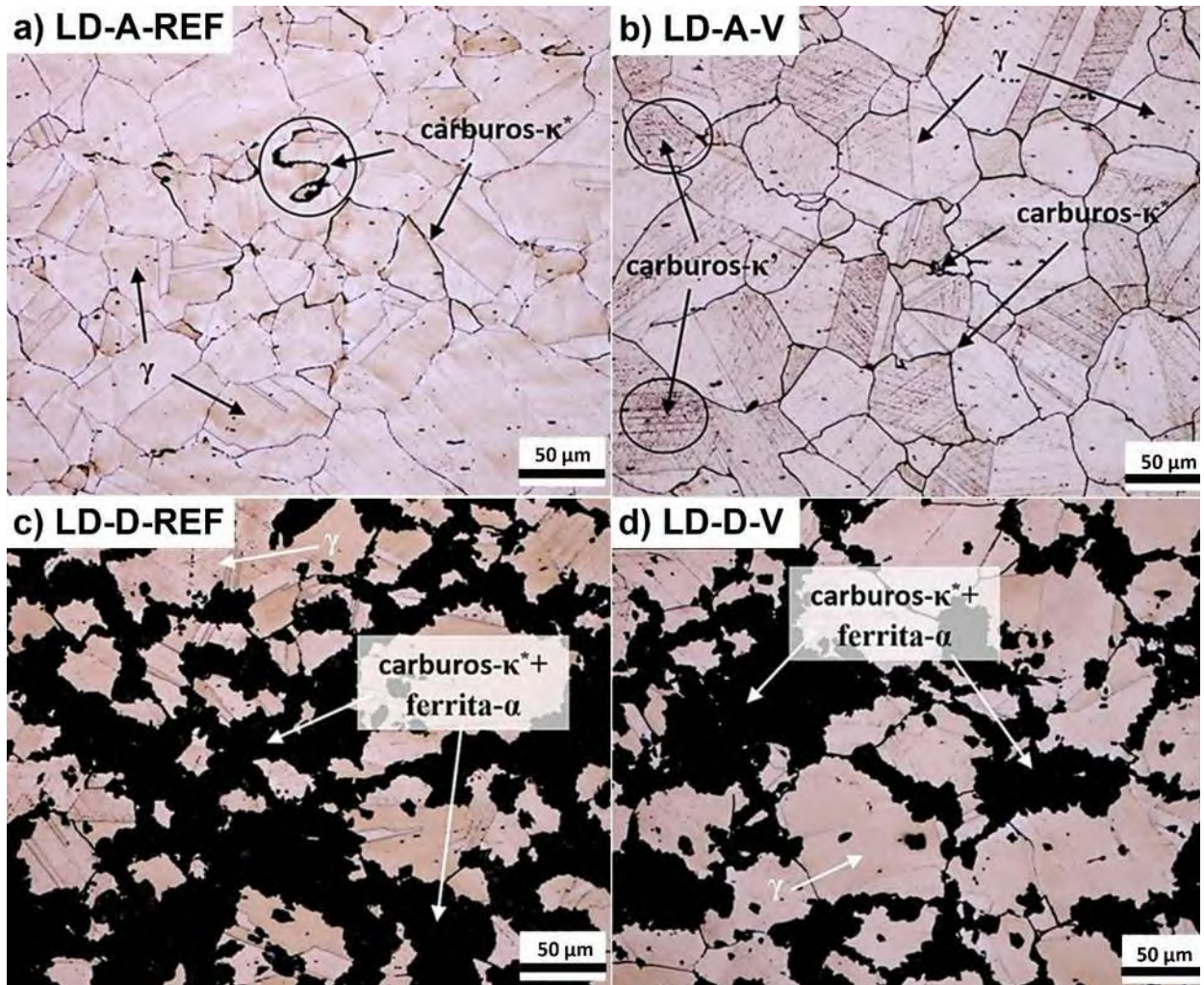


Figura 4.74 Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 550 °C por un tiempo de 20 horas de permanencia. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

4.6.2 Microdureza Vickers (HV)

En la Tabla 4.6 se muestran los valores de microdureza Vickers HV obtenidos de las probetas ensayadas a las diferentes condiciones de los tratamientos térmicos de envejecimiento comparados con el tratamiento térmico de solubilizado. Como puede observarse, para los aceros LD austeníticos se presenta un incremento en los valores de dureza al incrementar el tiempo del tratamiento isotérmico de envejecimiento.

Tabla 4.6 Valores de microdureza HV de los diferentes tiempos de los tratamientos isotérmicos de envejecimiento por precipitación.

Acero	Dureza Vickers (HV)								
	T.T. Solubilizado	T.T.E. 2.5 h	T.T.E. 5 h	T.T.E. 7.5 h	T.T.E. 10 h	T.T.E. 12.5 h	T.T.E. 15 h	T.T.E. 17.5 h	T.T.E. 20 h
LD-A-REF	275±12	315±10	320±10	350±8	368±9	376±5	367±10	360±8	356±5
LD-A-V	232±7	260±8	260±8	260±8	270±6	270±9	260±8	260±9	250±15
LD-D-REF	371±12	405±9	430±9	445±9	480±8	480±12	460±9	460±8	455±5
LD-D-V	390±10	400±10	415±10	445±10	475±8	475±7	460±9	450±6	445±5

Es importante señalar que para un tiempo de 12.5 horas de permanencia se obtiene el valor máximo de microdureza de 376 ± 5 HV para el acero LD de referencia y de 270 ± 9 HV para el acero LD microaleado con V. Posteriormente, a tiempos de mayor permanencia estos valores comienzan a disminuir debido al efecto de fragilización que se genera por el sobre-envejecimiento. Por otro lado, en los aceros LD dúplex al igual que los aceros austeníticos, a un tiempo de 12.5 horas de permanencia, los valores han alcanzado su valor máximo de microdureza que para el acero LD de referencia, el cual es de 480 ± 12 HV y para el acero LD microaleado es de 475 ± 7 HV. Asimismo, se observa el comportamiento similar de disminución de los valores de microdureza posterior a las 12.5 horas por efecto de la fragilización por el sobre-envejecimiento. En conjunto, ambos aceros LD microaleados con V presentan valores ligeramente menores respecto a los aceros de referencia, lo que podría estar relacionado con menor cantidad de fase- κ en los aceros microaleados, lo cual se atribuye principalmente a la adición del elemento microaleante, ya que el V es un formador de carburos, ocupando el C que se requiere para la formación de fase- κ , lo que inhibe/disminuye la cantidad de carburos- κ en el acero [84]. Song y col. [132] investigaron acerca de la formación de fase- κ durante diferentes tiempos de tratamiento isotérmico de envejecimiento a 600 °C en aceros avanzados LD austeníticos 30Mn-8Al-1.2C y determinaron que después de 9 horas de permanencia se mantiene una precipitación coherente entre la fase- κ y la matriz austenítica. Asimismo, determinaron que la fase- κ aporta valores de resistencia adicional al acero de entre 100-350 MPa.

4.7 Ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente

4.7.1 Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles

En la Figura 4.75a se presentan las curvas esfuerzo-deformación verdadera obtenidas de los ensayos de tracción a temperatura ambiente para los aceros avanzados LD en condición solubilizado y en la Figura 4.75b en condición de tratamiento de envejecimiento a 550 °C para los aceros austeníticos y a 450 °C para los aceros dúplex. En general, se observa que los aceros dúplex, tanto en el de referencia como en el microaleado con V, se registra un esfuerzo de cedencia inicial mayor (625 y 580 MPa, respectivamente) comparado con los aceros austeníticos (450 y 395 MPa), lo que concuerda con la presencia de ferrita. Asimismo, los aceros microaleados con V (LD-A-V y LD-D-V) muestran un incremento moderado en el límite elástico respecto a sus aceros de referencia, atribuible a la formación temprana de carburos VC y al refinamiento local de la microestructura durante el proceso de solubilizado y envejecimiento. En condición de solubilizado, los aceros LD dúplex de referencia y microaleado con V alcanzan valores de resistencia máxima de 648 MPa y 716 MPa, respectivamente, con valores de elongación de 18 % y 20 %. Posteriormente con el tratamiento de envejecimiento, estos aceros presentan valores de resistencia de 755 MPa y 710 MPa, así como elongaciones de 27 % y 28 %, respectivamente. Por otro lado, en condición de solubilizado, los aceros austeníticos de referencia y microaleado alcanzan valores de resistencia máxima de 805 MPa y 750 MPa, con elongaciones de 43 % y 59 %, respectivamente. Después del envejecimiento, los valores de resistencia máxima aumentan a 861 MPa y 780 MPa, mientras que las elongaciones se sitúan en 54 % y 44 %, respectivamente. En conjunto, estos resultados evidencian que los aceros austeníticos presentan una mejor combinación de propiedades mecánicas como son la resistencia y alargamiento en comparación con los aceros LD dúplex, incluso después del tratamiento térmico de envejecimiento. No obstante, la resistencia mecánica global de los aceros LD dúplex resulta inferior a los valores esperados. Por tal motivo, se llevó a cabo un análisis de composición química en las probetas ensayadas con la finalidad de encontrar el motivo por el cual los valores de estos aceros no fueron los esperados, una vez obtenidos los resultados en la composición química se encontró un contenido de C inferior en estos aceros (0.67 % en peso). Esta diferencia en la composición química (probablemente debido a la decarburación durante el tratamiento térmico de las probetas) se identifica como el principal factor responsable de la resistencia mecánica menor observada en comparación con los aceros austeníticos. Otra de

las razones por la cual la resistencia es menor en los aceros LD dúplex es la diferencia en la temperatura del tratamiento térmico de envejecimiento respecto al de los aceros austeníticos.

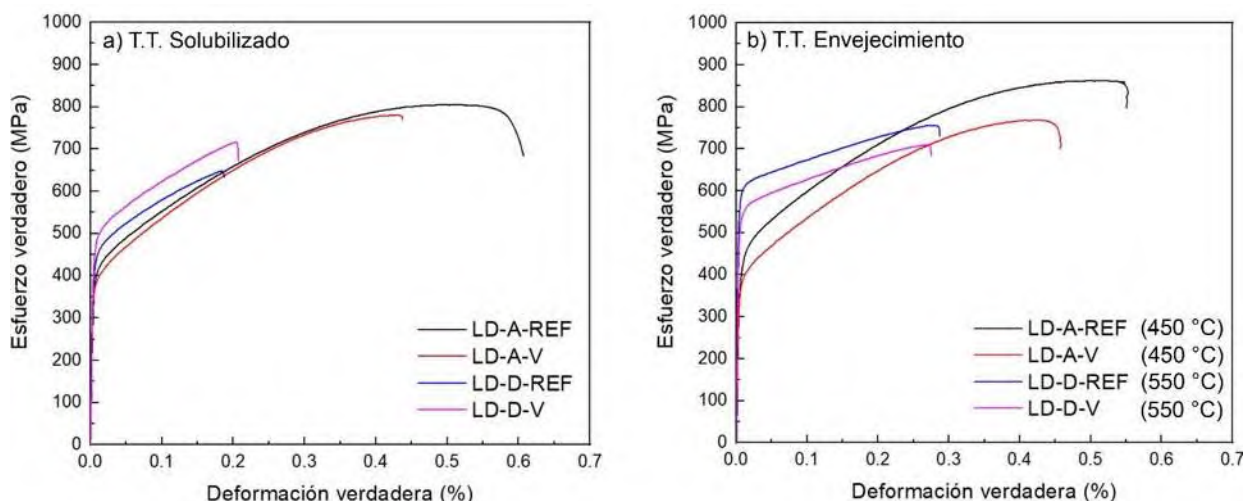


Figura 4.75 Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles de los aceros avanzados LD. a) Condición de tratamiento térmico de solubilizado, b) condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 450 °C (aceros austeníticos) y 550 °C (aceros dúplex).

A pesar de ello, el efecto del envejecimiento sobre la resistencia fue significativo, debido a que la cinética de precipitación a la temperatura empleada en los aceros LD auténticos alcanzó un nivel óptimo de endurecimiento, ya que parte de los precipitados formados se encuentran principalmente al interior de los granos, es decir, dentro de la matriz, con su impacto en el impedimento al movimiento de dislocaciones. Por otro lado, en los aceros dúplex, se genera mayor presencia de ferrita debido al menor contenido de C, lo que genera inestabilidad en la matriz austenítica y facilita la transformación a ferrita. La presencia de ferrita facilita mecanismos de deformación que disminuyen el efecto endurecedor de los carburos- κ y de los precipitados VC. En conjunto, los resultados muestran que, sí existe un efecto del envejecimiento y del V como elemento microaleante, el cual es más evidente en los aceros austeníticos, ya que en los aceros dúplex la diferencia en el contenido de C es menor, y a su vez la resistencia se ve afectada por el V en ambos aceros, ya que reduce la precipitación de carburos- κ , los cuales aportan un incremento considerable en la resistencia de estos aceros.

