



UNIVERSIDAD MICHOCANA DE  
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN  
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA EN CALIENTE  
DE ACEROS AVANZADOS DE BAJA DENSIDAD DEL SISTEMA Fe-Mn-Al-C  
MICROALEADOS CON VANADIO”

Tesis que para obtener el grado de:

Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales

Presenta:

Ing. Marcos García Domínguez

Director de Tesis:

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, febrero 2022.



Instituto de Investigación  
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-026-2022

Morelia, Mich., a 11 de enero de 2022

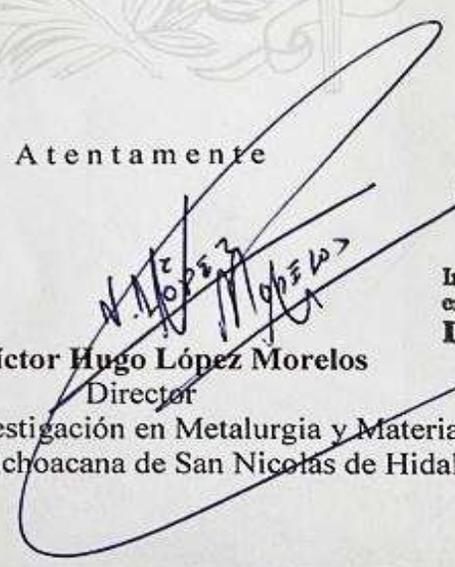
**C. ING. MARCOS GARCIA DOMINGUEZ**  
Presente

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 Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: “**Estudio del comportamiento de la deformación plástica en caliente de aceros avanzados de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C microaleados con V**”, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

93002670	DR. IGNACIO MEJIA GRANADOS	(PRESIDENTE)
17010001	DR. JOSE MARIA CABRERA MARRERO	(Co-director)
01003062	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Vocal)
02001616	DR. CARLOS ALBERTO LEON PATIÑO	(Vocal)
19000243	DR. FRANCISCO VAPEANI GUERRA LOPEZ	(Vocal)
01001531	DR. JOSE LEMUS RUIZ	(Suplente)

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

Atentamente

  
Dr. Víctor Hugo López Morelos  
Director

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



## AGRADECIMIENTOS

### Instituciones:

*Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico otorgado para realizar mis estudios de maestría. 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.*

*A la Universidad Politécnica de Cataluña (UPC) en España, por el apoyo recibido durante la experimentación de las etapas más importantes del proyecto de investigación.*

*Al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas y de Materiales (IIMM) por permitir realizar mis estudios de maestría durante los dos años de duración del programa.*

### Personas:

*A mi asesor y director de tesis Dr. Ignacio Mejía Granados, mis más sinceros agradecimientos por todo el apoyo, orientación, consejos, tiempo dedicado, enseñanza y confianza para permitirme desarrollar este trabajo de investigación y por la paciencia y todo el trabajo bajo presión, para mejorar día a día.*

*A mi co-asesor Dr. José María Cabrera Marrero, por todo el apoyo, enseñanza, motivación, consejos y críticas para ayudarme a mejorar durante esta etapa tan importante para mí.*

*A los integrantes de mi comité tutorial: Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde, Dr. Carlos Alberto León Patiño, Dr. Francisco Vapeani, por sus consejos, críticas, comentarios y el tiempo dedicado durante toda la etapa de formación de este proyecto de investigación, para finalizar este proyecto con éxito.*

*A todo el personal administrativo y técnico de los distintos departamentos dentro del instituto de investigaciones metalúrgicas y de materiales (IIMM), Dr. Víctor Hugo López Morelos, Contadora Indra, Yuni, Vero, Sra. Vicky, Tony, Sayil, Simón, Yorch, Fer.*

*A mis compañeros del grupo de trabajo, Carlos Coronado, David Mijangos y Dulce Yazmín, muchas gracias por el apoyo, motivación y buenos consejos, sobre todo la amistad brindada.*

## **DEDICATORIA**

*A mis padres, estoy infinitamente agradecido por haberme forjado como la persona que soy, muchos de mis logros se los debo a ustedes, entre los que se incluye este. Les quiero agradecer por haberme dado su apoyo incondicional durante todos estos años y por ser la razón más grande para el alcance de mis sueños y metas, todo se los debo a ustedes. Gracias Papá y Mamá.*

*También a mis hermanos, Cristian y Liz, por todos los momentos tan especiales de convivencia y apoyo que me han dado todos estos años, porque siempre estamos unidos en los buenos y malos momentos. Agradezco a Dios por darme una familia tan especial y maravillosa.*

*A mis familiares, Tíos, Primos, en especial a la familia García Cardoso, por todo el apoyo, motivación y palabras de aliento, por todos los buenos momentos que pasamos juntos. Nunca podría agradecerles todo lo que han hecho por nosotros, son de lo mejor.*

*A L. Katerin, por todo el amor y cariño que me has brindado, por el apoyo y motivación que me das todos los días, porque siempre que lo necesito estás para mí, por alentarme y ayudarme durante todas las etapas de mi maestría, eres maravillosa. Te amo.*

## ÍNDICE GENERAL

<b>CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 Objetivos .....</b>	<b>2</b>
1.1.1 <i>Objetivo general.....</i>	2
1.1.2 <i>Objetivos particulares .....</i>	2
<b>1.2 Justificación .....</b>	<b>3</b>
<b>1.3 Hipótesis.....</b>	<b>4</b>
<b>1.4 Metas científicas/tecnológicas .....</b>	<b>5</b>
<b>CAPITULO 2. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE .....</b>	<b>6</b>
<b>2.1 Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) .....</b>	<b>6</b>
2.1.1 <i>Generalidades .....</i>	6
2.1.2 <i>Generaciones de aceros avanzados de alta resistencia.....</i>	6
<b>2.2 Aceros avanzados de baja densidad .....</b>	<b>7</b>
2.2.1 <i>Efecto del contenido de Al sobre la densidad .....</i>	8
2.2.2 <i>Propiedades mecánicas.....</i>	8
2.2.3 <i>Aplicaciones de los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C .....</i>	10
2.2.4 <i>Impacto/justificación de los aceros de baja densidad .....</i>	11
<b>2.3 Metalurgia física de los aceros avanzados de baja densidad .....</b>	<b>11</b>
2.3.1 <i>Fase austenita .....</i>	11
2.3.2 <i>Fase ferrita.....</i>	12
2.3.3 <i>Fase kappa .....</i>	12
2.3.4 <i>Fases B2 y DO3.....</i>	14
2.3.5 <i>Fase Mn-β .....</i>	15
2.3.6 <i>Transformaciones de fases y diagramas de equilibrio.....</i>	15
2.3.7 <i>Diagramas de precipitación.....</i>	18
<b>2.4 Efecto de los elementos de aleación en el sistema Fe-Mn-Al-C .....</b>	<b>19</b>
2.4.1 <i>Efecto del contenido de Mn.....</i>	19
2.4.2 <i>Efecto del contenido de Al.....</i>	20
2.4.3 <i>Efecto del contenido de C.....</i>	21
2.4.4 <i>Efecto del contenido de V.....</i>	22
<b>2.5 Aspectos metalúrgicos de la fluencia plástica en caliente .....</b>	<b>23</b>
2.5.1 <i>Descripción de la curva de fluencia plástica en caliente.....</i>	23

2.5.2 Mecanismos de endurecimiento por deformación .....	24
2.5.3 Mecanismos de ablandamiento por restauración .....	24
2.5.4 Mecanismos de recristalización dinámica .....	25
2.5.5 Efecto de las variables del proceso, tamaño de grano y precipitados sobre la recristalización dinámica.....	26
<b>2.6 Modelos matemáticos para el comportamiento de fluencia plástica en caliente.....</b>	<b>28</b>
2.6.1 Modelación de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica (Etapa I).....	28
2.6.2 Modelación de la etapa de recristalización dinámica (Etapa II) .....	29
2.6.3 Modelación de la etapa de estado estable (Etapa III) .....	30
2.6.4 La energía de activación aparente para la deformación en caliente ( $Q_{HW}$ ).....	31
<b>2.7 Estado del arte de la deformación plástica en caliente de aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C.....</b>	<b>32</b>
<b>CAPITULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>35</b>
<b>3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental .....</b>	<b>35</b>
<b>3.2 Diseño de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex .....</b>	<b>36</b>
3.2.1 Composición química de los aceros avanzados LD.....	36
<b>3.3 Predicción de las fases mediante JMatPro .....</b>	<b>36</b>
<b>3.4 Fabricación de los aceros mediante horno de inducción al vacío.....</b>	<b>36</b>
3.4.1 Materias primas y balance de carga.....	36
3.4.2 Proceso de fabricación en horno de inducción al vacío.....	38
<b>3.5 Seccionamiento, análisis químico y acondicionamiento microestructural .....</b>	<b>38</b>
3.5.1 Análisis químico .....	38
<b>3.6 Diseño de tratamientos térmicos y termo-mecánicos .....</b>	<b>38</b>
3.6.1 Tratamiento térmico de homogeneizado .....	38
3.6.2 Laminación en caliente .....	39
3.6.3 Tratamiento térmico de solubilizado.....	40
3.6.4 Tratamiento térmico de envejecimiento .....	41
<b>3.7 Ensayos de compresión uniaxial en caliente.....</b>	<b>42</b>
3.7.1 Modelación de curvas de fluencia.....	43
<b>3.8 Ensayos de tracción uniaxial en condición de tratamiento térmico de envejecimiento .....</b>	<b>47</b>
<b>3.9 Caracterización de muestras deformadas .....</b>	<b>49</b>
3.9.1 Preparación de muestras .....	49