4.7.2 Caracterización metalográfica LOM/SEM

La Figura 4.76 muestra micrografías obtenidas mediante LOM de las zonas próximas a la fractura de las probetas de tracción correspondientes a los aceros LD austeníticos de referencia y microaleado con V, en condición de tratamiento térmico de solubilizado. En las Figuras 4.76a) y b), correspondientes al acero de referencia, se observa una matriz predominante austenítica, en la cual se identifican inclusiones no-metálicas del tipo AlN/MnS, distribuidas tanto en el interior y en el límite de los granos como alineadas preferentemente en la dirección de la deformación. De manera similar, en las micrografías correspondientes al acero microaleado con V mostrado en las Figuras 4.76c) y d), se aprecia la presencia de inclusiones de AlN/MnS, así como una matriz austenítica continua. Sin embargo, en este caso se observa una mayor evidencia de bandas de deformación y la aparición de microfracturas locales, particularmente en las imágenes a mayor aumento. Estas características sugieren una mayor localización de la deformación plástica previa a la fractura, lo cual podría estar asociado a diferencias en la distribución de esfuerzos.

La presencia de las inclusiones no-metálicas de AlN y MnS en ambos materiales actúa como sitios preferenciales para la concentración de esfuerzos y generando así la nucleación de microfisuras durante la deformación plástica. Asimismo, las bandas de deformación observadas en la matriz austenítica indican un comportamiento altamente dúctil, característico de este tipo de aceros en condición de tratamiento de solubilizado, donde la deformación se acomoda principalmente mediante deslizamiento planar y maclado mecánico. En conjunto, estas observaciones microestructurales son coherentes con los altos valores de elongación obtenidos en los ensayos de tensión (Figura 4.75a).

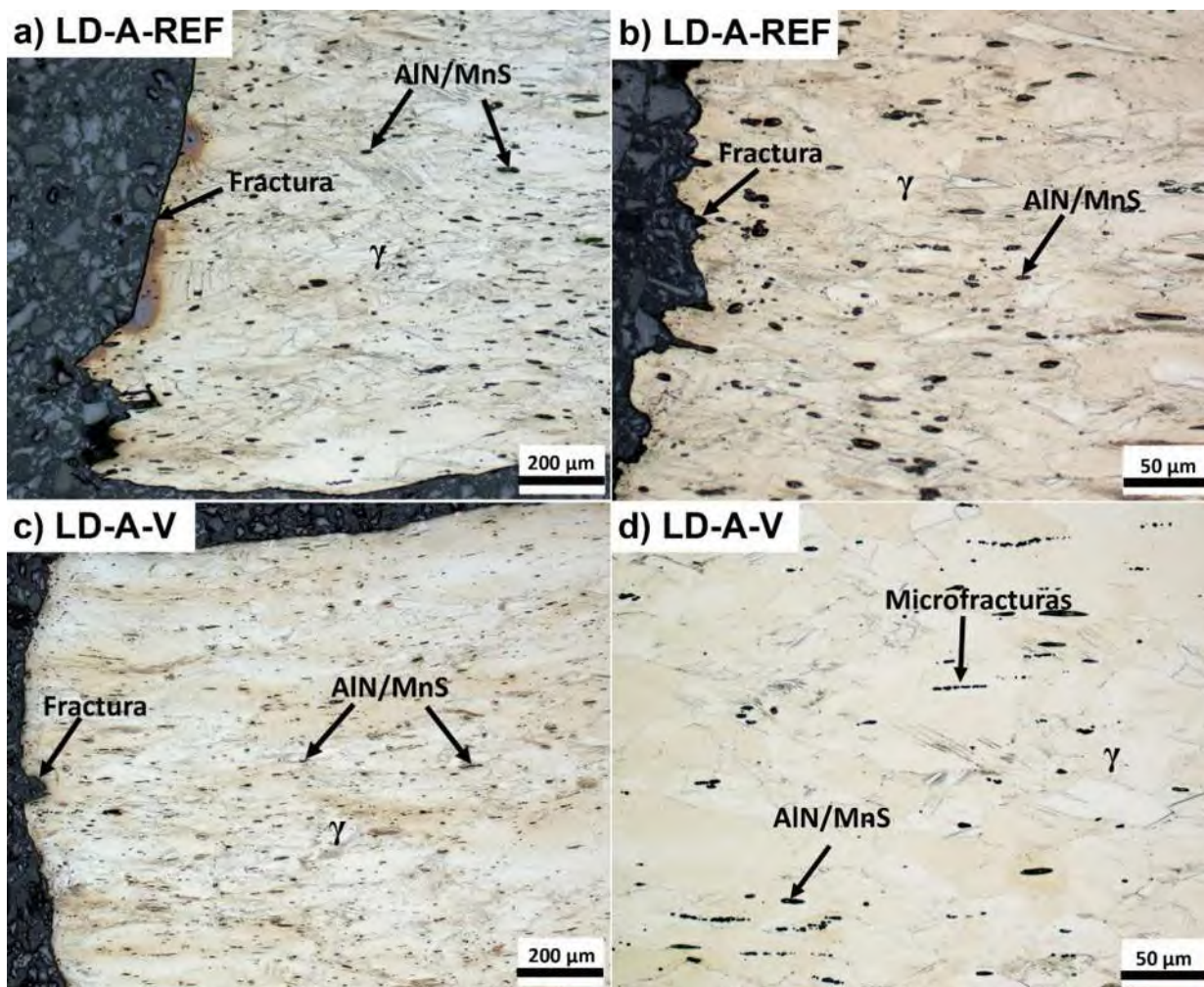


Figura 4.76 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD en condición de solubilizado: a) y b) LD-A-REF, c) y d) LD-A-V.

La Figura 4.77 muestra las micrografías obtenidas mediante LOM de las probetas de los ensayos de tracción en las zonas próximas a la fractura correspondientes a los aceros LD dúplex de referencia y microaleado con V, ambos en condición de tratamiento térmico de solubilizado. En las Figuras 4.77a) y b), que corresponden al acero LD-D-REF, se observa una microestructura completamente austenítica, en la cual también se identifican inclusiones no-metálicas del tipo AlN/MnS, distribuidas de manera aleatoria dentro de la matriz. La región cercana a la fractura presenta una morfología relativamente irregular, lo que sugiere una menor capacidad de la deformación plástica determinando así una fractura del tipo frágil en comparación con los aceros austeníticos. En el caso del acero microaleado con V (Figuras 4.77c) y d)), se aprecia una mayor

densidad de microfisuras y la propagación de grietas secundarias desde la superficie de fractura hacia el interior del material. Estas microfisuras se pueden encontrar asociadas tanto a la presencia de VC dentro y en límites de la matriz austenítica como a la presencia de inclusiones, actuando como concentradores locales de esfuerzo. La coexistencia de zonas con deformación localizada y microfisuras indica un comportamiento mecánico menos dúctil, caracterizado por una limitada capacidad de deformación homogénea previa a la fractura final. La presencia de inclusiones no-metálicas como los AlN y MnS en los aceros LD dúplex desempeña un papel relevante en el inicio y la propagación de la fractura, al favorecer la nucleación de microfisuras y grietas. Asimismo, la menor cantidad de bandas de deformación observadas en la matriz austenítica, en comparación con los aceros austeníticos estudiados, sugiere mayor dificultad para generar mecanismos de deformación plástica. En conjunto, estos resultados microestructurales son coherentes con los menores valores de elongación y resistencia obtenidos de los ensayos de tracción uniaxial para los aceros LD dúplex en condición de solubilizado.

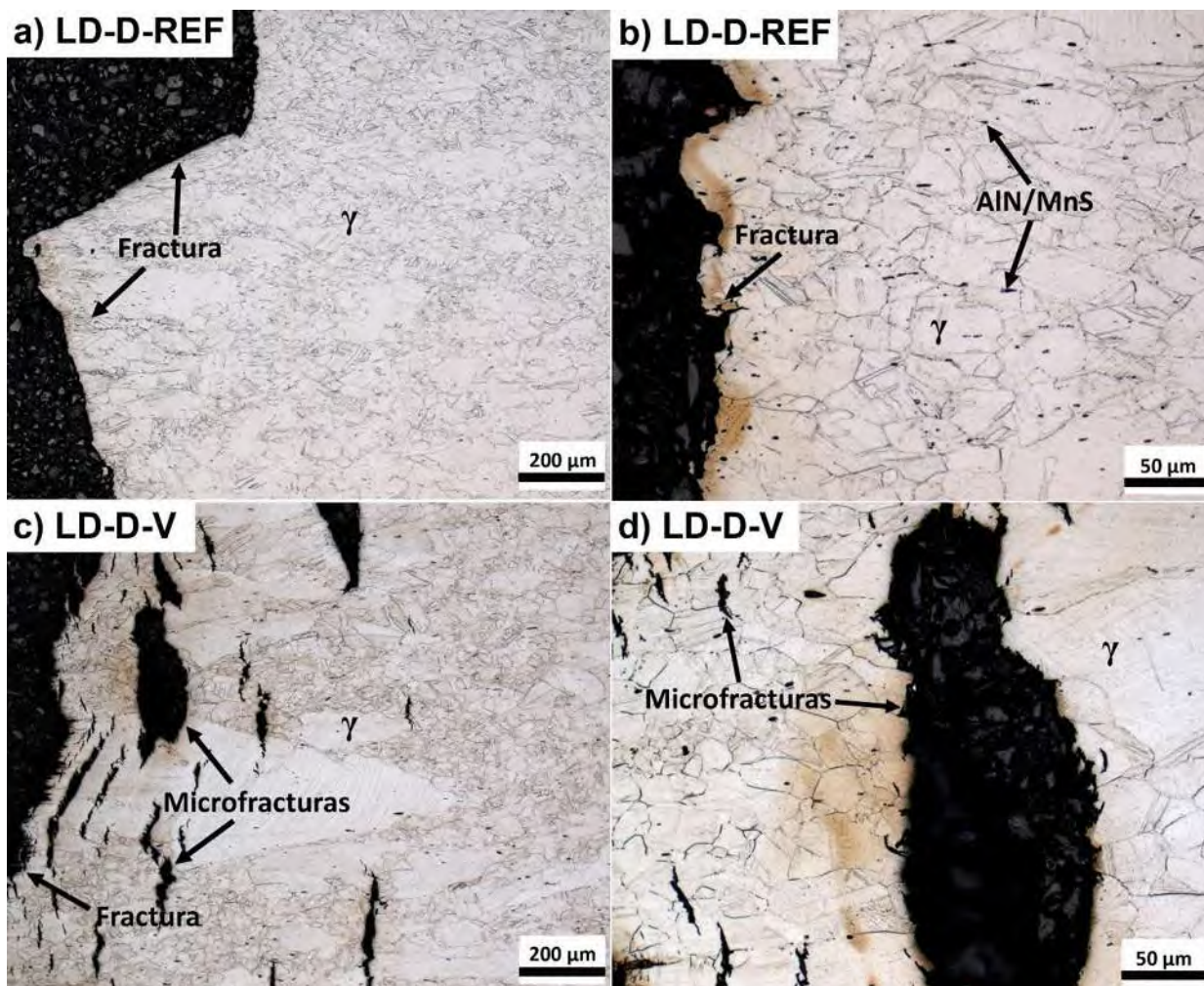


Figura 4.77 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD dúplex en condición de solubilizado: a) y b) LD-D-REF, c) y d) LD-D-V.

La Figura 4.78 corresponde a micrografías en la zona de fractura de las probetas de tracción uniaxial de los aceros austeníticos LD-A-REF y LD-A-V, después del tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C. En las Figuras 4.78a) y b), correspondientes al acero LD-A-REF, la superficie de fractura se caracteriza por un contorno irregular, manteniendo la matriz completamente austenítica. En esta condición también se identifican inclusiones de AlN/MnS, distribuidas de forma dispersa, así como granos bastante deformados en las proximidades de la zona de falla, lo que indica un tipo de fractura dúctil. Por otra parte, las micrografías correspondientes al acero LD-A-V (Figuras 4.78c) y d)) muestran un cambio más marcado en la respuesta microestructural tras el envejecimiento. En estas imágenes se observa una mayor

presencia de microfisuras y zonas con deformación localizada dentro de la matriz austenítica, las cuales se desarrollan preferentemente en regiones próximas a la superficie de fractura. Asimismo, las inclusiones de AlN y MnS continúan actuando como sitios de concentración de esfuerzos, favoreciendo la nucleación de grietas y microfisuras durante la deformación. La aparición de microfisuras en el acero microaleado indica que el tratamiento de envejecimiento induce una redistribución de esfuerzos internos y una reducción de la capacidad de deformación, sin que implique una pérdida significativa de la ductilidad del material debido al V. En este sentido, la coexistencia de deformación plástica extensa con daño microestructural localizado es consistente con los valores elevados de elongación registrados experimentalmente para los aceros austeníticos envejecidos, así como con el incremento en resistencia mecánica asociado a los mecanismos de endurecimiento activados durante el envejecimiento.