3.9.2 Microscopía óptica (LOM).....	49
3.9.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).....	49
3.9.4 Ensayos de microdureza Vickers.....	49
<b>3.10 Difracción de rayos-X.....</b>	<b>50</b>
<b>CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>51</b>
<b>4.1. Resultados de composición química de los aceros avanzados LD .....</b>	<b>51</b>
<b>4.2. Resultados de predicciones mediante JMatPro .....</b>	<b>52</b>
4.2.1. Diagramas de equilibrio .....	52
4.2.2 Isopletras .....	53
4.2.3. Diagramas de transformación TTT y CCT .....	54
4.2.4 Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas .....	57
<b>4.3 Caracterización de los aceros LD en condición de solidificación, tratamientos térmicos y termo-mecánico .....</b>	<b>61</b>
4.3.1 Microscopía óptica (LOM).....	61
4.3.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).....	70
4.3.3 Ensayos de microdureza Vickers.....	72
<b>4.4 Ensayos de compresión uniaxial en caliente y modelación de las curvas de fluencia..</b>	<b>73</b>
4.4.1 Curvas esfuerzo-deformación verdaderas .....	73
4.4.2 Modelación de las curvas de fluencia en caliente.....	78
4.4.3 Comparación de curvas calculadas versus experimentales.....	83
<b>4.5. Caracterización de muestras deformadas .....</b>	<b>87</b>
4.5.1 Microscopía óptica (LOM).....	87
4.5.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).....	93
4.5.3 Ensayos de microdureza Vickers.....	95
<b>4.7 Ensayos de tracción uniaxial en condición de tratamiento térmico de envejecimiento .....</b>	<b>98</b>
4.7.1 Curvas esfuerzo-deformación de ingeniería .....	98
4.7.2 Microscopía óptica de muestras deformadas en condición de tracción uniaxial.....	100
<b>4.8 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS) .....</b>	<b>102</b>
<b>4.9 Difracción de rayos-X.....</b>	<b>104</b>
<b>CAPITULO 5. CONCLUSIONES .....</b>	<b>107</b>
<b>CAPITULO 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>110</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

### CAPITULO II

<b>Figura 2.1</b> Gráfico de resistencia y elongación de las distintas generaciones de aceros avanzados.[1].....	<b>6</b>
<b>Figura 2.2</b> Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecido 500, 600, 700 °C para el acero LD austenítico Fe-30Mn-10Al-1C-0.1Si [2].....	<b>9</b>
<b>Figura 2.3</b> Curvas esfuerzo-deformación verdaderas con su correspondiente velocidad de endurecimiento por deformación en función del esfuerzo verdadero de muestras solubilizadas de aceros LD: Acero A (Fe-31.5Mn-8.7Al-0.8C, Acero B (Fe-31.6Mn-8.6Al-0.86C-0.5V) Acero C (Fe-31.5Mn-8.5Al-0.88C-0.5V-0.033Nb) [3].....	<b>10</b>
<b>Figura 2.4</b> Acero austenítico del sistema Fe-18Mn-7Al-0.85C, donde se muestra el crecimiento de los carburos- $\kappa$ en austenita y la evolución de los carburos- $\kappa$ ( $\kappa$ - $\gamma$ - $\alpha$ ) en los límites de grano. Se observan granos columnares después de un tratamiento térmico a 700 °C durante distintos periodos de tiempo (a) 1 h, (b) 25 h, (c) 100 h. [4].....	<b>13</b>
<b>Figura 2.5</b> a) Microestructura de un acero del sistema Fe-15Mn-10Al-0.86C-5Ni después de laminado en frío con una reducción del 70% y recocido a 900 °C durante 2 min. b) Esquema que ilustra el mecanismo de formación de precipitados B2 transformados a partir de ferrita (a): partículas B2 transformadas a partir de precipitados en bordes y límites de granos.....	<b>14</b>
<b>Figura 2.6</b> Efectos de la adición de Mn y Al en la fase constituyente y los campos de fase del sistema Fe-C. (a) Fe-C, (b) Fe-15Mn-C, (c) Fe-7Al-C. La línea punteada en la figura c, indica la transición de temperatura de A2 a B2 causado por la adición de Al. [24].....	<b>16</b>
<b>Figura 2.7</b> Diagramas de equilibrio del sistema Fe-Mn-Al-C a 900 °C, determinadas experimentalmente (puntos individuales y líneas rojas calculadas mediante FactSage 6.4 (líneas continuas) enfoque basado en CALPHAD (líneas punteadas). (a) Mn = 10%,	

(b) Mn = 20%, (c) Mn = 30%. Puntos individuales etiquetados por el círculo abierto, triángulo abierto, cuadrado abierto, cuadrado sólido y diamante sólido, indican que las composiciones de la aleación experimental se ubican en  $\gamma$ ,  $(\gamma + \kappa)$ ,  $(\gamma + M_3C)$ ,  $(\alpha + \kappa)$  y  $(\gamma + \alpha)$ , campos de fase respectivamente. [24].....17

**Figura 2.8** Cálculo de las proporciones de las fases en equilibrio en función de la temperatura de los sistemas de aleación (a) Fe-13.5Mn-6.3Al-0.78C, (b) Fe-18Mn-7Al-0.85C [24]..... 17

**Figura 2.9** Diagrama TTT de descomposición de la solución sólida  $\gamma$  en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un envejecido isotérmico. Área 1: Descomposición espinodal, área 2: Precipitación homogénea de carburos- $\kappa$ , área 3: Formación de un carburo- $\kappa^*$  en límite de grano, área 4: Producto de la reacción discontinua  $\alpha(B_2/DO_3)$  en límites de grano, área 5: formación de fases de equilibrio [24].....18

**Figura 2.10** Efecto del contenido del Mn en las propiedades mecánicas para las aleaciones: Fe-10Al-1C-Mn (símbolos solidos) y Fe-3Si-3Al-Mn (símbolos abiertos) [32].....20

**Figura 2.11** Efecto del contenido de aluminio en las propiedades mecánicas para las aleaciones: Fe-(2022) Mn-0.6C-Al y aleaciones ferríticas (Fe-Al) [45]..... 21

**Figura 2.12** Efecto del contenido de carbono en las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Al-Mn-C [32].....21

**Figura 2.13** Etapas de fluencia plástica en caliente [35] .....23

**Figura 2.14** Representación de las diferentes etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos y, e) Crecimiento de granos [38].....25

**Figura 2.15** Evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente sobre una curva para deformación en caliente [43].....27

### CAPITULO III

<b>Figura 3.1</b> Diagrama de flujo del procedimiento experimental.....	<b>35</b>
<b>Figura 3.2</b> Ciclo de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente de los aceros avanzados de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C.....	<b>39</b>
<b>Figura 3.3</b> Ciclo de tratamiento térmico de solubilizado de los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C.....	<b>40</b>
<b>Figura 3.4</b> Estructura cristalina de la austenita fcc (a); y del carburo- $\kappa$ (b) [79].....	<b>41</b>
<b>Figura 3.5</b> Ciclo del tratamiento térmico de envejecimiento para los aceros LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados con vanadio.....	<b>42</b>
<b>Figura 3.6</b> Dimensiones de las probetas para los ensayos de tracción.....	<b>48</b>
<b>Figura 3.7</b> a) Pre-maquinado de probeta cilíndrica de los aceros avanzados LD, b) probetas cilíndricas de los aceros avanzados LD utilizadas para los ensayos de tracción uniaxial y c) probetas terminadas.....	<b>49</b>

### CAPITULO IV

<b>Figura 4.1</b> Predicción de diagramas de equilibrio de fases de los aceros LD mediante JMatPro. a) Acero LD-A-REF, b) acero LD-A-V, c) acero LD-D-REF y d) acero LD-D-V.....	<b>52</b>
<b>Figura 4.2</b> Predicción de isopletras en función del contenido de Al de los aceros LD mediante JMatPro. (a) Isopletra de acero LD-A-REF, b) Isopletra de acero LD-A-V, c) Isopletra de acero LD-D-REF y d) Isopletra de acero LD-D-V.....	<b>54</b>
<b>Figura 4.3</b> Predicción de los diagramas TTT y CCT de los diferentes aceros avanzados: a) Diagrama TTT del acero LD-A-REF, b) Diagrama CCT del acero LD-A-REF, c) Diagrama TTT del acero LD-A-V, d) Diagrama CCT del acero LD-A-V.....	<b>55</b>
<b>Figura 4.4</b> Predicción de los diagramas TTT y CCT de los diferentes aceros avanzados: a) Diagrama TTT del acero LD-D-REF, b) Diagrama CCT del acero	

LD-D-REF, c) Diagrama TTT del acero LD-D-V, d) Diagrama CCT del acero LD-D-V.....	56
<b>Figura 4.5</b> Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-A-REF. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.....	57
<b>Figura 4.6</b> Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-A-V. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.....	58
<b>Figura 4.7</b> Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-D-REF. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.....	59
<b>Figura 4.8</b> Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-A-V. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.....	60
<b>Figura 4.9</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de solidificación. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	61
<b>Figura 4.10</b> Micrografías de los aceros avanzados LD dúplex en condición de Solidificación a diferente magnificación. a) Acero LD-D-REF 50x, b) Acero LD-D-V 50x, c) Acero LD-D-REF 100x y d) Acero LD-D-V 100x.....	62
<b>Figura 4.11</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	63
<b>Figura 4.12</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente a una magnificación de 500x. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	64
<b>Figura 4.13</b> Tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....	66
<b>Figura 4.14</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento termo-	

mecánico de segunda laminación en caliente a una magnificación de 500x. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....67

**Figura 4.15** Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico y termo-mecánico de solubilizado y segunda laminación en caliente. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.....69

**Figura 4.16** Micrografías de aceros avanzados LD tomadas mediante SEM. a) Partícula compleja en acero LD-A-REF en condición de solidificación, b) Partículas precipitadas de vanadio en acero LD-A-V bajo condición de homogeneizado y laminación en caliente, c) Carburos- $\kappa$  en límite de grano de dendritas de ferrita en acero LD-D-R, d) Precipitados de vanadio de tamaño nanométrico en acero (LD-D-V), e) Partícula compleja de vanadio y otros elementos en acero LD-D-V y f) Mapeo mediante EDS de partícula de precipitados compleja de vanadio en acero LD-D-V.....71

**Figura 4.17** Curvas de compresión en caliente de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-A-REF a distintas velocidades de deformación y temperaturas: a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.....74

**Figura 4.18** Curvas de compresión en caliente de esfuerzo-deformación verdadera de Los aceros LD-A-V a distintas velocidades de deformación y temperaturas: a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.....75

**Figura 4.19** Curvas de compresión en caliente de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-D-REF a distintas velocidades de deformación y temperaturas: a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.....76

**Figura 4.20** Curvas de compresión en caliente de esfuerzo-deformación verdadera de los aceros LD-D-V a varias velocidades de deformación y temperaturas: a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.....77

**Figura 4.21** Ajuste lineal de los parámetros: a) ablandamiento ( $\Omega$ ) y b) endurecimiento ( $U$ ) dependientes del parámetro de Zener-Hollomon.....78

**Figura 4.22** Relación entre el exponente de endurecimiento ( $n$ ) y el parámetro de Zener-Hollomon ( $Z$ ).....79

**Figura 4.23** Ajuste no lineal del seno hiperbólico de los parámetros  $A_p$ ,  $A_{ss}$ , y  $\alpha_p$ ,  $\alpha_{ss}$ .....81

<b>Figura 4.24</b> Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-A-REF a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.....	<b>84</b>
<b>Figura 4.25</b> Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-A-V a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.....	<b>85</b>
<b>Figura 4.26</b> Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-D-REF a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.....	<b>86</b>
<b>Figura 4.27</b> Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-D-V a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.....	<b>87</b>
<b>Figura 4.28</b> Micrografías del acero LD-A-REF deformado a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.....	<b>88</b>
<b>Figura 4.29</b> Micrografías del acero LD-A-V a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000°C.....	<b>89</b>
<b>Figura 4.30</b> Micrografías del acero LD-D-REF a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000°C.....	<b>90</b>
<b>Figura 4.31</b> Micrografías del acero LD-D-V a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.....	<b>91</b>
<b>Figura 4.32</b> Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido del acero LD-A-V bajo condición de compresión en caliente a 700 °C, con una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . a) Partículas precipitadas de vanadio y nitruros de aluminio. b) partículas precipitadas de vanadio en límites de grano y nitruros de aluminio precipitadas dentro de los granos de austenita.....	<b>92</b>
<b>Figura 4.33</b> Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido del acero LD-D-V bajo condición de compresión en caliente a 700 °C, con una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . a) Descomposición de austenita en ferrita con precipitación de carburos- $\kappa$ a una escala de 10 $\mu\text{m}$ , b) Precipitación de carburos- $\kappa^*$ intergranulares	

(límites de grano de austenita) .....	93
<b>Figura 4.34</b> Micrografías de aceros LD-D-V con su respectivo mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). a) Carburo de vanadio (VC), b) mapeo químico del (VC), c) y d) Carburo de vanadio (VC) intragranular en austenita con su respectivo mapeo químico.....	94
<b>Figura 4.35</b> Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido del acero LD-D-V bajo condición de compresión en caliente a 700 °C, con una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . a) Descomposición de austenita en ferrita con precipitación de carburos- $\kappa$ , b) Ferrita con precipitación de carburos- $\kappa'$ (intragranulares). c) y d) Ferrita en límite de grano de austenita con precipitación de carburos- $\kappa$ con su respectivo mapeo químico.....	95
<b>Figura 4.36</b> Gráfica microdureza HV versus temperatura de los aceros LD en condición de compresión en caliente a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	97
<b>Figura 4.37</b> Curvas esfuerzo-deformación ingenieril, resultantes de los ensayos de tensión uniaxial a temperatura ambiente de los aceros avanzados LD.....	98
<b>Figura 4.38</b> Micrografías de probetas de tracción uniaxial en la zona de fractura. a-c) Acero LD-A-REF. d-f) Acero LD-A-V. g-i) Acero LD-D-REF. j-l) Acero LD-D-V.....	101
<b>Figura 4.39</b> Micrografías mediante FEG-SEM de los aceros avanzados LD-A-V y LD-D-V en condición de ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente.....	103
<b>Figura 4.40</b> Patrones de difracción de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h.....	104
<b>Figura 4.41</b> Patrones de difracción del acero LD austenítico de referencia (LD-A-REF) de los picos: a) $\gamma$ -(111) y $\kappa$ -(111), $\gamma$ -(220) y $\kappa$ -(220), b) $\gamma$ -(311) y $\kappa$ -(311), $\gamma$ -(222) y $\kappa$ -(222), bajo tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h.....	105
<b>Figura 4.42</b> Patrones de difracción del acero LD dúplex de referencia (LD-D-REF) de los picos: a) $\gamma$ -(111) $\kappa$ -(111) y $\alpha$ -(110), $\gamma$ -(220) y $\kappa$ -(220), b) $\gamma$ -(311) y $\kappa$ -(311), $\gamma$ -(222), $\kappa$ -(222) y $\alpha$ -(220), bajo tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h.....	106

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 2.1</b> Fases constituyentes de los sistemas Fe-Mn-Al-C a diferentes temperaturas después de un recocido de 100 h en comparación con el cálculo de Fact. Sage [28].....	<b>18</b>
<b>Tabla 3.1</b> Composición química nominal de los aceros de baja densidad diseñados.....	<b>36</b>
<b>Tabla 3.2</b> Cálculo de carga de los aceros avanzados LD fabricados.....	<b>37</b>
<b>Tabla 4.1</b> Composición química de los aceros LD (% en masa).....	<b>51</b>
<b>Tabla 4.2</b> Tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogeneización y termo-mecánico de primera laminación en caliente.....	<b>65</b>
<b>Tabla 4.3</b> Tamaño de grano obtenido en condición del tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente.....	<b>68</b>
<b>Tabla 4.4</b> Resultados microdureza en escala Vickers de aceros avanzados LD diferentes condiciones de tratamientos térmicos y termo-mecánicos.....	<b>72</b>
<b>Tabla 4.5</b> Constantes derivadas para el $t_{50\%}$ de los aceros avanzados LD.....	<b>80</b>
<b>Tabla 4.6</b> Resultados de modelación matemática de los aceros LD.....	<b>82</b>
<b>Tabla 4.7</b> Valores de microdureza del acero LD-A-REF obtenidos en un rango de temperaturas de 700 a 1000 °C y una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	<b>96</b>
<b>Tabla 4.8</b> Propiedades mecánicas de los aceros LD obtenidas a partir de los ensayos de tensión uniaxial.....	<b>99</b>

## Resumen

Los aceros avanzados de baja densidad (LD, por sus siglas en inglés, Low Density), poseen una combinación excelente de propiedades físicas y mecánicas que permiten aplicaciones estructurales en la industria automotriz y los sectores aeronáutico y militar. Estos materiales presentan resistencia mecánica de hasta 1500 MPa, alargamiento superior al 60% y reducción en peso de hasta un 20%. Las principales propiedades físicas y mecánicas que se obtienen en estos aceros dependen significativamente del tratamiento térmico y termo-mecánico, particularmente durante la deformación plástica en caliente, donde la recrystalización dinámica es un mecanismo muy importante que controla las propiedades mecánicas resultantes. Asimismo, la presencia de precipitados puede inhibir el crecimiento de grano y promover la nucleación durante la recrystalización. El presente trabajo de investigación tiene como objetivo principal determinar el efecto del vanadio como microaleante durante la deformación en caliente de aceros LD. Para tal propósito, se fabricaron aceros LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados con vanadio (0.2% en masa) en horno de inducción al vacío, los cuales se acondicionaron microestructuralmente para eliminar la estructura dendrítica y obtener un refinamiento de grano mediante los tratamientos térmicos y termo-mecánicos de homogenización, laminación en caliente, solubilización y envejecimiento. Se realizaron ensayos de compresión uniaxial en caliente en un rango de temperaturas de 700 a 1000°C, y velocidades de deformación de 0.0005 a 0.1 s<sup>-1</sup>. Se modelaron las curvas de fluencia en caliente utilizando modelos matemáticos de base física que rigen el comportamiento de la deformación plástica en caliente (modelos de Kocks, Estrin, Mecking, Bergstrom, Avrami y Sellars). En general, los resultados obtenidos indican que los aceros LD dúplex presentan un adelanto significativo de la transformación de la austenita bajo condición isotérmica (TTT) y enfriamiento continuo (CCT) respecto a los austeníticos. Ambos aceros presentan austenita como fase principal, además de partículas de AlN y MnS. La adición de vanadio genera precipitados de VC en la matriz austenítica. Durante el tratamiento de acondicionamiento microestructural se logró transformar la estructura de solidificación dendrítica y segregada a una equiaxial y más uniforme, además de inhibir el crecimiento de grano y retrasar la recrystalización, particularmente durante la laminación en caliente logrando tamaño de grano  $\approx 30 \mu\text{m}$  y dureza de hasta 466 HV. Por otro lado, las curvas de fluencia de compresión en caliente de ambos aceros presentan un comportamiento generalizado de alto esfuerzo a bajas temperaturas y altas

velocidades de deformación. Los aceros LD dúplex presentan una caída abrupta de la curva de fluencia después del esfuerzo pico a bajas temperaturas y bajas velocidades de deformación, lo cual indica inestabilidad de la fluencia plástica asociada a la presencia de fase kappa y ferrita. Los parámetros de modelación obtenidos permiten predecir con buena exactitud las curvas de fluencia, particularmente en los aceros LD austeníticos y altas temperaturas. Las muestras deformadas bajo compresión en caliente corroboran que la fracción recristalizada aumenta con la temperatura, además del retraso de la recristalización dinámica por efecto del vanadio. Finalmente, se ha encontrado que la adición de vanadio como elemento microaleante a aceros LD, genera un efecto de retraso/supresión de la precipitación de la fase kappa, lo cual se ve reflejado en valores de resistencia inferiores.