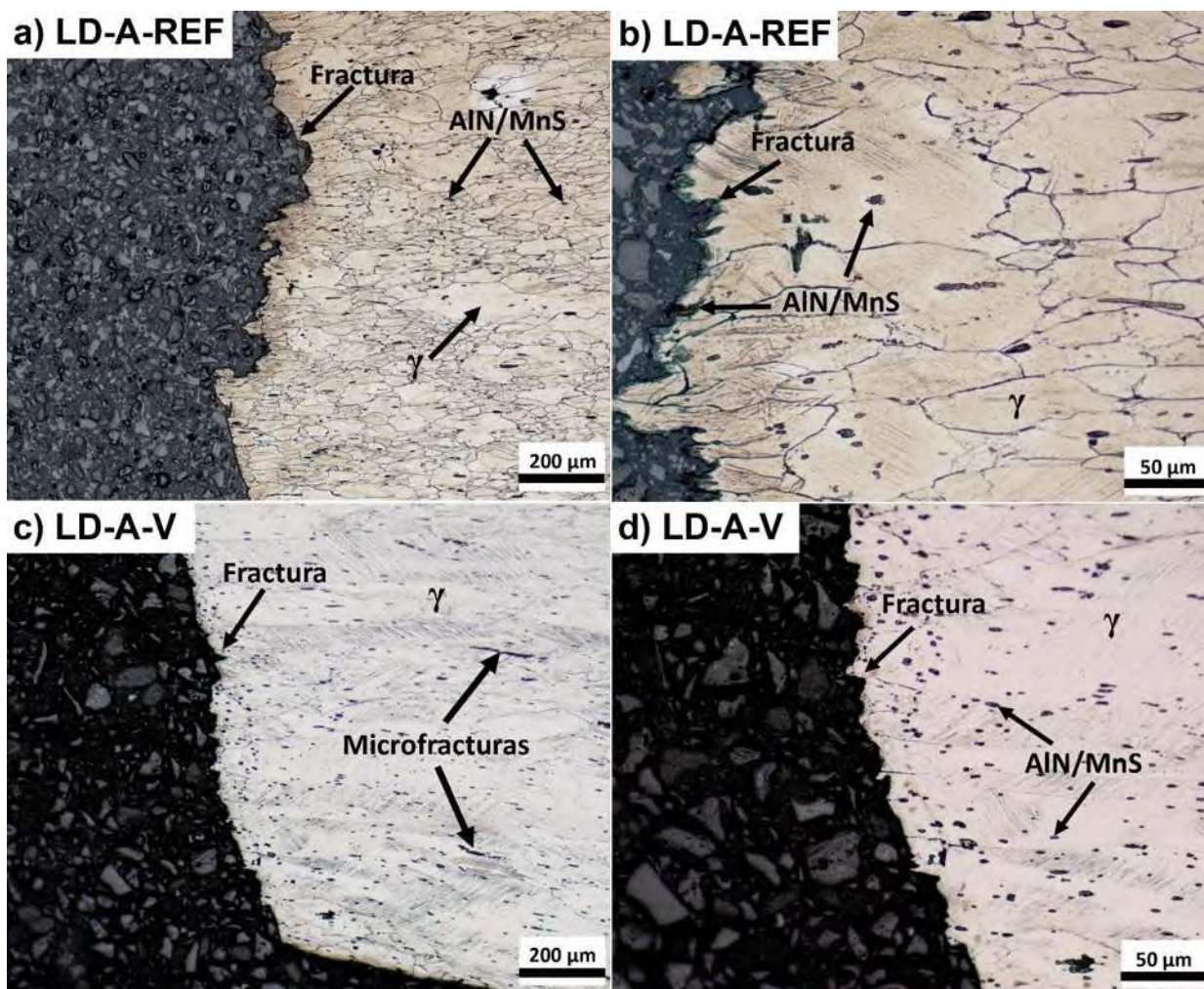


Figura 4.78 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD austeníticos en condición de envejecimiento a 550 °C: a) y b) LD-A-REF, c) y d) LD-A-V.

La Figura 4.79 muestra las micrografías cercanas a las zonas de fractura de las probetas de tracción de los aceros LD-D-REF y LD-D-V, después del tratamiento térmico de envejecimiento a 450 °C. A diferencia de lo observado en condición solubilizado, en ambas composiciones se identifica claramente la presencia simultánea de austenita y ferrita, evidenciando una transformación microestructural inducida por el tratamiento térmico. En las Figuras 4.79a) y b), correspondientes al acero LD-D-REF, la ferrita se observa distribuida dentro de la matriz austenítica, adoptando morfologías irregulares y en algunos casos alargadas, lo que sugiere su formación durante el tratamiento de envejecimiento a partir de la austenita inestable. Por otro lado, en el acero microaleado con V de las Figuras 4.79c) y d) se distingue una fracción apreciable de ferrita, además de las inclusiones no-metálicas de tipo AlN/MnS. La aparición de ferrita en estos aceros LD dúplex se atribuye directamente a la composición química, principalmente del Mn y al bajo contenido de C (en esta condición), el cual resulta insuficiente para estabilizar por completo la fase austenítica durante el tratamiento térmico de envejecimiento. Como consecuencia, la austenita se desestabiliza parcialmente y favorece la formación de ferrita. Dicha fase presenta menor capacidad de endurecimiento y menor resistencia en comparación con la austenita. Este cambio microestructural tiene un impacto directo en la respuesta mecánica del material, explicando los valores bajos de resistencia obtenidos en los ensayos de tracción para los aceros LD dúplex en condición de envejecimiento. En contraste, no se observa la presencia de carburos- κ en las muestras analizadas, lo que indica que esta fase no se formó bajo estas condiciones. Este comportamiento puede atribuirse al contenido bajo de C, ya que la precipitación de estos carburos requiere una relación estequiométrica específica. En consecuencia, el contenido de C presente en estos aceros no fue suficiente para favorecer su formación.

En resumen, estas observaciones confirman que la evolución microestructural durante el envejecimiento, dominada por la formación de ferrita debido al bajo contenido de C, limita el potencial de endurecimiento de los aceros LD dúplex, aun cuando se emplea el V como elemento microaleante. Estos resultados obtenidos, muestran claramente que hay un impacto significativo por el contenido de Mn y C, donde a diferencia de los aceros austeníticos, la estabilidad de la fase γ se mantiene y permite alcanzar una mejor combinación de resistencia y ductilidad.

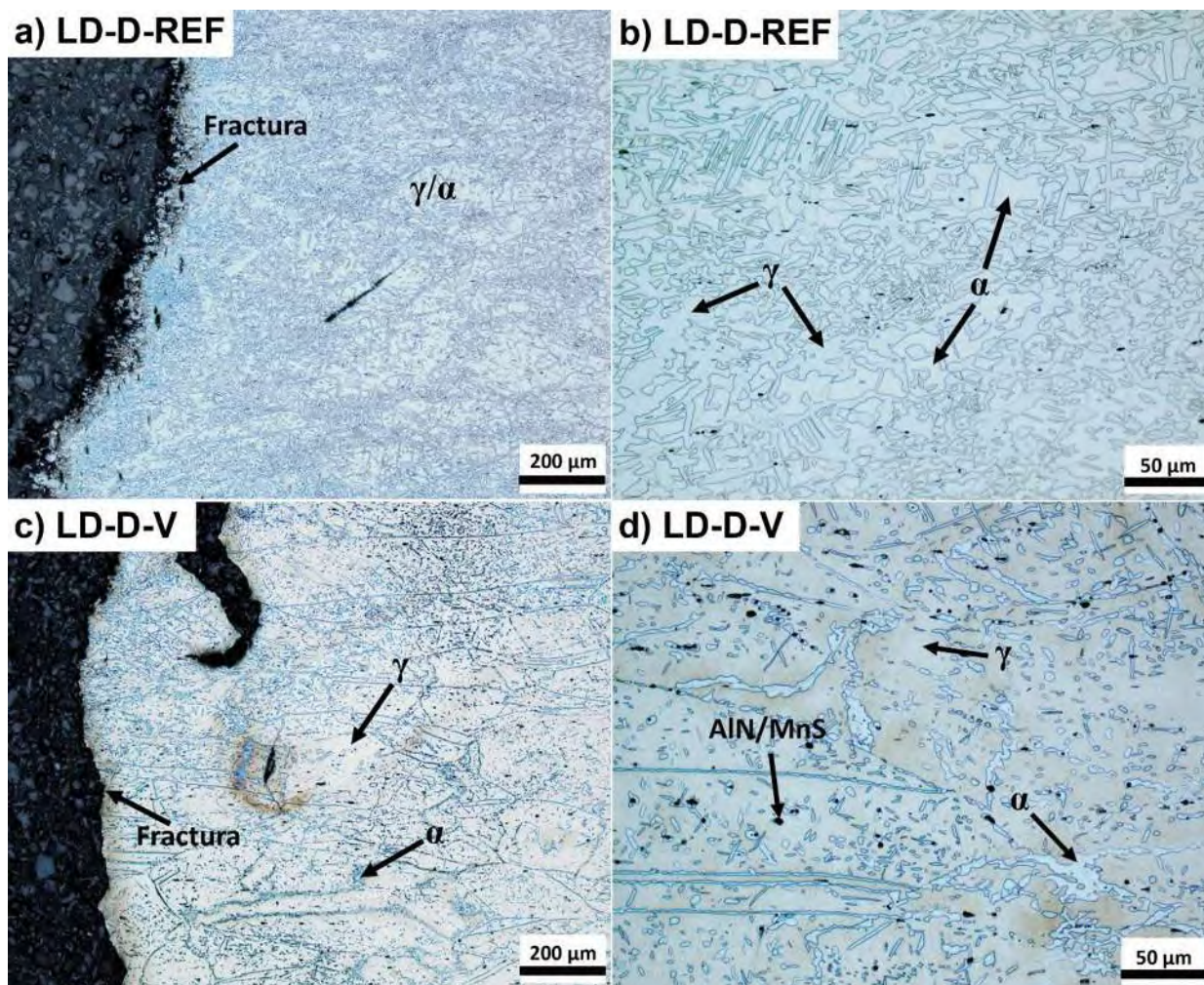


Figura 4.79 Micrografías obtenidas a través de LOM de las probetas de tracción de los aceros LD dúplex en condición de envejecimiento a 450 °C: a) y b) LD-D-REF, c) y d) LD-D-V.

La Figura 4.80 muestra las micrografías obtenidas mediante SEM de la superficie de fractura de las probetas de tracción correspondientes a los aceros LD austeníticos y dúplex, todos en condición de envejecimiento a 450 °C. En general, las superficies de fractura revelan diferencias significativas, asociadas tanto a la composición química como a la estabilidad microestructural de cada acero, lo cual repercute en el mecanismo de falla. En el caso de los aceros austeníticos envejecidos a 550 °C, las Figuras 4.80a) y b) muestran una superficie de fractura predominantemente dúctil, caracterizada por la presencia de huecos profundos y bien definidos, resultado de la nucleación, crecimiento y coalescencia de las microcavidades. En ambas composiciones se identifican inclusiones del tipo AlN/MnS, las cuales actúan como sitios preferenciales para la nucleación de microgrietas durante la deformación plástica. En el acero LD-A-V, se observa adicionalmente la presencia de partículas identificadas como VC, localizadas en

el interior de algunas cavidades, lo que sugiere su participación en los mecanismos de endurecimiento y en la redistribución local de esfuerzos durante la fractura, sin comprometer la ductilidad global del material.

Por otro lado, las micrografías correspondientes a los aceros LD dúplex envejecidos a 450 °C en las Figuras 4.80b) y c) muestran un cambio marcado en el modo de fractura. En estos materiales se observa una superficie más heterogénea, con regiones que combinan rasgos dúctiles y regiones frágiles con morfología más plana, asociadas a la coexistencia de austenita y ferrita. La presencia de interfaces γ/α favorece la concentración de esfuerzos y promueve la nucleación temprana de daño, lo cual se refleja en dimples menos uniformes y en una mayor densidad de cavidades asociadas a inclusiones de AlN/MnS y partículas ricas en V en el acero LD-D-V. La microestructura de las imágenes de fractografía es menos homogénea en los aceros LD dúplex en condición de tratamiento de envejecimiento, el cual es consistente con la desestabilización parcial de la austenita y la formación de ferrita durante el tratamiento térmico de envejecimiento. Esta evolución microestructural limita la capacidad de deformación plástica uniforme y explica la reducción significativa de la resistencia mecánica observada en los ensayos de tracción, en contraste con el desempeño de los aceros austeníticos envejecidos.