Palabras clave: Vanadio; Deformación; Dureza; Ductilidad; Precipitación; Densidad

## Abstract

The Low-Density steels (LD) possess an excellent combination of physical and mechanical properties that allow structural applications in the automotive industry, the aeronautical and military sectors. These materials have an ultimate tensile strength (UTS) of up to 1500 MPa, elongation of more than 60% and a reduction in weight of up to 20%. The main physical and mechanical properties obtained in these steels depend significantly on the heat and thermo-mechanical treatment, particularly during hot plastic deformation, where dynamic recrystallization is a very important mechanism that controls the resulting mechanical properties. Also, the presence of precipitates can inhibit grain growth and promote nucleation during recrystallization. The main objective of this research work is to determine the effect of vanadium as a microalloying element during the hot deformation of LD steels. For this purpose, austenitic and duplex LD steels with and without vanadium (0.2 wt.%) were manufactured in a vacuum induction furnace, which were microstructurally conditioned in order to remove the dendritic structure and obtain a grain refinement through heat and thermo-mechanical treatments of homogenization, hot-rolling, solubilization and aging. Uniaxial hot-compression tests were carried out in a temperature range of 700 to 1000 °C and strain rates of 0.0005 to 0.1 s<sup>-1</sup>. Hot flow curves were modeled using physically based mathematical models that govern the hot flow behavior (Kocks, Estrin, Mecking, Bergstrom, Avrami and Sellars models). In general, the results obtained indicate that duplex LD steels show an important acceleration of the transformation of austenite under isothermal (TTT) and continuous cooling (CCT) conditions with respect to austenitic steels. Both steels exhibit austenite as the main phase, in addition to AlN and MnS particles. The addition of vanadium generates VC precipitates in the austenitic matrix. During the microstructural conditioning treatment, the segregated and dendritic solidification structure was transformed to equiaxial and more uniform one, in addition to inhibiting grain growth and delaying recrystallization, particularly during the hot-rolling stage, in which grain size  $\approx 30 \mu\text{m}$  and hardness up to 466 HV were obtained. On the other hand, the hot-compression flow curves of both LD steels show a generalized behavior of high stress at low temperatures and high strain rates. Duplex LD steels show an abrupt drop in the flow curve after peak stress at low temperatures and low strain rates, which indicates instability of plastic flow associated with the presence of kappa phase and ferrite. The modeling parameters obtained allow the flow curves to be predicted with good accuracy, particularly in the austenitic LD steels and at high temperatures. The samples deformed under hot-compression corroborate that the

recrystallized fraction increases with temperature, as well as a dynamic recrystallization delay due to the vanadium addition. Finally, it has been found that the vanadium addition as a microalloying element to LD steels generates a delay/suppression effect of the precipitation of the kappa phase, which is reflected in lower strength values.

## CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros avanzados de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C son materiales con excelentes propiedades de resistencia, ductilidad y baja densidad, que surgen a partir del diseño y de los tratamientos térmicos y termo-mecánicos aplicados. Estos aceros LD se clasifican en cuatro categorías: i) ferríticos, ii) austeníticos, iii) dúplex-ferríticos y iv) dúplex-austeníticos. Las fases principales son: ferrita, austenita y carburos- $\kappa$ , lo que hace que las aplicaciones de aceros avanzados LD sean versátiles en los sectores automotriz, aeronáutico y militar. El interés sobre los aceros de baja densidad está resurgiendo, ya que una reducción del 10% en la densidad de los aceros puede competir en aplicaciones automotrices, en las que los requisitos críticos son resistencia y formabilidad. En el presente proyecto de investigación se estudian aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C austeníticos y dúplex, de referencia y microaleados con vanadio. El enfoque principal es determinar el efecto del vanadio como elemento microaleante sobre el comportamiento de la deformación plástica en caliente mediante ensayos de compresión uniaxial a diferentes temperaturas (700, 800, 900 y 1000 °C) y velocidades de deformación (0.0005, 0.001, 0.01 y 0.1 s<sup>-1</sup>) y modelación de las curvas esfuerzo-deformación verdaderas mediante ecuaciones constitutivas de base física. Específicamente este estudio hace énfasis en el efecto del vanadio sobre los mecanismos de fluencia en caliente de aceros LD austeníticos (Fe-28Mn-8Al-1C) y dúplex (Fe-12Mn-8Al-1C), como son: el endurecimiento, ablandamiento, cinética de recristalización dinámica, inhibición de tamaño de grano, efectos de relajación de esfuerzos, así como la descomposición de la austenita en ferrita y fase kappa. Diferentes técnicas de caracterización metalográfica, estructural y mecánica han sido empleadas para determinar los efectos antes mencionados, tales como: microscopía óptica (LOM) y microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS) para determinar fases presentes, morfología y tamaño de grano, partículas precipitadas y segundas fases; difracción de rayos-X (DRX) para determinar la naturaleza y transformación de fases; y ensayos de microdureza Vickers y tracción uniaxial a temperatura ambiente para determinar las propiedades mecánicas (resistencia a la cedencia, resistencia máxima y % de elongación).

## 1.1 Objetivos

### 1.1.1 Objetivo general

Determinar el efecto del vanadio como elemento microaleante sobre el comportamiento de la fluencia en caliente de aceros avanzados de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C.

### 1.1.2 Objetivos particulares

- Diseñar, fundir y colar aceros de baja densidad austeníticos y dúplex microaleados con vanadio en horno de inducción al vacío.
- Predecir propiedades termodinámicas, termo-físicas, mecánicas, diagramas de fase en equilibrio y metaestables, así como diagramas de transformación.
- Diseñar y aplicar tratamientos térmicos y termo-mecánicos (homogenización, laminación en caliente, solubilización y envejecimiento) para mejorar la microestructura y propiedades mecánicas.
- Realizar ensayos de compresión uniaxial en caliente a diferentes temperaturas (700, 800, 900 y 1000°C) y velocidades de deformación (0.0005, 0.001, 0.01 y 0.1 s<sup>-1</sup>), para determinar el comportamiento de la fluencia plástica en caliente.
- Modelar las curvas de fluencia en caliente experimentales mediante la aplicación de ecuaciones constitutivas de base física.
- Caracterizar microestructuralmente mediante microscopía óptica (LOM), microscopía electrónica de barrido (SEM y EDS) y difracción de rayos-X (DRX).
- Determinar las propiedades mecánicas por medio de ensayos de microdureza Vickers y tensión uniaxial.

## **1.2 Justificación**

Los aceros avanzados de baja densidad (LD) poseen características muy singulares en términos de propiedades mecánicas, ya que presentan alta resistencia y elevada ductilidad, además de una reducción de densidad de hasta un 20% respecto a los aceros convencionales. Sin embargo, existe muy poca información en literatura especializada sobre el comportamiento a la deformación plástica en caliente de aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C, particularmente del efecto del vanadio como elemento microaleante. Por otro lado, las tendencias actuales de manufactura apuntan a que las propiedades mecánicas finales de los productos fabricados de aceros se obtengan durante el proceso de conformado en caliente. Asimismo, las regulaciones ambientales para la emisión de gases hacen imperiosa la necesidad de disminuir el consumo de combustibles mediante el aligeramiento de vehículos, estructuras, etc. Bajo este panorama, la investigación y desarrollo de aceros avanzados LD está acorde a las nuevas políticas energéticas y ecológicas, enfocadas a disminuir el consumo de combustibles, que ayudan a mitigar el problema de contaminación ambiental.

### 1.3 Hipótesis

Los argumentos principales en los que se basa esta hipótesis son: i) Los aceros avanzados de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C se caracterizan por una excelente relación resistencia-alargamiento y baja densidad. Los principales mecanismos de endurecimiento de este sistema son por solución sólida y precipitación de partículas de segundas fases, tales como las fases kappa, B2 y DO3, ii) La fase kappa precipita por nucleación y crecimiento durante el tratamiento térmico isotérmico de envejecimiento, pero también por precipitación inducida por deformación durante el tratamiento termo-mecánico, iii) Los principales mecanismos de deformación plástica en caliente de aceros LD comprenden endurecimiento, ablandamiento y recrystalización dinámica. Particularmente la recrystalización dinámica (continua o discontinua) está influenciada por la presencia de partículas precipitadas de segundas fases, y iv) El vanadio adicionado como elemento microaleante (< 0.2 % en peso) en aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) genera endurecimiento por solución sólida y precipitación, así como inhibición del tamaño de grano. En particular, durante las etapas sucesivas de deformación plástica en caliente los precipitados de vanadio promueven la nucleación y retrasan el crecimiento de granos recrystalizados dinámicamente.

En base a lo argumentado previamente se espera que la adición del vanadio a los aceros LD austeníticos y dúplex genere un endurecimiento adicional al generado por la presencia de fases kappa, B2 y DO3. Asimismo, se esperan los siguientes efectos durante la deformación plástica en caliente: i) Aumento del esfuerzo pico y de estado estable, ii) Adelanto del inicio de la recrystalización dinámica, iii) Retraso de la cinética de recrystalización, iv) Aumento del grado refinamiento de granos recrystalizados, y v) Generación de carburos kappa nanométricos distribuidos uniformemente al interior de granos.