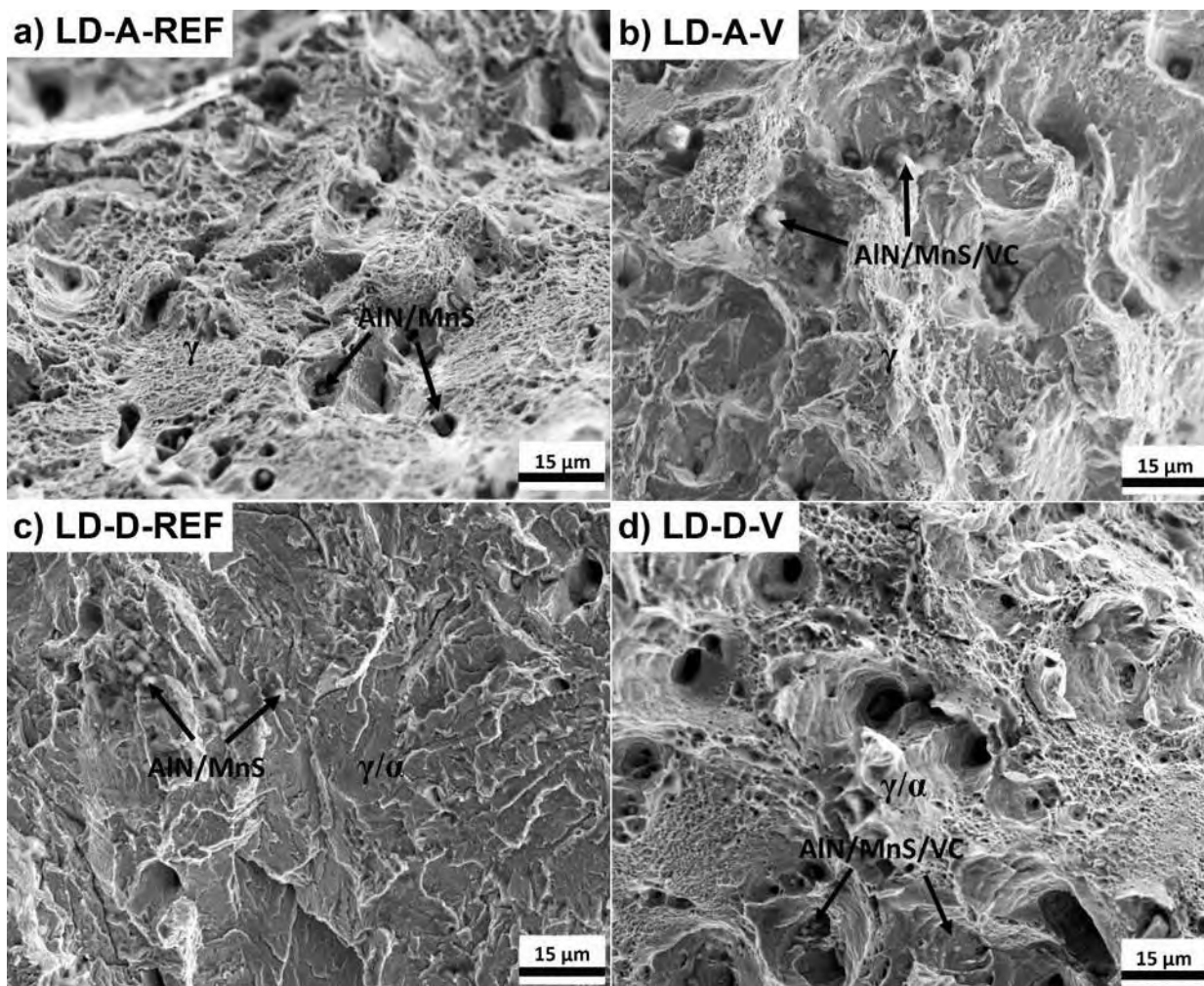


Figura 4.80 Superficies de fractura obtenidas a través de SEM de las probetas de tracción de los aceros LD en condición de envejecimiento: a) Acero LD-A-REF, b) Acero LD-A-V, c) Acero LD-D-REF y d) Acero LD-D-V.

4.7.3 Microdureza Vickers (HV)

La Tabla 4.7 se muestran los valores de microdureza Vickers en las probetas ensayadas cerca de la zona de fractura, los cuales muestran diferencias significativas entre los aceros austeníticos y dúplex, así como el efecto del V como elemento microaleante bajo condiciones de solubilizado y envejecimiento. En condición de solubilizado, los aceros austeníticos exhiben mayores valores de dureza (415 ± 14 HV para LD-A-REF y 371 ± 11 HV para LD-A-V) en comparación con los aceros dúplex (291 ± 13 HV para LD-D-REF y 320 ± 12 HV para LD-D-V), lo cual se asocia a la mayor resistencia intrínseca de la matriz austenítica y al endurecimiento por solución sólida de elementos como Mn y Al. Por otro lado, la adición de V en el acero austenítico conduce a una disminución de

la dureza en esta condición, lo que puede atribuirse principalmente a la diferencia en la composición química del acero. Por otro lado, las probetas en condición del tratamiento térmico de envejecimiento (550 °C para los aceros austeníticos y 450 °C para los dúplex), se observa un incremento en la dureza en todos los aceros, siendo más notable en los aceros dúplex. En el caso del acero LD-A-REF, la dureza aumenta ligeramente hasta 427 ± 12 HV, mientras que en el acero LD-A-V el incremento es más pronunciado, alcanzando 410 ± 9 HV, lo cual sugiere la activación de mecanismos de endurecimiento por precipitación asociados a la formación de carburos- κ , incluyendo posibles precipitados VC. En los aceros dúplex, el incremento de dureza es más significativo (de 291 a 318 HV en LD-D-REF y de 320 a 338 HV en LD-D-V), lo que se atribuye a la descomposición de la austenita en ferrita + carburos- κ , generando una microestructura más endurecida. Asimismo, el efecto del V es claramente dependiente de la condición: mientras que en condición de solubilizado tiende a reducir la dureza en el acero austenítico, en condición de envejecimiento contribuye al endurecimiento, particularmente en el acero dúplex, donde favorece la formación de precipitados como VC que actúan como obstáculos al movimiento de dislocaciones. En conjunto, estos resultados confirman que el endurecimiento por envejecimiento es más evidente en los aceros dúplex debido a la transformación eutectoide ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$), mientras que en los aceros austeníticos no se presenta este efecto debido a la estabilidad de la austenita debido a su composición química.

Tabla 4.7 Valores de microdureza Vickers (HV) de las probetas ensayadas por tensión uniaxial a temperatura ambiente en condición de solubilizado y tratamiento térmico de envejecimiento.

Condición	LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V
Solubilizado	415 ± 14	371 ± 11	291 ± 13	320 ± 12
Envejecimiento	427 ± 12	410 ± 9	318 ± 15	338 ± 8

5. Conclusiones

5.1 De la modelización de la fluencia plástica en caliente.

1. La modelación de la fluencia en caliente mediante las ecuaciones constitutivas de base física describe con alta precisión el comportamiento experimental observado de los aceros LD, particularmente a altas temperaturas ($> 800\text{ }^{\circ}\text{C}$) y bajas velocidades de deformación ($< 0.01\text{ s}^{-1}$), donde la austenita permanece estable. A menores temperaturas ($\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$), la desviación del modelo se asocia con la transformación de segundas fases ($\alpha + \kappa$), principalmente en los aceros dúplex.
2. El análisis microestructural de los ensayos de compresión en caliente obtenido mediante EBSD y SEM reveló la presencia de partículas precipitadas de carburos- κ , AlN y MnS, las cuales influyen de manera significativa en la inestabilidad de la fluencia en caliente de los aceros LD.

5.2 De la construcción de mapas de procesamiento de la deformación en caliente.

3. Los mapas de procesamiento de los aceros LD austeníticos identifican dos dominios de procesamiento seguro: i) El primer dominio se localiza en el intervalo de $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, con velocidades de deformación entre 0.001 s^{-1} y 0.0005 s^{-1} . ii) El segundo dominio se sitúa entre $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, extendiéndose hacia regiones de mayor velocidad de deformación, desde 0.0005 s^{-1} hasta 0.01 s^{-1} .

Estos dominios se asocian con una disipación eficiente de energía mediante mecanismos de recuperación dinámica y recristalización dinámica, lo que conduce a una mejora de la deformación en caliente.

4. Por otro lado, los mapas de procesamiento de los aceros LD austeníticos y dúplex revelan zonas de inestabilidad de la fluencia a bajas temperaturas, en el rango de $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, y a altas velocidades de deformación, desde 0.01 s^{-1} hasta 0.1 s^{-1} . En los aceros LD dúplex se localiza un dominio seguro, este se encuentra en un rango de altas temperaturas y bajas velocidades de deformación ($> 900^{\circ}\text{C}$ y $0.001\text{-}0.0005\text{ s}^{-1}$).

5.3 De la construcción de diagramas PPT mediante dilatometría.

5. Los diagramas PTT de los aceros austeníticos confirman la relación directa entre la cinética de transformación y la microestructura, mostrando tiempos de precipitación más cortos a 600 °C y una menor cantidad de precipitados a 750 °C, lo que respalda las observaciones experimentales y valida el control térmico como una herramienta clave para ajustar la precipitación. Sin embargo, para los aceros LD dúplex al incrementar la temperatura también se incrementa el tiempo de inicio de precipitación.
6. La formación de carburos- κ^* se ve favorecida a temperaturas intermedias y altas (600-750 °C) en ambos tipos de aceros, sin embargo, su fracción es significativamente mayor en los aceros dúplex junto con la transformación a ferrita. Por otro lado, los carburos- κ' predominan a temperaturas más bajas (450-550 °C), independientemente de la microestructura inicial, lo que indica la fuerte dependencia térmica de los mecanismos de precipitación en estos aceros.

5.4 De la cinética de precipitación mediante radiación sincrotrón.

7. La adición de V tiene un efecto relevante sobre la evolución microestructural, al retardar la cinética de recrystalización a bajas temperaturas. Adicionalmente, el V inhibe la precipitación de carburos- κ , debido a la alta afinidad del V por el C para la formación preferencial de carburos VC.
8. La difracción de rayos-X de alta energía in situ mediante sincrotrón (HEXRD) demostró ser una herramienta altamente eficaz para determinar en tiempo real la evolución de la precipitación durante el tratamiento de envejecimiento de los aceros LD austeníticos y dúplex, permitiendo una caracterización precisa de la cinética de transformación de fases y de los cambios microestructurales, particularmente durante la transformación de la austenita a 550 °C, 600 °C y 700 °C.
9. Los aceros LD dúplex durante el tratamiento térmico de envejecimiento a 600 °C, la austenita se descompone progresivamente en una estructura eutectoide compuesta por carburos- κ y ferrita, dicho mecanismo se manifiesta experimentalmente como una disminución continua de la intensidad de los picos de austenita en los patrones HEXRD. La deformación previa al envejecimiento acelera de manera significativa esta transformación, evidenciando el papel de la deformación en la activación de los mecanismos de precipitación.

10. La transformación de fase austenita $\rightarrow$ ferrita + carburos- κ se inicia en las primeras etapas del envejecimiento, ocurriendo dentro de los primeros minutos del tratamiento térmico, como lo confirma la aparición temprana del pico $\{110\}$ de la ferrita. Esto indica una cinética de transformación rápida bajo las condiciones estudiadas. Al finalizar el tratamiento de envejecimiento, el análisis cuantitativo de fases mediante refinamiento de Rietveld a partir de datos HEXRD reveló que la fracción total transformada ($\alpha + \kappa$) disminuye de 21.8 % en el acero LD-D-REF a 9.9 % en el acero LD-D-V, lo que corresponde a una reducción aproximada del 55 % en el contenido de $\alpha + \kappa$. Estos resultados confirman que la adición de V retrasa la transformación eutectoide de la austenita ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$), al reducir la disponibilidad de C mediante la formación de VC y alterar la cinética de precipitación durante el envejecimiento.

5.5 De los ensayos de tracción uniaxial en condición de envejecimiento.

11. Los ensayos de tracción en probetas solubilizadas y envejecidas mostraron que los aceros austeníticos de baja densidad presentan una mejor relación de resistencia mecánica y ductilidad en comparación con los aceros LD dúplex, tanto en condición solubilizado como después del tratamiento térmico de envejecimiento. Este comportamiento se asocia a la mayor estabilidad de la fase austenítica, la cual permite una deformación plástica más homogénea antes de la fractura.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Frommeyer G, Drewes E, Engl B. *Physical and mechanical properties of iron-aluminum-(Mn, Si) lightweight steels*. **Metallurgical Research & Technology**. 97:1245, 2000.
- [2] Chu C, Huang H, Kao P, Gan D. *Effect of alloying chemistry on the lattice constant of austenitic Fe-Mn-Al-C alloys*. **Scripta Metallurgica et Materialia**. 30:505, 1994.
- [3] Song W, Ingendahl T, Bleck W. *Control of strain hardening behavior in high-Mn austenitic steels*. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**. 27(3):546–556, 2014.
- [4] You R K, Kao P W, Gan D. *Mechanical properties of Fe-30Mn-10Al-1C-1Si alloy*. **Materials Science and Engineering A**. 141–148, 1989.
- [5] Gourdet S, Montheillet F. *A model of continuous dynamic recrystallization*. **Acta Materialia**. 51(9):2685–2699, 2003.
- [6] Sellars C M, McTegart W J. *On the mechanism of hot deformation*. **Acta Metallurgica**. 14:1136–1138, 1966.
- [7] Liu D, Ding H, Hu X, Han D, Cai M. *Dynamic recrystallization and precipitation behaviors during hot deformation of a κ -carbide-bearing multiphase Fe-11Mn-10Al-0.9C lightweight steel*. **Materials Science and Engineering A**. 772:1382–1386, 2020.
- [8] Liu D, Ding H, Cai M, Han D. *Hot deformation behavior and processing map of a Fe-11Mn-10Al-0.9C duplex low-density steel susceptible to κ -carbides*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 28(8):1516–1526, 2019.
- [9] Yang F, Song R, Zhang L, Zhao C. *Hot deformation behavior of Fe-Mn-Al lightweight steel*. **Procedia Engineering**. 81:456–461, 2014.
- [10] Mirzaei A, Zarei-Hanzaki A, Haghdadi N, Marandi A. *Constitutive description of high temperature flow behavior of Sanicro-28 super-austenitic stainless steel*. **Materials Science and Engineering A**. 467:76–82, 2014.
- [11] Lin Y C, Liu G. *Effects of strain on the workability of a high strength low alloy steel in hot compression*. **Materials Science and Engineering A**. 523:139–144, 2009.

- [12] Mohamadizadeh A, Zarei-Hanzaki A, Abedi H R, Mehtonen S, Porter D. *Hot deformation characterization of duplex low-density steel through 3D processing map development*. **Materials Characterization**. 107:293–301, 2015.
- [13] Wei H, Liu G, Zhao H, Kang R. *Hot deformation behavior of microalloyed high-strength steels*. **Materials & Design**. 50:484–490, 2013.
- [14] Frost H.J, Ashby M.F. *Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*. Oxford, UK, Pergamon press, 1982.
- [15] Raj R. *Development of a processing map for use in warm-forming and hot-forming processes*. **Metallurgical Transactions A**. 12(6), 1089-1097, 1981.
- [16] Gegel H.L. *Proceedings of Symposium on Experimental Verification of Process Models*. Metals Park, Ohio: Metals Congress. 22–55, 1983.
- [17] Al Omar A, Cabrera J.M, Prado J.M. *Characterization of the hot deformation in a microalloyed medium carbon steel using processing maps*. **Scripta Materialia**. 34(8), 1303–1308, 1996.
- [18] Bakkali-El Hassani F, Chenaoui A, Dkiouak R, Elbakkali L, Al Omar A. *Characterization of deformation stability of medium carbon microalloyed steel during hot forging using phenomenological and continuum criteria*. **Journal of Materials Processing Technology**. 199(1–3), 140–149, 2008.
- [19] Al Omar A, Alcelay I, Prado J.M. *Criterios de predicción de inestabilidades plásticas en procesos de conformado en caliente. (Parte II. Caracterización de la fluencia plástica de un acero microaleado de medio carbono usando criterios continuos y fenomenológicos)*. **Revista de Metalurgia**. 46(2), 162–172, 2010.
- [20] Alcelay I, Al Omar A, Prado J.M. *Characterization of hot flow behaviour and deformation stability of microalloyed steel using artificial neural networks and dynamic material model*. **International Journal of Materials Research**. 105(8), 743–754, 2014.
- [21] Ziegler H. *Progress in solid mechanics Hill*. Sneddon y R. John Wiley & Sons. Nueva York, USA. I.N., 1963.

- [22] Prigogine I. *Time, Structure and Fluctuations*. **Science**. 201(4358), 777–785, 1978.
- [23] Wellstead P.E. *Introduction to Physical Systems Modelling*. London, England: Academic Press, 1979.
- [24] Choi K, Seo C, Lee H, Kim S, Kwak J, Chin K, Park K, Kim N. *Effect of aging on the microstructure and deformation behavior of austenite base lightweight Fe-28Mn-9Al-0.8C steel*. **Scripta Materialia**. 63, 1028-1031, 2010.
- [25] Chang K, Chao C, Liu T, *Excellent combination of strength and ductility in an Fe-9Al-28Mn-1.8C alloy*. **Scripta Materialia**. 63, 162-165, 2010.
- [26] Springer H, Raabe D. *Rapid alloy prototyping: Compositional and thermos-mechanical high throughput bulk combinatorial design of structural materials based on the example of 30Mn-1.2C-xAl triplex steels*. **Acta Materialia**. 60, 4950-4959, 2012.
- [27] Wang C, Hwang C, Chao C, Liu T, *Phase transitions in an Fe-9Al-30Mn-2.0C alloy*. **Scripta Materialia**. 57, 809-812, 2007.
- [28] Sato K, Tagawa K, Inoue Y. *Age hardening of an Fe-30Mn-9Al-0.9C alloy by spinodal decomposition*. **Scripta Metallurgica**. 22, 899-902, 1988.
- [29] Ishida K, Ohtani H, Satoh N, Kainuma R, Nishizawa T. *Phase equilibria in Fe-Mn-Al-C alloys*. **ISIJ International**. 30, 680-686, 1990.
- [30] Choo W, Kim J, Yoon J. *Microstructural change in austenitic Fe-30wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties*. **Acta Materialia**. 45, 4877-4885, 1997.
- [31] Kimura Y, Handa K, Hayashi K, Mishima Y. *Microstructure control and ductility improvement of the two-phase γ -Fe/ κ -(Fe,Mn)₃AlC alloys in the Fe-Mn-Al-C quaternary system*. **Intermetallics**. 12, 607-617, 2004.
- [32] Chao C, Hwang C, Liu T. *Grain boundary precipitation in an Fe-7.8Al-31.7Mn-0.54C alloy*. **Scripta Metallurgical et Materialia**. 28, 109-114, 1993.
- [33] Hwang C, Chao C, Liu T. *Grain boundary precipitation in an Fe-8.0Al-31.5Mn-1.05C alloy*. **Scripta Metallurgical et Materialia**. 28, 263-268, 1993.

- [34] Oliveira F, Andrade M, Cota A. *Kinetics of Austenite Formation During Continuous Heating in a Low Carbon Steel*. **Materials Characterization**. 58, 256–261, 2007.
- [35] Suwanpinij P. *The synchrotron radiation for steel research*. **Advances and Materials Science and Engineering**. 1-7, 2016.
- [36] Morris D, Munoz-Morris M, Requejo L. *Work hardening in Fe–Al alloys*. **Materials Science & Engineering**. A 460–461, 163–173, 2007.
- [37] Aperador W, Caicedo J C, Vera R. *Assessment of Corrosion Resistance of Fermanal Steel Coated With TiC(N)/TiNb(CN) Heterostructures for Use As a Biomaterial*. **International Journal of electrochemical science**. 8, 2778-2790, 2013.
- [38] Ishida K, Ohtani H, Satoh N, Kainuma R, Nishizawa T. *Phase equilibria in Fe-Mn-Al-C alloys*. **ISIJ International**. 30, 680–686, 1990.
- [39] Chin K, Lee K, Kwak J, Kang J, Lee B. *Thermodynamic calculation on the stability of (Fe, Mn)₃AlC carbide in high aluminum steels*. **Journal Alloys and Compounds**. 505, 217–223, 2010.
- [40] Etienne A, Massardier-Jourdan V, Cazottes S, Garat X, Soler M, Zuazo I, et al. *Ferrite effects in Fe-Mn-Al-C triplex steels*. **Metallurgical Materials Transactions**. 45:324–334. 2014.
- [41] Kamiya S Y, Umino R, Ishida K. *High-strength Fe–20Mn–Al–C-based Alloys with Low Density*. **ISIJ International**. 50(6), 893-899, 2010.
- [42] Scott C, Remy B, Bao C. *Precipitation strengthening in high manganese austenitic TWIP Steels*. **International Journal Matter**. 102, 538-549, 2011.
- [43] Li Z, Wang Y, Cheng X, Li Z, Du J, Li S. *The effect of Ti–Mo–Nb on the microstructures and tensile properties of a Fe–Mn–Al–C austenitic steel*. **Materials Science & Engineering A**. 780-789, 2020.
- [44] Moon J, Park S J, Lee C, Lee C H. *Microstructure evolution and age-hardening behavior of microalloyed austenitic Fe-30Mn-9Al-0.9C light-weight Steel*. **Materials Transactions A**. 48a, 4500-4510, 2017.
- [45] Wang H, Gao Z, Shi Z, Xu H, Zhang L, Wu G, Wang C, Wang C, Weng Y, Cao W. *High Temperature Deformation Behavior and Microstructure Evolution of Low-Density Steel Fe30Mn11Al1C Micro-Alloyed with Nb and V*. **Materials**. 14, 6555, 2021.

- [46] Zhang J, Jiang Y, Zheng W, Liu Y, Addad H, Ji G, Song Ch, Zhai Q. *Revisiting the formation mechanism of intragranular κ -carbide in austenite of a Fe-Mn-Al-Cr-C low density steel*. **Scripta Materialia**, 199, 2021.
- [47] Han K H, Choo W K. *Phase decomposition of rapidly solidified Fe-Mn-Al-C austenitic alloys*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 20A, 205–13, 1989.
- [48] Gutierrez-Urrutia I. *Low density Fe–Mn–Al–C steels: phase structures, mechanisms and properties*. **ISIJ International**. 61(1):16–25, 2021.
- [49] Howell R A, Van Aken D C. *A literature review of age hardening Fe-Mn-Al-C alloys* **Iron. Steel Technology**. 6(4), 93-212, 2009.
- [50] Meyers M A, Chawla K K. *Mechanical behavior of materials, 2nd edn*. **Cambridge University Press**, 2008.
- [51] Dai Q, Cheng X, Wang A, Luo X. *Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels*. **Chinese Physics**. 11 (6), 78–83, 2002.
- [52] Yamamoto S, Ouchi C, Osuka T. *Proceedings of Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*. **Metallurgical Society of AIME**, 23, 613-682, 1982.
- [53] Morris D, Munoz-Morris M, Requejo L. *Work hardening in Fe–Al alloys*. **Materials Science & Engineering**. A 460–461,163–173, 2007.
- [54] Yoo J, Hwang S, Park K. *Origin of extended tensile ductility of a Fe-28Mn-10Al-1C steel*. **Metallurgical Materials Transactions A**. 40, 1520–1523 2009.
- [55] Herrmann J, Inden G, Sauthoff G. *Deformation behavior of iron-rich iron-aluminum alloys at low temperatures*. **Acta Materialia**. 51, 2847–2857, 2003.
- [56] Gourdet S, Montheillet F. *A model of continuous dynamic recrystallization*. **Acta Materialia**. 51(9), 2685-2699, 2003.
- [57] Roberts W. *Deformation, Processing and Structure*. G. Krauss, ed., ASM, Metals Park, OH, pp. 109-184. 1982
- [58] Blum W, Cahn R W, Haasen P, Kramer E J. *Materials Science and Technology*. eds., VCH, Weinheim, vol. 6, pp. 363-405. 1991
- [59] U.F. Kocks *Laws for work-hardening and low temperature creep*. **Engineering Materials Technology**. Trans., ASME, 98, 76-85, 1976.