#### **1.4 Metas científicas/tecnológicas**

- i) Aportar nuevo conocimiento sobre los mecanismos de endurecimiento, ablandamiento y recristalización dinámica durante la deformación plástica en caliente de los aceros avanzados LD microaleados con vanadio.
- ii) Obtener una reducción de densidad de los nuevos aceros LD  $\geq 15\%$  respecto a aceros convencionales.
- iii) En general, obtener ultra-alta resistencia  $\geq 1000$  MPa y alargamiento  $\geq 50\%$ . Para aceros microaleados con vanadio resistencia  $\geq 15\%$  respecto a los no microaleados.
- iv) Obtener tamaño de grano  $\leq 50$   $\mu\text{m}$ .
- v) Obtener un incremento de esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable durante la deformación en caliente  $\geq 10\%$  por la adición de vanadio en los aceros LD.
- vi) Obtener un incremento de la energía de activación para la recristalización  $\geq 20\%$  por la adición de vanadio en los aceros LD.
- vii) Obtener un aumento del grado de recristalización  $\geq 20\%$  durante la fluencia en caliente por la adición de vanadio.
- viii) Establecer los parámetros óptimos de la deformación en caliente para el procesamiento industrial de estos aceros.

## CAPITULO 2. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

### 2.1 Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS)

#### 2.1.1 Generalidades

Los aceros AHSS son aceros que dependen de la constitución de la fase y pueden presentar precipitación, envejecimiento, deformabilidad o efectos de plasticidad como TRIP (plasticidad inducida por transformación), TWIP (plasticidad inducida por maclaje), SIP (plasticidad inducida por bandas de corte) y MBIP (plasticidad inducida por microbandas de corte) que conlleva al endurecimiento del material. El sector automotriz encuentra un amplio uso en los aceros avanzados debido a su excelente combinación de resistencia, conformabilidad, reciclabilidad y capacidad de soldadura [1].

#### 2.1.2 Generaciones de aceros avanzados de alta resistencia

En la Figura 2.1 se muestra el gráfico de resistencia y elongación de las distintas generaciones de los aceros avanzados, en donde se puede comparar el avance en cuanto a propiedades mecánicas de estos aceros.

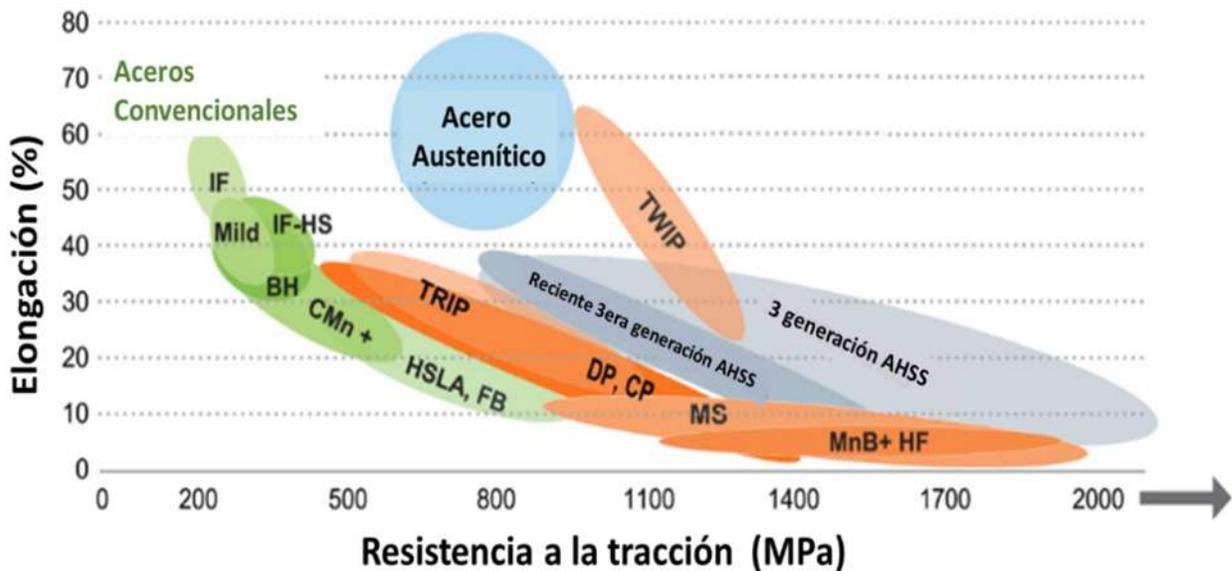


Figura 2.1 Gráfico de resistencia y elongación de las distintas generaciones de aceros avanzados [1].

### **2.1.2.1 Aceros de primera generación**

Los aceros avanzados de primera generación son aceros convencionales (HSS), los cuales presentan únicamente una estructura ferrítica y poseen una resistencia entre 210-550 MPa y también una alta ductilidad. Dentro de esta generación se incluyen los aceros de bajo contenido de carbono, aceros libres de intersticiales (IF), aceros endurecidos (BH) y aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA), por lo que se emplean principalmente en carrocerías de vehículos.

### **2.1.2.2 Aceros de segunda generación (TWIP-TRIP)**

Los aceros avanzados de segunda generación también se conocen como aceros avanzados de alta resistencia (AHSS). A diferencia de los aceros de primera generación estos presentan más fases en su microestructura, por lo que sus propiedades físicas y mecánicas dependerán de los procesos de fabricación, tratamientos térmicos y/o termo-mecánicos que se apliquen. Las principales fases obtenidas son: ferrita, austenita, martensita o bainita, donde la bainita y martensita generan una mayor resistencia y elasticidad que los HSS [1].

### **2.1.2.3 Aceros de tercera generación**

Los aceros de tercera generación aseguran una parte importante de la austenita retenida, ya que transforma en martensita durante el proceso de conformado, mejorando así su ductilidad y resistencia en comparación con los aceros de segunda generación. Estos aceros pueden conformarse en frío para obtener geometrías complejas. Asimismo, proporcionan la posibilidad de obtener una resistencia aun mayor que la de los aceros de segunda generación. El aumento de ductilidad se obtiene incrementando el contenido en los elementos aleantes. Esto presenta algunos desafíos en cuanto a la soldabilidad y el problema de fragilización por hidrógeno [1].

## **2.2 Aceros avanzados de baja densidad**

Los aceros avanzados de baja densidad (LD), son aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C que presentan una combinación de excelentes propiedades mecánicas y físicas. La baja densidad debida al alto contenido de aluminio, combinada con la elevada resistencia que presentan, los cataloga en la familia de los aceros avanzados de ultra alta resistencia (arriba de 700 MPa) como son: los aceros doble fase (DP, Dual Phase), los aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP), los

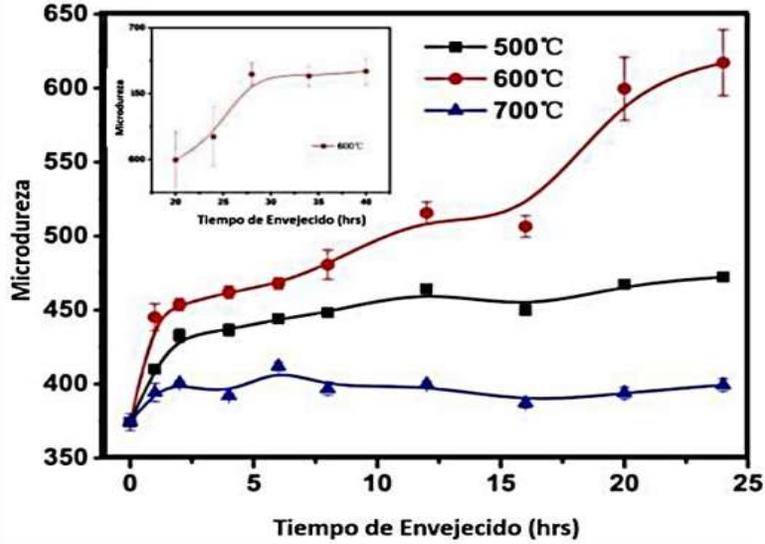
aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP), y los aceros martensíticos entre otros. Además de la alta ductilidad que poseen de hasta un 60 % sin llegar a la fractura, los convierte en aceros competitivos para diversas aplicaciones innovadoras en los diferentes sectores industriales. Los aceros avanzados LD se clasifican en cuatro tipos de acuerdo con su microestructura y composición química: aceros avanzados LD austeníticos, ferríticos, dúplex base austenita y dúplex base ferrita.

### ***2.2.1 Efecto del contenido de Al sobre la densidad***

Al agregar elementos con una densidad menor al Fe ( $7.8 \text{ g/cm}^3$ ) tales como Al ( $2.7 \text{ g/cm}^3$ ), Si ( $2.3 \text{ g/cm}^3$ ), Mn ( $7.2 \text{ g/cm}^3$ ) y Cr ( $7.19 \text{ g/cm}^3$ ) se logra disminuir la densidad del sistema de aleación. Pero es debido a la presencia del Al que se logra disminuir considerablemente el peso, que va de entre el 15 y 20 % respecto a la densidad del Fe puro. El incremento en el contenido de Al y la fracción de ferrita contribuye a disminuir la densidad, debido al bajo peso atómico del Al comparado con el del Fe, así como la diferencia en densidad de la austenita (FCC) con la ferrita (BCC).