- [60] Estrin Y. Mecking H. *A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter model*. **Acta Metallurgica**. 32 (1) 57-70, 1984.
- [61] Bergström Y. *A dislocation model for the stress-strain behavior of polycrystalline α -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations*. **Materials Science Engineering**. 5, 193-200, 1970.
- [62] Bergström Y and Aronsson B. *The application of a dislocation model to the strain and temperature dependence of the strain hardening exponent in the Ludwik-Hollomon relation between stress and strain in mild steels*. **Metallurgical and Materials Transactions B**, 3(7), (1972), 1951-1957.
- [63] Taylor G I. *Plastic strain in metals*. **Journal of Institutional Metals**. 62, 307–324, 1938.
- [64] Avrami M. *Kinetics of phase change. II, Transformation-time relations for random distribution of nuclei*. **Journal of Chemical Physics**. 8, 212-224, 1940.
- [65] Avrami M. *Kinetics of phase change. III, Granulation, phase change, and microstructure*. **Journal of Chemical Physics**. 9, 177-184, 1940.
- [66] Sellars C M. *Modelling microstructural development during hot rolling*. **Materials Science and Technology**. 6, 1072-1081, 1990.
- [67] Garofalo F. *An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metals*. **Transactions of AIME**. 227, 351-356, 1963.
- [68] Sellars C M, Mc Tegart W J. *La relation entre la résistance et la structure dans la déformation a chaud*. **Mémoires Scientifiques de la Revue de Metallurgie**. 18(9), 731-746, 1966.
- [69] Prasad Y.V.R.K, Gegel H.L, Doraivelu S.M, Malas J.C, Morgan J.T, Lark K.A, Barker D.R. *Modeling of dynamic material behavior in hot deformation: forging of Ti-6242*. **Metallurgical Transactions A**. 15, 1883–1892, 1984.
- [70] Prasad Y.V.R.K. *Ind. J. Technol.* n° 28, 435-451, 1990.
- [71] Prasad Y.V.R.K, Sasidhara S. *Hot Working Guide: A Compendium of Processing Maps*. **Materials Park**. Ohio, USA, 1997.
- [72] Alcelay I, Peña E, Omar A. *Estudio del comportamiento termo-mecánico de un acero microaleado de medio carbono durante un proceso de conformado en caliente usando una red neuronal artificial*. **Revista de Metalurgia**, 52 (2), 1-10, 2016.

- [73] Prasad Y, Gegel H, Doraivelu S, Malas J, Morgan J, Lark K, Barker D. *Modeling of dynamic material behavior in hot deformation: forging of Ti-6242*. **Metallurgical transactions A**. 15(10), 1883–1892, 1984.
- [74] Alexander J. *Modelling of hot deformation of steels*. Ed. J.G. Lenard, Springer-Verlag. Berlin, Alemania, pp. 101-115, 1989.
- [75] Gegel H, Malas J, Doraivelu S. Shende, *Metals Handbook vol. 14*, ASM, **Metals Park**, pp. 417-438, 1987.
- [76] Murty S and Rao B. *On the development of instability criteria during hot working with reference to IN 718*. **Materials Science and Engineering: A**, 254(1-2), 76-82, 1998.
- [77] Jonas J, Holt R and Coleman C. **Acta Metallurgical**. 24 911 -918. (1976).
- [78] Semiatin S and Lahoti G. *Material behavior Under High Stress and Ultra high Loading Rates*. **Metallurgical Transactions A**. 12 1.705-1.717. (1981).
- [79] Liu D, Ding H, Cai M, Han D. *Hot deformation behavior and processing map of a Fe-11Mn-10Al-0.9C duplex low-density steel susceptible to κ -carbides*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. Vol. 28(8), 1516-1526. 2019.
- [80] Zhao T, Rong S, Hao X, Wang Y, Chen C. *Effect of Nb-V microalloying on hot deformation characteristics and microstructures of Fe-Mn-Al-C austenitic steel*. **Materials Characterization**. 2022.
- [81] Wang H, Gao Z, Shi Z, Xu H, Zhang L. *High temperature deformation behavior and microstructure evolution of Low-Density steel Fe30Mn11Al1C micro-alloyed with Nb and V*. **Materials**. 14, 6555, 2021.
- [82] Mozumder Y.H, Babu K.A, Saha R, Mandal S. *Flow characteristics and hot workability studies of a Ni-containing Fe-Mn-Al-C lightweight duplex steel*. **Materials Characterization**. 146, 1-14, 2018.
- [83] Sun J, Li J, Wang P, Huang Z. *Hot deformation behavior, dynamic recrystallization and processing map of Fe-30Mn-10Al-1C low density steel*. **Transactions of the Indian Institute of Metals**. 75, 699-716, 2022.
- [84] Liu M, Li X, Zhang Y, Song C, Zhai Q. *Precipitation of κ -carbide in a V-containing austenite-based lightweight steel*. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 53, 1231-1243, 2022.

- [85] Jeong J, Lee C, Park I, Lee Y. *Isothermal precipitation behavior of κ -carbide in the Fe-9Mn-6Al-0.15C lightweight steel with a multiphase microstructure*. **Journal of Alloys and Compounds**. 574, 299-304, 2013.
- [86] Kaltzacorta G, Gutierrez T, Elvira R, Jimbert P, Guraya T. *Evolution of microstructure during isothermal treatments of a duplex-austenitic 0.66C11.4Mn9.9Al low-density forging steel and effects on the mechanical properties*. **Metals**. 11, 214, 2021.
- [87] Jimbert P, Guraya T, Kaltzacorta I, Gutierrez T, Elvira R, Tafaghodi L. *Different phenomena encountered during dilatometry of low-density steels*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 31, 2878-2888, 2022.
- [88] Rawat P, Prakash U, Satya Prasad V V. *Studies on hot deformation behavior and dynamic recrystallization in a high Al ferritic low-density steel*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 32(10):4541–4554, 2023.
- [89] Hájek J, Nový Z, KucEROVÁ L, JirkOVÁ H, Salvetr P, Motycka P. *A new alloying concept for low-density steels*. **Materials**. 15:2539, 2022.
- [90] Zhang J, Raabe D, Tasan C. *Designing duplex, ultrafine-grained Fe-Mn-Al-C steels by tuning phase transformation and recrystallization kinetics*. **Acta Materialia**. 141, 374-387, 2017.
- [91] Cabrera J M, Omar Al, Jonas J J, Prado J M. *Modeling the flow behavior of a medium carbon microalloyed steel under hot working conditions*. **Metallurgical Materials Transactions**. 28A, 2233-2244, 1997.
- [92] Lehner F. DESY in 2012: A year of light and dust [en línea].

Disponible en:

<URL: <https://cds.cern.ch/record/1407513>> [Última modificación 08-12-2023].

- [93] Vander Voort G. *Metallography: Principles and Practice*. **ASM International**. 1999.
- [94] G. Altamirano-Guerrero. *Estudio de la deformación plástica en caliente de aceros avanzados de ultra-alta resistencia (AUHSS) microaleados con boro*. **Tesis doctoral**, pp. 88-89.
- [95] Acelrad O, Kalashnikov I, Silva E, Khadyev M, Simao R. *Diagram of phase transformations in the austenite of hardened alloy Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si as a result of aging due to isothermal heating*. **Metal Science and Heat Treatment**. 48:543–553, 2006.

- [96] *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. **ASTM E112-96** (West Conshohocken, PA: ASTM International, approved April, 2000).
- [97] Young, R.A. "The Rietveld Method" (International Union of Crystallography Monographs on Crystallography).
- [98] ASTM E384 *Standard, Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials*. **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2011, DOI: 10.1520/E0384-11E01 www.astm.org, 43, 2011.
- [99] Haghdadi N, Zarei-Hanzaki A, Abedi H R. *The flow behavior modeling of cast A356 aluminum alloy at elevated temperatures considering the effect of strain*. **Materials Science and Engineering A**. 535:252–257, 2012.
- [100] Wu Z, Tang Y, Chen W, Lu L, Li E, Li Z, Ding H. *Exploring the influence of Al content on the hot deformation behavior of Fe–Mn–Al–C steels through 3D processing map*. **Vacuum**. 159:447–455, 2019.
- [101] Park N. *Precise flow stress analysis for the occurrence of dynamic ferritic transformation and dynamic recrystallization of austenite in low carbon steel*. **Korean Journal of Metals and Materials**. 56(11):779–786, 2018.
- [102] Mejía I, Reyes-Calderón F, Cabrera J M. *Modeling the hot flow behavior of a Fe–22Mn–0.41C–1.6Al–1.4Si TWIP steel microalloyed with Ti, V and Nb*. **Materials Science and Engineering A**. 644:374–385, 2015.
- [103] Cabanas N, Penning J, Akdut N, De Cooman B C. *High-temperature deformation properties of austenitic Fe–Mn alloys*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 37(11):3305–3315, 2006.
- [104] Mirzadeh H. *A simplified approach for developing constitutive equations for modeling and prediction of hot deformation flow stress*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 46(9):4027–4037, 2015.
- [105] Biermann H, Aneziris C G. *Austenitic TRIP/TWIP steels and steel-zirconia composites: design of tough, transformation-strengthened composites and structures*. **Springer Nature**, 2020.

- [106] Qin F, Li Y, He W, Zhao X, Chen H. *Effects of deformation microbands and twins on microstructure evolution of as-cast Mn18Cr18N austenitic stainless steel*. **Journal of Materials Research**. 32(20):3864–3874, 2017.
- [107] Ramos-Fabián N I, Mejía I, García-Domínguez M, Bedolla-Jacuinde A. *Metallographic, structural and mechanical characterization of a low-density austenitic Fe–Mn–Al–C steel microalloyed with Nb in hot-rolling condition*. **MRS Advances**. 8(22):1291–1295, 2023.
- [108] Zhang S, Liu Y, Wang J, Qin S, Wu X, Yuan F. *Tensile behaviors and strain hardening mechanisms in a high-Mn steel with heterogeneous microstructure*. **Materials**. 15(10):3542, 2022.
- [109] Li S, Li D, Lu H, Cao P, Xie R. *Effect of κ carbides on deformation behavior of Fe–27Mn–10Al–1C low-density steel*. **Crystals**. 12(7):991, 2022.
- [110] Zhu Y, Fan S, Lian X, Min N. *Effect of precipitated particles on austenite grain growth of Al- and Nb-microalloyed 20MnCr gear steel*. **Metals**. 14(4):469, 2024.
- [111] Ånmark N, Karasev A, Jönsson P G. *The effect of different non-metallic inclusions on the machinability of steels*. **Materials**. 8(2):751–783, 2015.
- [112] Park H, Lee C, Kim K W, Kim S D, Jang J H, Ha H Y, Park S J. *Effect of S addition on mechanical and machinability properties in austenitic Fe–Mn–Al–C lightweight steels*. **Materials Science and Engineering A**. 856:143939, 2022.
- [113] Wang Y, Yang Y, Dong Z, Park J H, Mi Z, Mao X, Mu W. *Inclusion engineering in medium Mn steels: effect of hot-rolling process on the deformation behaviors of oxide and sulfide inclusions*. **Metallurgical and Materials Transactions B**. 53(4):2182–2197, 2022.
- [114] Bhadeshia H K D H, Honeycombe R W K. *Steels: microstructure and properties*. Butterworth-Heinemann, 2017.
- [115] Sellars C M, Whiteman J A. *Recrystallization and grain growth in hot rolling*. **Metal Science**. 13(3–4):187–194, 1979.
- [116] Jiang D E, Carter E A. *Carbon dissolution and diffusion in ferrite and austenite from first principles*. **Physical Review B**. 67(21):214103, 2003.

- [117] Liu M, Li X, Zhang Y, Song C, Zhai Q. *Multiphase precipitation and its strengthening mechanism in a V-containing austenite-based low-density steel*. **Intermetallics**. 134:107179, 2021.
- [118] Tuan Y, Lin C, Chao C, Liu T. *Grain boundary precipitation in Fe–30Mn–9Al–5Cr–0.7C alloy*. **Materials Transactions**. 49:1589–1593, 2008.
- [119] Tuan Y, Lin C, Chao C, Liu T. *Grain boundary precipitation in Fe–30Mn–9Al–5Cr–0.7C alloy*. **Materials Transactions**. 49:1589–1593, 2008.
- [120] Chao C, Hwang C, Liu T. *Grain boundary precipitation in an Fe–7.8Al–31.7Mn–0.54C alloy*. **Scripta Metallurgica Materials**. 28:109–114, 1993.
- [121] Chao CY, Hwang CN, Liu TF. *Grain boundary precipitation behaviours in an Fe–9.8Al–28.6Mn–0.8Si–1.0C alloy*. **Scripta Materialia**. 34, 75–81, 1996.
- [122] Chen P, Li X, Yi H. *The κ -Carbides in Low-Density Fe–Mn–Al–C Steels: A Review on Their Structure, Precipitation and Deformation Mechanism*. **Metals** 10, 1021, 2020.
- [123] Tomota Y, Adachi Y, Shinozaki H. *Dynamic and static recrystallization in high-Mn steels studied by in situ neutron diffraction*. **Acta Materialia**, 58, 2027–2035, 2010.
- [124] Cuddy L. Venables J. *Dynamic recrystallization of HSLA steels*. **Metallurgical Transactions A**, 7, 1993–2004, 1976.
- [125] García-Domínguez M, Mejía I. *Microstructural and mechanical behavior of austenitic and duplex low-density steels microalloyed with V under aging heat treatment condition*. **MRS Advances**. 8(22):1296–1301, 2023.
- [126] Lee J, Lee T, Mun D J, Bae C M, Lee C S. *Comparative study on the effects of Cr, V, and Mo carbides for hydrogen-embrittlement resistance of tempered martensitic steel*. **Scientific Reports**. 9:5219, 2019.
- [127] Wen T, Hu X, Song Y, Yan D, Rong L. *Carbides and mechanical properties in a Fe–Cr–Ni–Mo high-strength steel with different V contents*. **Materials Science and Engineering A**. 588:201–207, 2013.
- [128] Jung J G, Park J S, Kim J, Lee Y K. *Carbide precipitation kinetics in austenite of a Nb–Ti–V microalloyed steel*. **Materials Science and Engineering A**. 528(16–17):5529–5535, 2011.

- [129] Ma Q, Yin S, Shang C, Liu Q, Li B, Jia S. *Recrystallization and second-phase precipitation in Nb–V microalloyed steels: a thermal simulation study*. **Materials**. 18(13):3069, 2025.
- [130] Huang S, Li Z, Yang H, Zeng Z, Shi Y, Li C. *Effect of microalloying and isothermal transformation on the microstructure and mechanical properties of SWRH82B steel*. **Scientific Reports**. 15:10005, 2025.
- [131] Ren J K, Li Z H, Zhou X, Wu S W, Chen J, Liu Z Y. *Interpretation of microstructure evolution and mechanical properties under aging treatments of a Fe–24Mn–0.6C–2Al–0.6V austenitic steel for cryogenic application*. **Journal of Materials Research and Technology**. 24:4661–4677, 2023.
- [132] Song W, Zhang W, Appen J, Dronskowski R, Bleck W. *κ -phase formation in Fe–Mn–Al–C austenitic steels*. **Steel Research International**. 86:1161–1169, 2015.
- [133] Grajcar A, Zalecki W, Skrzypczyk P, Kilarski A, Kowalski A. *Dilatometric study of phase transformations in advanced high-strength bainitic steel*. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**. 118:739–748, 2014.

METAS ALCANZADAS

1. **Se obtuvo una buena combinación de propiedades mecánicas**, alcanzando valores de resistencia de 861 MPa y elongaciones mayores al 40% en los aceros LD austeníticos, particularmente en condiciones de envejecimiento. (90% de alcance).
2. **Se logró un refinamiento microestructural significativo**, obteniendo tamaños de grano inferiores a 50 μm después de los tratamientos termo-mecánicos de homogeneizado, laminación en caliente y solubilizado. (100% de alcance).
3. **Se determinaron variaciones de los parámetros de endurecimiento y ablandamiento**, donde el parámetro de ablandamiento (Ω) presentó un incremento, mientras que el parámetro de endurecimiento (U) mostró una disminución en los aceros microaleados con V, en comparación con los aceros de referencia. (100% de alcance).
4. **Se obtuvo un tamaño promedio de granos recristalizados inferior a 20 μm** en las muestras deformadas a 900 °C y 1000 °C y velocidades de deformación de 0.0005 s⁻¹, donde predominan los mecanismos de recuperación dinámica y recristalización dinámica. (100% de alcance).
5. **Se determinó una disminución en los parámetros A y α** en los aceros microaleados con V respecto a los aceros de referencia, lo cual se asocia a un efecto de ablandamiento durante la deformación en caliente. (90% de alcance).
6. **Se identificaron claramente regiones de estabilidad e inestabilidad en los mapas de procesamiento**, determinando ventanas seguras de deformación a temperaturas superiores a 800 °C y velocidades de deformación menores a 0.01 s⁻¹, así como regiones de inestabilidad a menores temperaturas, en concordancia con el criterio de Prasad. (100% de alcance).
7. **Se evidenció un retraso en la cinética de precipitación de la fase- κ del 55 % en los aceros LD dúplex**, asociado a la adición de V, el cual favorece la formación preferencial de carburos VC, reduciendo la fracción transformada ($\alpha + \kappa$) y modificando la evolución microestructural durante los tratamientos de envejecimiento. (100% de alcance).

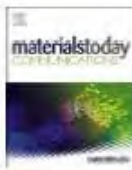
PRODUCTIVIDAD CIENTÍFICA

Materials Today Communications 47 (2025) 113101

Contents lists available at ScienceDirect

Materials Today Communications

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

Evolution of precipitation in a duplex Fe-Mn-Al-C low-density steel revealed by in situ high-energy synchrotron X-ray diffraction

M. García-Domínguez^a, I. Mejía^{a,1,2,*}, N. Schell^b, A. Stark^b, J.M. Cabrera^{c,d},
P. Barriobero-Vila^{c,d}

^a Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edif. U-3, Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán 58030, Mexico

^b Helmholtz-Zentrum Hereon, Max-Planck-Strasse 1, Geesthacht 21502, Germany

^c Department of Materials Science and Engineering, Technical University of Catalonia-BarcelonaTech (UPC), Eduard Maristany 16, Barcelona 08019, Spain

^d CIM UPC, Llorens i Artigas 12, Barcelona 08028, Spain

ARTICLE INFO

Keywords:
Duplex low-density steel
Synchrotron radiation diffraction
Dilatometry
Aging treatment
 κ -phase

ABSTRACT

Advanced duplex low-density (LD) steels with an austenite-based matrix are promising candidates for transportation applications. In these steels, the austenite remains the stable matrix phase; however, when subjected to heat treatment, it becomes thermodynamically unstable, promoting phase transformations. These transformations lead to the formation of κ -carbides and ferrite, which significantly affect the mechanical behavior of the LD steel. Thus, understanding their precipitation kinetics is paramount for the design of thermo-mechanical treatments. This study focuses on investigating the phase evolution in a Fe-12Mn-3Al-1C duplex LD steel during aging treatment using in situ high-energy synchrotron X-ray diffraction combined with dilatometry. The results obtained revealed the onsets of transformation, confirming the evolution of κ and ferrite phases. The phase volume fractions were determined by Rietveld refinement of the diffraction data. Additionally, microstructural characterization using light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM) and electron backscatter diffraction (EBSD) verified the austenite as a matrix phase and the presence of second-phases, including ferrite and κ' - and κ'' -carbides, after aging. These findings provide a comprehensive understanding of phase evolution, enabling the optimization of processing routes for LD steels.

1. Introduction

Low-density (LD) steels have attracted considerable attention across various industries, including aerospace, military, automotive, and cryogenic applications [1–4]. This interest is driven by their remarkable combination of mechanical and physical properties, such as high strength and a density reduction of up to 20 % compared to conventional steels [5]. In particular, LD Fe-Mn-Al-C steels are promising candidates for structural forged parts in automotive owing to their capability to contribute in reducing the vehicle weight mainly achieved through alloying with aluminum (Al) (~1.3 % density reduction per 1 mass % Al) [6]. The duplex LD steels show particular interest due to their balanced combination of strength and ductility [7]. They combine the high strength of ferrite with the excellent ductility of austenite. The aluminum content, in addition to stabilize the δ -ferrite, contributes to corrosion resistance. A key factor contributing to the hardening of these steels is the κ -phase, which enhances strength during aging treatments [8–11]. This phase can precipitate within grains as κ' -carbides or at grain boundaries as κ'' -carbides. The κ' -carbides consist of nanoparticles that improve both yield and ultimate tensile strength through precipitation-hardening [11]. Conversely, κ'' -carbides may form under less controlled conditions during cooling, isothermal annealing or aging, resulting in lamellar structures alongside α -ferrite [12–17]. However, the role of heat treatment variables on the kinetics of the two types of κ (κ' and κ'') is an outstanding question. Forefront in situ characterization techniques such as in situ high-energy synchrotron X-ray diffraction (HEXRD) providing time-resolved microstructure evolution can provide new understanding of these phenomena by overcoming the limitations

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

¹ <http://orcid.org/0000-0002-4445-7892>

² https://www.researchgate.net/profile/I_Mejia/info

<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.113101>

Received 30 March 2025; Received in revised form 8 June 2025; Accepted 12 June 2025

Available online 13 June 2025

2352-4928/© 2025 Elsevier Ltd. All rights are reserved, including those for text and data mining, AI training, and similar technologies.

MRS Advances
<https://doi.org/10.1557/s43580-024-00960-8>

MRS Advances

ORIGINAL PAPER



Microstructural and mechanical evolution of duplex Fe–Mn–Al–C steels during microstructural conditioning: Influence of vanadium microalloying

M. García-Domínguez¹ · I. Mejía¹ · N. I. Ramos-Fabián¹

Received: 11 September 2024 / Accepted: 9 October 2024
© The Author(s), under exclusive licence to The Materials Research Society 2024

Abstract

Low-density (LD) steels of the Fe–Mn–Al–C system hold promise for automotive, aerospace, and military applications due to their strength-ductility balance and reduced density. These steels harden through deformation and κ -carbide precipitation, significantly impacting ductility. This study aims to investigate the microstructural and mechanical properties of duplex Fe–12Mn–8Al–1C LD steels, non- and microalloyed with 0.2 wt% V. Both steels were vacuum-melted, homogenized, and hot-rolled at 1150 °C to 5 mm thickness, followed by a solution treatment at 1200 °C. Characterization was performed using LOM, SEM, XRD, and HV tests. Results showed grain refinement and a recrystallized microstructure, particularly in the V-microalloyed steel. In addition, SEM analysis showed VC formation and XRD confirmed austenite as the matrix phase, as well as the presence of ferrite and κ -carbides in both steels. Microhardness values increase from 389 to 437 HV in V-microalloyed steel, mainly due to strain hardening and VC precipitation.

Introduction

Low-density (LD) steels exhibit an exceptional combination of physical and mechanical properties, including high tensile strength (> 1000 MPa), ductility (up to 60%), and reduced weight (less than 20% of conventional steels) [1–3]. In the as-cast condition, LD steels often display a segregated microstructure, which can adversely affect mechanical properties, particularly by reducing ductility. κ -carbides have a (Fe,Mn)₃AlC (FCC) structure and can precipitate within the temperature range of 450 °C to 750 °C, existing in two forms: (i) intra-granular nano-sized κ' -carbides, which enhance strength and hardness within the matrix [4–6], and (ii) inter-granular κ'' -carbides along grain boundaries, which form after prolonged exposure to high temperatures (600–750 °C) and can degrade mechanical properties such as ductility and strength [7, 8]. Thermo-mechanical treatment can mitigate these adverse effects by refining the grain structure through dynamic recrystallization (DRX), which

occurs in two forms: continuous (CDRX) and discontinuous (DDRX). Additionally, the presence of vanadium (V) can enhance the strength of the steel via precipitation strengthening, since it is well-known that microalloying elements such as Ti, V, Nb, and Mo generate precipitation strengthening and grain refinement in LD steels [9–11]. This study aims to investigate the influence of V and κ -carbide precipitation on the microstructural and mechanical evolution of duplex LD steel, with a particular focus on the strengthening effects imparted by VC precipitates.

Materials and methods

Duplex low-density steels were melted in a vacuum induction furnace with an argon atmosphere, one without microalloying and the other microalloyed with 0.2 wt% V. Table 1 shows the chemical composition of two studied steels.

Low-Mn and high-Al contents in steels promote the transformation of austenite to ferrite, which remains stable at room temperature. Additionally, a high-Al content contributes to a density reduction of approximately 15–20% compared to conventional steels. The studied LD steels underwent a homogenization heat treatment at 1150 °C for 1 h to eliminate the dendritic structure and segregation

I. Mejía
imejia@umich.mx; i.mejia.granados@gmail.com

¹ Department of Mechanical Metallurgy, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edif. U-3, Ciudad Universitaria, 58030 Morelia, Michoacan, Mexico



Microstructural and mechanical behavior of austenitic and duplex low-density steels microalloyed with V under aging heat treatment condition

M. García-Domínguez¹ · I. Mejía¹ Received: 16 September 2023 / Accepted: 16 November 2023
© The Author(s), under exclusive licence to The Materials Research Society 2023

Abstract

Fe–Mn–Al–C low-density (LD) steels have excellent physical and mechanical properties, allowing wide applications in the automotive, aeronautical, and military sectors. The main objective of this work is to study the microstructural evolution and mechanical behavior of austenitic Fe–30Mn–7Al–1C and duplex Fe–12Mn–7Al–1C LD steels microalloyed with V under aging heat treatment. Heat and thermo-mechanical treatments of homogenization, hot-rolling, and solution were applied to microstructure conditioning. Aging heat treatment was applied at 550 °C for 2.5 h to κ -phase precipitation. Results indicate that under the aging condition mechanical properties increase notoriously due to the formation of modular κ -carbide structures within austenite grains. The duplex LD steel showed the highest strength and microhardness values (1070 MPa and 405 HV), while the austenitic LD steel showed the highest elongation (up to 50%). In general, V addition to LD steels generated a slight decrease in strength since it delays the κ -phase precipitation.