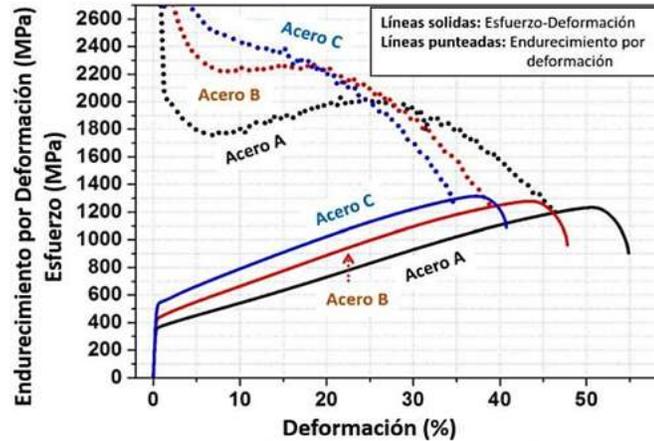
### ***2.2.2 Propiedades mecánicas***

Los aceros avanzados LD alcanzan una resistencia máxima de hasta 1500 MPa y un porcentaje de elongación superior al 60%. La resistencia al impacto de los aceros austeníticos LD se reduce en gran medida en las condiciones de endurecimiento por envejecimiento e influye significativamente la velocidad de enfriamiento después del solubilizado. You y col. [2] realizaron ensayos de impacto en un acero LD austenítico Fe-30Mn-10Al-1C-1Si, en condición de solubilizado y el acero presentó una alta energía de impacto de  $200 \text{ J/cm}^2$  y una resistencia a la fractura dinámica de más de  $700 \text{ kJ/m}^2$ . Para el tratamiento de envejecimiento a  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  reportaron una dureza promedio de 400 HV. A  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  después de 12 horas de envejecimiento se observó un aumento en la dureza y un endurecimiento secundario, debido a la formación de la fase Mn- $\beta$ . La dureza se estabilizó dentro de las 28 h de envejecimiento alrededor de 660 HV. En la Figura 2.2 se muestra la gráfica del tiempo de envejecimiento en relación con la microdureza para el acero LD austenítico Fe-30Mn-10Al-1C-0.1Si.



**Figura 2.2** Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecido 500, 600 y 700 °C para el acero LD austenítico Fe-30Mn-10Al-1C-0.1Si [2].

Por otro lado, Mapelli y col. [76] realizaron ensayos de microdureza Vickers para aceros avanzados LD, con composiciones (en % en masa) de (10-20-30)Mn-(9-12)Al-(0.4-1)C después de aplicarles un tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. Obtuvieron valores de microdureza desde 216 HV para un acero austenítico 30Mn-9Al-1C, hasta 403 HV para un acero dúplex 10Mn-12Al-1C. Es importante señalar que después de tiempos largos de envejecimiento, la fase Mn- $\beta$  puede encontrarse en límites de grano de la austenita- $\gamma$  a temperaturas de 500 y 700 °C, lo cual tiende a disminuir drásticamente el límite elástico y genera fragilización en el sistema. Moon y col. [3] estudiaron el comportamiento del tratamiento térmico de envejecimiento y las propiedades mecánicas de los aceros de baja densidad microaleados con V y Nb del sistema Fe-30Mn-9Al-0.9C. Los aceros base se envejecieron a 550 °C durante distintos periodos de tiempo reportándose que las curvas esfuerzo-deformación de las muestras solubilizadas (Figura 2.3) de las distintas aleaciones antes del envejecimiento mostraron que la adición de Nb y/o V mejora la resistencia mediante el refinamiento del grano y el endurecimiento por precipitación.



**Figura 2.3** Curvas esfuerzo-deformación verdaderas con su correspondiente velocidad de endurecimiento por deformación en función del esfuerzo verdadero de muestras solubilizadas de aceros LD: Acero A (Fe-31.5Mn-8.7Al-0.8C, Acero B (Fe-31.6Mn-8.6Al-0.86C-0.5V) Acero C (Fe-31.5Mn-8.5Al-0.88C-0.5V-0.033Nb) [3].

Choo y col. [4] reportaron un excelente alargamiento del 78% combinado con una resistencia a la tensión de 881 MPa en un acero tríplex (otro nombre que se le suele dar a los aceros ligeros) Fe-18Mn-10Al-1.2C (% en masa) conteniendo carburo- $\kappa$  debido al mayor contenido de C, mientras que la aleación con un contenido menor de C (0.8 % en masa) presentó esencialmente una microestructura dúplex y mayor resistencia, pero una menor elongación. Aunque en ambos aceros se produjo acritud, la ductilidad del acero tríplex fue mayor debido a la plasticidad inducida por microbandas (MBIP) generada en la austenita por la presencia de los carburos- $\kappa$  y la adición de Nb.

### 2.2.3 Aplicaciones de los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C

Los aceros de baja densidad tienen una amplia aplicación en sectores industriales de construcción, automoción, aeronáutica, militar y muchos otros campos, los cuales requieren de materiales con una combinación de resistencia, ductilidad y ligereza. Rana y col. [5] reportaron una simulación virtual de ingeniería asistida por computadora (CAE), donde todas las láminas de acero HSLA utilizadas en el automóvil fueron reemplazadas por un acero ferrítico de baja densidad Fe-3.3Mn-6.57Al (% en masa). El acero de baja densidad seleccionado tuvo una densidad de 7.27 g/cm<sup>3</sup> y un módulo de Young de 181 GPa. Debido a esto se logró reducir la masa del sistema un 10.8 % en cuanto a aceros austeníticos convencionales. Sin embargo, estos aceros tienen muchos problemas

que deben abordarse antes de que puedan ser aplicados en la industria automotriz. Por ejemplo, el alto contenido de carbono ha dificultado la soldadura de estructuras automotrices y su alto costo de producción también es un obstáculo para su aplicación. Por otro lado, Aperador y col. [78] evaluaron la resistencia a la corrosión de aceros del sistema Fe-Mn-Al, demostrando que esta resistencia es similar a la de los aceros convencionales del sistema Fe-Cr-Ni, en donde el Al juega un papel importante similar al del Cr, al generar una capa protectora contra la corrosión. Estas propiedades crean aplicaciones potenciales en el área biomédica, ya que la corrosión puede afectar drásticamente la biocompatibilidad en implantes y en las estructuras que integran las prótesis. Además, es importante mencionar la aplicación para la fabricación de recipientes para la manipulación de sustancias a temperaturas criogénicas, ya que estos aceros presentan alta tenacidad aun a bajas temperaturas.

#### ***2.2.4 Impacto/justificación de los aceros de baja densidad***

Los aceros de baja densidad (LD) han demostrado un incremento favorable en las propiedades físicas y mecánicas, ya que presentan una relación de alta resistencia y elevada ductilidad además de una reducción en densidad de hasta 18%. El desarrollo de estos aceros favorece las políticas energéticas y ambientales, enfocadas a la reducción de cantidad en combustibles fabricando maquinaria y automóviles más ligeros. Enfocándose en el área automotriz, se requieren materiales más dúctiles, resistentes y de gran capacidad de absorción de energía para disminuir el impacto en términos de choques y colisiones, garantizando una mayor seguridad en los usuarios.

### **2.3 Metalurgia física de los aceros avanzados de baja densidad**

#### ***2.3.1 Fase austenita***

La fase austenita en los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C se caracteriza por presentar una mayor resistencia mecánica que los aceros avanzados LD ferríticos, en otras palabras, son los aceros LD más prometedores en términos de propiedades y procesamiento. Las propiedades de tracción de los aceros LD austeníticos son similares a la de los aceros TWIP de alto Mn. En primer lugar, el endurecimiento por solución sólida juega un papel importante en el fortalecimiento de los aceros Fe-Mn-Al-C debido a las altas cantidades de elementos de aleación C, Al y Mn presentes en estos aceros. Especialmente, el C disuelto intersticialmente aumenta sustancialmente la

resistencia de cualquier aleación del sistema Fe-Mn-Al-C. En la condición de solubilizado, todos los elementos de aleación Mn, C y Al se disuelven en la austenita FCC. La presencia de Al en una solución sólida de austenita aumenta ligeramente el límite elástico ( $<10$  MPa/% en peso de Al) [6-7]. El refinamiento de grano es otro mecanismo de fortalecimiento que puede aplicarse para aleaciones de Fe-Mn-Al-C no endurecibles por envejecido. El tamaño de grano austenítico se puede refinar mediante una combinación de laminado en frío y recocido de recristalización estática. El efecto del tamaño de grano austenítico en las propiedades de tracción se ha determinado sobre la base de la relación de Hall-Petch, utilizando los siguientes parámetros: resistencia inicial  $\sigma_0 = 288$  MPa y el parámetro Hall-Petch  $K = 461 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$  para la resistencia a la cedencia, y resistencia inicial  $\sigma_{\text{uts}} = 742$  MPa y  $K = 351 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$  para una resistencia a la tracción máxima [8].

### **2.3.2 Fase ferrita**

Los aceros ferríticos del sistema Fe-Al, contienen una gran cantidad de Al y una pequeña cantidad de C ( $<0.03\%$ ). Debido a esto, no hay una transformación  $\alpha \rightarrow \gamma$  durante la aplicación de tratamientos térmicos. La fase ferrita con estructura cristalina bcc, está dada por ferrita- $\delta$ , la cual se produce directamente a partir del líquido durante el proceso de solidificación. El Al no solo extiende la región de ferrita a altas temperaturas, sino que también aumenta la temperatura de recristalización de la ferrita. El tamaño de grano de la ferrita- $\delta$  no puede refinarse suficientemente mediante recristalización dinámica durante la deformación en caliente o recristalización estática. Por lo tanto, la ferrita- $\delta$  se deforma a lo largo de la dirección de laminación y forma estructuras bandeadas con cierto grado de recristalización [9]. La ferrita- $\delta$  de solidificación generalmente tiene una estructura columnar. En el proceso de enfriamiento posterior, pueden formarse carburos- $\kappa$  gruesos a lo largo de los límites del grano de ferrita- $\delta$  siempre y cuando la velocidad de enfriamiento sea lenta [10].