Introduction

In recent years, the automotive and aeronautical industries have focused on reducing the weight of vehicles and aircraft to reduce polluting emissions in such a way that low-density (LD) steels have been classified as one of the best-advanced steels thanks to their excellent relationship of physical and mechanical properties i.e., high strength of up to 1400 MPa, elongation greater than 60% and density reduction of 20% compared to conventional steels [1–3]. Several authors [4–6] have reported that adding microalloying elements such as Nb and V promotes dynamic recrystallization (DRX), generating grain refinement during heat and thermo-mechanical treatments for microstructural conditioning. κ -carbide precipitation is the main second-phase that improves the mechanical properties of LD steels during the aging isothermal heat treatment. On the other hand, it has also been reported that vanadium can decrease κ -carbides due to the VC formation into κ -carbides and decrease the

C concentration of austenite matrix [1, 7]. There are two types of κ -carbides formed during the aging treatment: (i) κ' -carbides (intragranular) and (ii) κ'' -carbides (intergranular). κ' -carbides precipitate within austenite grains by spinodal decomposition and grow along the $\langle 100 \rangle$ directions [8], while κ'' -carbides precipitate in austenite grain boundaries by eutectoid reaction or cell transformation in ferrite–austenite interfaces. It is well-known that κ'' -carbides precipitate from 550 °C and higher temperatures and even in a short time [8–12].

Materials and methods

Fe–30Mn–7Al–1C austenitic (LD-A-REF) and Fe–12Mn–7Al–1C duplex (LD-D-REF) LD steels were melted in a CON-SARC vacuum induction furnace with argon atmosphere. Austenitic and duplex LD steels were microalloyed with 0.2 wt% V (LD-A-V and LD-D-V, respectively). Austenitic steels have a high Mn content to stabilize the austenite at room temperature. The high Al content makes these steels light, i.e., 1 wt% Al makes 1.5% lighter than conventional steels [13, 14]. A lower Mn content than that of austenitic LD steels promotes the formation of duplex LD steels since, with the high Al content, the ferrite phase tends to be more

I. Mejía
imejia@umich.mx; i.mejia.granados@gmail.com

¹ Department of Mechanical Metallurgy, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edif. U-3, Ciudad Universitaria, 58030 Morelia, Michoacán, Mexico

MRS Advances
<https://doi.org/10.1557/s43580-023-00710-2>



ORIGINAL PAPER



Metallographic, structural and mechanical characterization of a low-density austenitic Fe–Mn–Al–C steel microalloyed with Nb in hot-rolling condition

N. I. Ramos-Fabián¹ · I. Mejía¹ · M. García-Domínguez¹ · A. Bedolla-Jacuinde¹

Received: 16 September 2023 / Accepted: 7 November 2023
 © The Author(s), under exclusive licence to The Materials Research Society 2023

Abstract

The effect of the Nb addition (0.25 wt.%) on the microstructure and mechanical properties in hot-rolling condition was studied in an austenitic Fe–27Mn–8.5Al–1C low-density (LD) steel, which was melted in a vacuum induction furnace and hot-rolled at 1100 °C in five stages with 87.5% RA related to initial area. The metallographic, structural and mechanical characterization was carried out by light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM–EDS), X-ray diffraction (XRD), electron backscattered diffraction (EBSD) and Vickers microhardness (HV) tests. Results indicate that dynamic recrystallization (DRX) was obtained by hot-rolling in Nb microalloyed LD steel with a grain size of 17 µm. Mechanical properties results indicate higher values for the microalloying steel of 390 HV compared to reference LD steel (355 HV). XRD results show that the austenite is the matrix phase and does not present phase transformations. Finally, EBSD results indicated that the recrystallized grains do not present preferential orientation.

Introduction

Low-density (LD) steels of the Fe–Mn–Al–C system are the most promising due to their lightness and excellent strength-ductility ratio, which provides excellent mechanical properties such as high strength, good corrosion resistance and strain hardening [1]. These properties make LD steels attractive for applications in the automotive, aerospace and cryogenic industries. The high Mn content in LD steels stabilizes the austenite even at room temperature, and considerably improves the tensile strength and ductility [1]. The high Al content reduces the weight and directly influences the mechanical properties [2]. The addition of Al generates densities from 6.2 to 6.8 g/cm³ [1, 3], and increases the stacking failure energy (SFE), but decreases the yield strength (YS), these properties play a fundamental role in the mechanisms of plastic deformation [1, 3, 4]. Dynamic recrystallization (DRX) is an important mechanism for the control of microstructure and mechanical properties during hot deformation.

The control of this mechanism during plastic deformation as well as microband-induced plasticity (MBIP) is essential for achieving a high relationship of strength-ductility [5–7]. The addition of Nb in LD steels improves the YS by precipitation of carbides and promotes grain refinement by DRX where the precipitated particles act as nucleation points [8–10]. The Nb microalloying positively influences the hot deformation stability of Fe–Mn–Al–C steel and expands the optimal hot processing window [11].

Materials and methods

Fe–27Mn–8.5Al–1C reference (LDA-REF) and 0.25Nb (LDA-Nb) microalloyed austenitic LD steels were melted in a vacuum induction furnace. They were microstructurally conditioned by thermo-mechanical hot-rolling treatment in five stages at 1100 °C, starting from ingot thickness of 40 mm to final plate thickness of 5 mm. Figure 1 shows the cycle of thermo-mechanical hot-rolling treatment, which was carried out with area reductions (RA) after each stage of 30%, 22.5%, 12.5%, 12.5% and 10%, respectively. Samples were prepared for metallographic, structural and mechanical characterization by roughing with abrasive paper followed by fine polishing with diamond pastes, and chemical etching with 5% Nital. The image analysis was performed

I. Mejía
 imejia@umich.mx; i.mejia.granados@gmail.com

¹ Department of Mechanical Metallurgy, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edif. U-3, Ciudad Universitaria, 58030 Morelia, Michoacán, Mexico

16/5/26, 15:29

ScholarOne Manuscripts

ScholarOne Manuscripts™

I. Mejia ▾Instructions & FormsHelpLog Out

**Materialwissenschaft
und Werkstofftechnik**
Materials Science and Engineering Technology

HomeAuthorReview

Author Dashboard

Author Dashboard

2 Manuscripts with Decisions >

Legacy Instructions >

5 Most Recent E-mails >

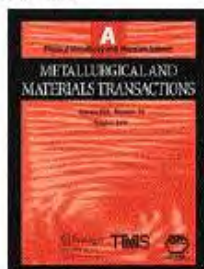
Before You Submit >

Manuscripts with Decisions

ACTION	STATUS	ID	TITLE	SUBMITTED	DECISIONED
	✉ Contact Journal EIC: Ellermeier, Jörg • Accept (17-Apr-2026) view decision letter	mawe.202500129.R1	Modeling of the hot flow behavior and processing maps of an austenitic Fe-30Mn-8Al-1C low-density steel	26-Jan-2026	17-Apr-2026
a revision has been submitted (mawe.202500129.R1)	✉ Contact Journal EIC: Ellermeier, Jörg • Major Revision (17-Dec-2025) • a revision has been submitted view decision letter	mawe.202500129	Modeling of the hot flow behavior and processing maps of an austenitic Fe-30Mn-8Al-1C low-density steel View Submission	22-Sep-2025	17-Dec-2025

16/5/26, 15:25

Metallurgical and Materials Transactions A



METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A



[home](#)
[author instructions](#)
[reviewer instructions](#)
[associate editor instructions](#)
[contact Journal](#)
[journal overview](#)
[logout](#)

Detailed Status Information

Manuscript #	E-ORIG-26-221-A
Current Revision #	0
Submission Date	2026-03-14
Current Stage	Waiting for Revision
Title	Effect of V microalloying on the precipitation kinetics of a duplex Fe-12Mn-8Al-1C low-density steel using in situ high-energy synchrotron X-ray diffraction
Manuscript Type	Original Research Article
Symposia	N/A
Classification	N/A
Manuscript Comment	This paper is an original research work which has neither previously, nor simultaneously, in whole or in part, been submitted anywhere else. The research work is titled: "Effect of V microalloying on the precipitation kinetics of a duplex Fe-12Mn-8Al-1C low-density steel using in situ high-energy synchrotron X-ray diffraction", Authors: M. García-Domínguez, I. Mejía, N. Schell, A. Stark, J.M. Cabrera and P. Barriobero-Vila. In this study, the precipitation kinetics and phase evolution in a duplex Fe-12Mn-8Al-1C low-density steel microalloyed with 0.2 wt.% V, were investigated during aging at 600 {degree sign}C using in situ high-energy synchrotron X-ray diffraction (HEXRD) combined with dilatometry and stress relaxation analysis. Rietveld refinement of the in situ HEXRD data revealed that V retards the eutectoid decomposition ($\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$) by consuming carbon through VC formation and modifying precipitation kinetics. Stress relaxation and dilatometry measurements revealed that VC formation promotes the onset of nucleation events associated with precipitation and softening mechanisms, i.e., V microalloying accelerates initial nucleation, while simultaneously delaying the growth of κ-carbides and the progress of the eutectoid reaction, thereby acting as an inhibitor of complete transformation. These findings provide new insights into the role of V as microalloying element in controlling the phase transformation and precipitation kinetics of $\alpha + \kappa$, thereby stabilizing the austenitic matrix and enabling improved microstructural design strategies for duplex low-density steels.

https://mmta.msubmit.net/cgi-bin/main.plex?form_type=status_details&j_id=53&ms_id=39905&ms_rev_no=0&ms_id_key=ftdp1qzLBzJE0E49bdV6Bm...

1/3



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2023

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

This is to certify that *Marcos García, Ignacio Mejía* presented the contribution: **MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL BEHAVIOR OF AUSTENITIC AND DUPLEX LOW-DENSITY STEELS MICROALLOYED WITH V UNDER AGING HEAT TREATMENT CONDITION** as Oral modality, in the *D8. Advanced Structural Materials: Mechanics, Properties and Applications* Symposium at the **31st International Materials Research Congress** held in Cancun, Mexico from August 13th to 18th, 2023.

Sincerely,

Jesús González Hernández
President



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2024

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

This is to certify that *Marcos García-Domínguez, Ignacio Mejía-Granados, Netza Ileri Ramos-Fabián* presented the contribution: **MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL EVOLUTION OF DUPLEX FE-MN-AL-C STEELS DURING MICROSTRUCTURAL CONDITIONING: INFLUENCE OF VANADIUM MICROALLOYING** as Poster modality, in the *G3. Advanced Structural Materials: Synthesis, Properties, and Applications. The Focus on Multifunctional Properties* Symposium at the 32nd International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 18th to 23th, 2024.

Sincerely,

Jesús González Hernández
President



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2023

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

This is to certify that *Netza Ileri Ramos Fabián, Ignacio Mejía, Marcos García-Domínguez, Arnoldo Bedolla Jacuinde* presented the contribution: **METALLOGRAPHIC, STRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF A LOW-DENSITY AUSTENITIC Fe-Mn-Al-C STEEL MICROALLOYED WITH Nb IN HOT-ROLLING CONDITION** as Poster modality, in the *D8. Advanced Structural Materials: Mechanics, Properties and Applications* Symposium at the 31st International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 13th to 18th, 2023.

Sincerely,

A handwritten signature in black ink, which appears to read "Jesús González Hernández".

A handwritten signature in black ink, which appears to read "Jesús González Hernández".

Jesús González Hernández
President

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Doctorado en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales	
Título del trabajo	"Efecto de la adición de V como elemento microaleante en aceros avanzados de baja densidad austeníticos y dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C sobre el comportamiento de la fluencia plástica en caliente y envejecimiento por precipitación"	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Marcos García Domínguez	1919670h@umich.mx
Director	Ignacio Mejía Granados	imejia@umich.mx
Codirector	José María Cabrera Marrero	jose.maria.cabrera@upc.edu
Coordinador del programa	Alberto Ruiz Marines	alberto.ruiz@umich.mx

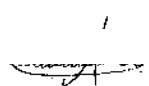
Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	NO	

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	NO	
Traducción a otra lengua	NO	
Revisión y corrección de estilo	NO	
Análisis de datos	NO	
Búsqueda y organización de información	NO	
Formateo de las referencias bibliográficas	NO	
Generación de contenido multimedia	NO	
Otro		

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Marcos García Domínguez 
Lugar y fecha	Morelia, Michoacán, México a 23 de mayo de 2026.

Marcos García Domínguez

Efecto de la adición de V como elemento microaleante en aceros avanzados de baja densidad austeníticos y dúplex del ...

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::3117:594473440

Fecha de entrega

25 may 2026, 8:21 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

25 may 2026, 8:49 a.m. GMT-6

Nombre del archivo

Efecto de la adición de V como elemento microaleante en aceros avanzados de baja densidad au....pdf

Tamaño del archivo

31.2 MB

255 páginas

58.863 palabras

336.154 caracteres

33% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Fuentes principales

- 33%  Fuentes de Internet
- 11%  Publicaciones
- 0%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alerta de integridad para revisión



Caracteres reemplazados

95 caracteres sospechosos en N.º de páginas

Las letras son intercambiadas por caracteres similares de otro alfabeto.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.