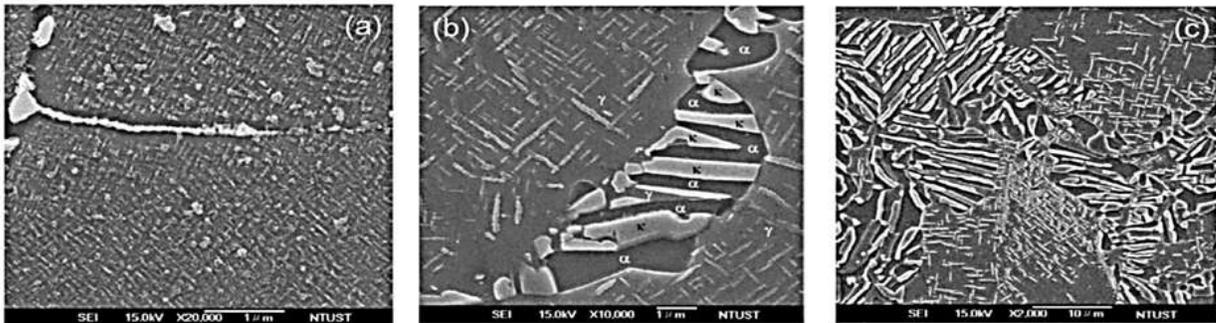
### **2.3.3 Fase kappa**

La fase kappa es un precipitado, también denominada segunda fase, que se genera principalmente durante el tratamiento térmico de envejecimiento, y se caracteriza por elevar bastante la dureza del material en sistemas de aleación Fe-Mn-Al-C siendo su composición  $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$  con estructura cristalina fcc y ordenamiento tipo  $L'1_2$ , donde los átomos de aluminio ocupan cada esquina, los

átomos de hierro y manganeso se ubican en las caras y el átomo de carbono se encuentra en el centro de la celda unitaria (sitio octaédrico).

Alekseenko y col. [11], reportaron dificultades al usar difracción de rayos-X y análisis metalográfico para realizar el análisis cuantitativo de los carburos- $\kappa$  en la fase austenita. Por lo tanto, se propuso el método magnético (magnetización de saturación) para analizar cuantitativamente el carburo  $(\text{Fe, Mn})_3\text{AlC}_x$ . La primera forma de los precipitados de carburos- $\kappa$  es muy fina (nanométrica) y distribuida homogéneamente a lo largo de la matriz. La presencia de estos precipitados influye significativamente en la generación y movimiento de dislocaciones durante la deformación plástica. En el proceso de enfriamiento, se pueden formar carburos- $\kappa$  gruesos a lo largo de los límites del grano de la ferrita- $\delta$  siempre y cuando la velocidad de enfriamiento sea lenta. Los carburos- $\kappa$  en la matriz ferrítica son semi-coherentes y tienen forma de láminas gruesas y alargadas [12].

En la Figura 2.4 se observan dos tipos de carburos- $\kappa$  en aceros austeníticos Fe-Mn-Al-C envejecidos a temperaturas entre 500-900 °C: el carburo- $\kappa'$  es intragranular y el carburo- $\kappa^*$  es intergranular.



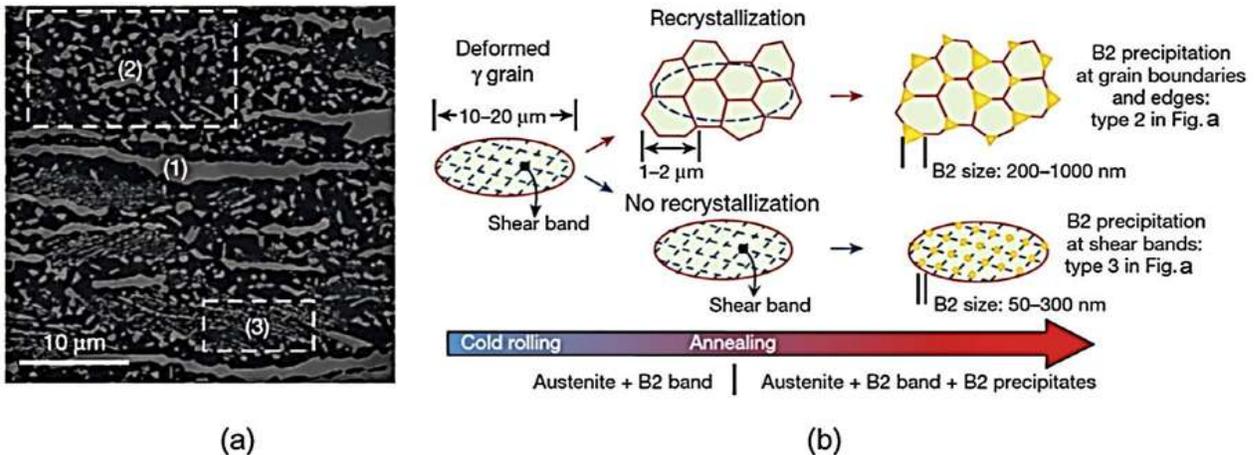
**Figura 2.4** Acero austenítico del sistema Fe-18Mn-7Al-0.85C, donde se muestra el crecimiento de los carburos- $\kappa$  en austenita y la evolución de los carburos- $\kappa$  ( $\kappa$ - $\gamma$ - $\alpha$ ) en los límites de grano después de un tratamiento térmico a 700 °C durante distintos periodos de tiempo (a) 1 h, (b) 25 h, (c) 100 h. [13].

Se considera que el carburo- $\kappa$  intragranular ( $\kappa'$ ) produce endurecimiento por envejecido elevando significativamente el límite elástico [14]. Sin embargo, el carburo- $\kappa$  intergranular ( $\kappa^*$ ) es mucho más grueso y puede dar lugar a una pérdida severa en la ductilidad [15]. Los efectos de la

temperatura de envejecimiento en la formación de los carburos- $\kappa$  se pueden dividir en dos rangos: i) 450-650 °C: Cuando la aleación envejece dentro de este rango de temperatura, los carburos- $\kappa'$  precipitan de manera coherente dentro de la matriz austenítica. El tamaño de los carburos- $\kappa'$  es de aproximadamente 200-500 Å dependiendo de la composición química, la temperatura de envejecimiento y el tiempo de envejecimiento, ii) 650-800 °C: Los carburos- $\kappa$  precipitan no solo de manera coherente dentro de la matriz de austenita, sino también en los límites de grano en forma de partículas más gruesas. Cuanto mayor es la temperatura de envejecimiento, mayor es la cantidad de carburos- $\kappa^*$  en límite de grano. Además de la precipitación de carburos- $\kappa^*$ , también se observa que los precipitados de Mn- $\beta$  que se forman en los límites del grano mediante la transformación de  $\kappa \rightarrow \alpha + \text{Mn-}\beta$  cuando se aplica un tiempo muy largo en el tratamiento térmico de envejecimiento.

### 2.3.4 Fases B2 y DO3

La fase B2 es un precipitado que se genera debido al tratamiento térmico de recocido. Conforme aumenta la temperatura, y/o el tiempo crecerá el tamaño de estos precipitados, y tienden a alojarse en los límites de grano. Su composición química es FeAl. En las microestructuras dúplex ( $\delta + \gamma$ ), la ferrita- $\alpha$  se forma preferentemente a partir de la ferrita- $\delta$  existente [16]. La ferrita se puede transformar en estructuras B2 (FeAl) o DO3 (Fe<sub>3</sub>Al) a temperaturas más bajas debido a los altos contenidos de Al. En la Figura 2.5 se observa la evolución de la microestructura de un acero dúplex durante el proceso de recocido, donde precipita la fase B2.



**Figura 2.5** a) Microestructura de un acero del sistema Fe-15Mn-10Al-0.86C-5Ni después de laminado en frío con una reducción del 70% y recocido a 900 °C durante 2 min. b) Esquema que ilustra el mecanismo de formación de precipitados B2 transformados a partir de ferrita (a): partículas B2 transformadas a partir de precipitados en bordes y límites de granos [17].

En un acero Fe-8.0Al-29.0Mn-0.90C-1.5Si, algunas partículas discretas que tienen una mezcla de fases ( $\alpha + \text{DO}_3$ ) se forman a lo largo de los límites de grano de la austenita- $\gamma$  mediante una transición durante el enfriamiento [17].

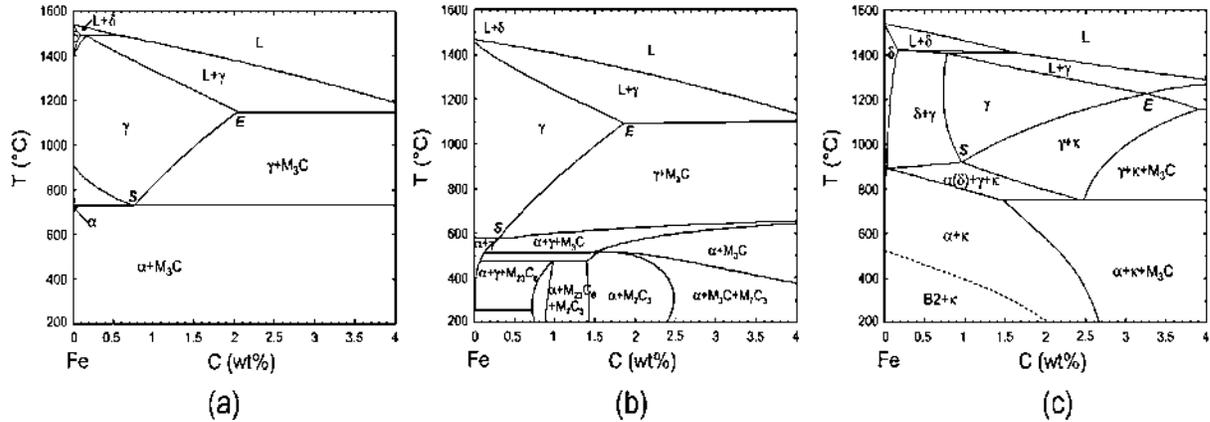
### ***2.3.5 Fase Mn- $\beta$***

La fase Mn- $\beta$  (Fe-Al-Mn) presenta una estructura cúbica simple (SC) A13 y se produce por un sobre-envejecimiento. El mecanismo de transformación de la fase Mn- $\beta$  ocurre mediante descomposición espinodal formando regiones pobres de C y enriquecida en Mn y Al, promoviendo que la ferrita- $\alpha$  nucleee en los límites de grano de la austenita. Una vez que la fase Mn- $\beta$  alcanza un valor crítico, el crecimiento de la ferrita- $\alpha$  se limita debido a que el Al no tiene la misma disponibilidad de difundir desde la matriz austenítica. Por el contrario, la fase Mn- $\beta$  crece constantemente debido a la relación entre Mn- $\beta$  y austenita- $\gamma$ . Después de largos tiempos de envejecimiento la fase Mn- $\beta$  y ferrita- $\alpha$  se promueven durante el tratamiento de envejecimiento, formando islas de Mn- $\beta$  después de largos tiempos de envejecimiento (sobre-envejecimiento) [18-19]. Se sabe que la fase Mn- $\beta$  deteriora significativamente las propiedades mecánicas de las aleaciones alto Mn, causando fragilidad y energía de impacto decreciente [20-21]. Las aleaciones Fe-Mn-Al-C pueden tener fases de carburo- $\kappa$  y Mn- $\beta$  en su microestructura, dependiendo de la composición química y las condiciones del tratamiento térmico. Después de que los carburos- $\kappa$  precipitan dentro de la matriz austenítica en la etapa temprana del envejecimiento isotérmico. Moon y col. [3] estudiaron el comportamiento del tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C con tiempos de hasta 10000 minutos y propiedades mecánicas de los aceros de baja densidad Fe-30Mn-9Al-0.9C con adiciones de V y Nb. Durante el tratamiento térmico de envejecimiento se reportó la formación de fases secundarias gruesas de la mezcla de ferrita y Mn- $\beta$  a lo largo de los límites del grano de austenita después de 10000 minutos de envejecimiento.

### ***2.3.6 Transformaciones de fases y diagramas de equilibrio***

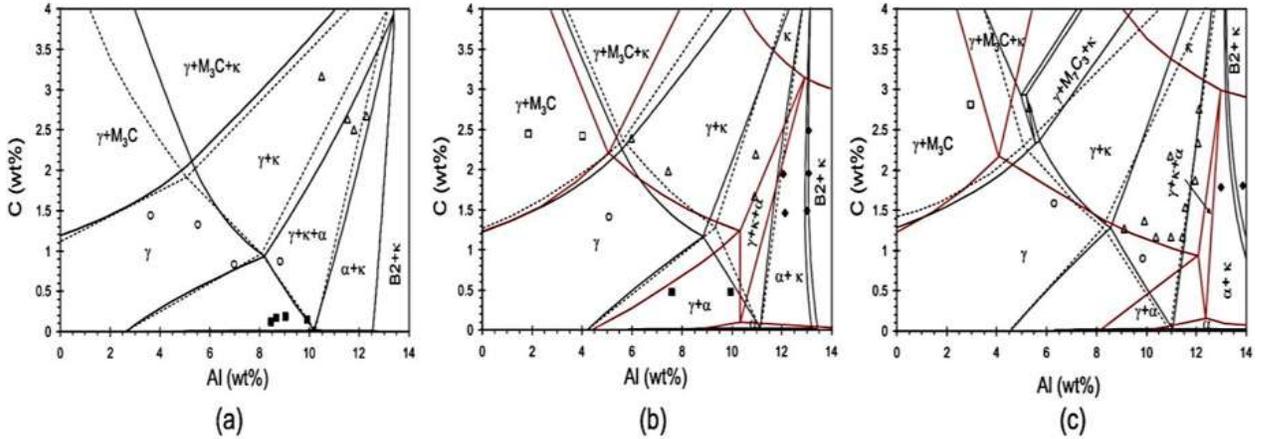
Para estabilizar la fase austenita en el sistema Fe-Al, es necesario agregar elementos como el Mn y el C. Los efectos del Mn y C en la formación de fases han sido estudiados por separado en los diagramas de fase de los sistemas de aleación Fe-Al-Mn y Fe-Al-C [23]. En la Figura 2.6a) se muestra que las fases sólidas son: ferrita ( $\alpha, \delta$ ), austenita ( $\gamma$ ) y cementita ( $\text{M}_3\text{C}$ ). Cuando el Mn es agregado al sistema Fe-C, la alta temperatura peritética cambia gradualmente a medida que varía

el contenido de C y Mn hasta que desaparece, cuando se alcanza un 15% de Mn, tal como se muestra en la Figura 2.6b).



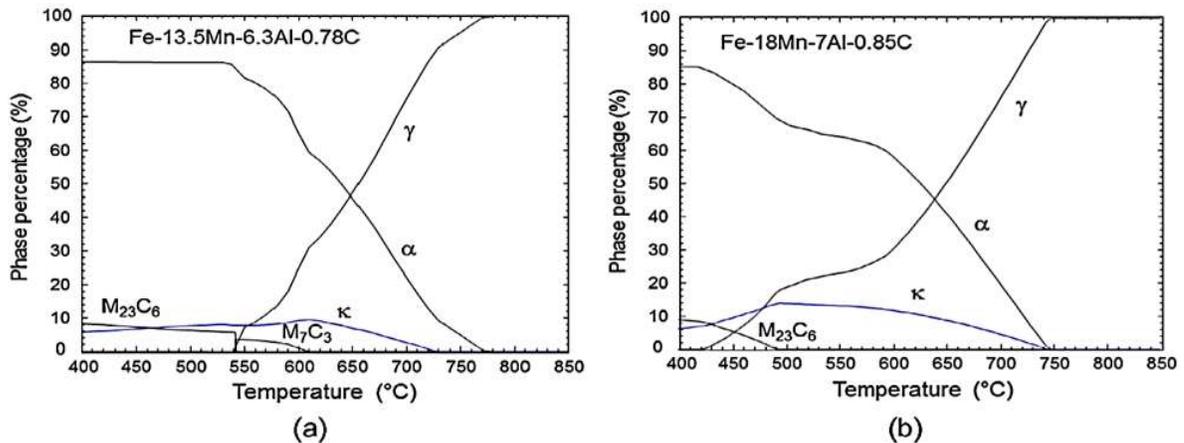
**Figura 2.6** Efectos de la adición de Mn y Al en la fase constituyente y los campos de fase del sistema Fe-C. (a) Fe-C, (b) Fe-15Mn-C y (c) Fe-7Al-C. La línea punteada (c) indica la transición de temperatura de A2 a B2 causado por la adición de Al. [24].

La adición de Al al sistema Fe-C tiene un gran efecto sobre los campos de fase constituyentes, como se muestra en la Figura 2.6c), los rangos de composición y temperatura, para la transformación peritética se amplían, debido a un alto nivel de segregación (micro y macro) el cual puede ocurrir durante el proceso de solidificación. El área ( $\gamma + \delta$ ) se extiende y el área de la fase  $\gamma$  se desplaza hacia la derecha. El equilibrio de fases de un sistema cuaternario de una aleación Fe-Mn-Al-C, ha sido estudiado durante décadas [24-26]. Ishida y col. [25] determinaron diagramas de fase cuaternarios de sistemas de aleaciones Fe-(20,30) Mn-xAl-yC en rangos de temperatura de 900-1200°C. Como se puede observar en los diagramas de la Figura 2.7, están incluidas cuatro fases: ferrita, austenita, cementita y carburo- $\kappa$ . Las microestructuras de las aleaciones dúplex austeníticas en condición de solidificación muestran una mezcla de fases de austenita- $\gamma$  y ferrita- $\delta$ , presentando una estructura dendrítica debido a un alto grado de micro y macro segregación causada por grandes cantidades de elementos de aleación. Buckholz y col. [26] reportaron que el tamaño promedio del grano de la austenita en las zonas columnares oscila entre 100  $\mu\text{m}$  en las paredes del molde y 500  $\mu\text{m}$  en el centro del lingote.



**Figura 2.7** Diagramas de equilibrio del sistema Fe-Mn-Al-C a 900 °C, determinadas experimentalmente (puntos individuales y líneas rojas calculadas mediante FactSage 6.4 (líneas continuas) enfoque basado en CALPHAD (líneas punteadas). (a) Mn = 10%, (b) Mn = 20%, (c) Mn = 30%. Puntos individuales etiquetados por el círculo abierto, triángulo abierto, cuadrado abierto, cuadrado sólido y diamante sólido, indican que las composiciones de la aleación experimental se ubican en  $\gamma$ , ( $\gamma + \kappa$ ), ( $\gamma + M_3C$ ), ( $\alpha + \kappa$ ) y ( $\gamma + \alpha$ ), campos de fase

Cheng y col. [27] realizaron un estudio sistemático mediante FactSage de los diagramas de transformación de fases de dos aleaciones, Fe-13.5Mn-6.3Al-0.78C y Fe-18Mn-7Al-0.85C. Éstos se muestran en la Figura 2.8, donde se puede observar el efecto de la temperatura sobre las proporciones de las fases de equilibrio [24].



**Figura 2.8** Cálculo de las proporciones de las fases en equilibrio en función de la temperatura de los sistemas de aleación (a) Fe-13.5Mn-6.3Al-0.78C; (b) Fe-18Mn-7Al-0.85C. [24]

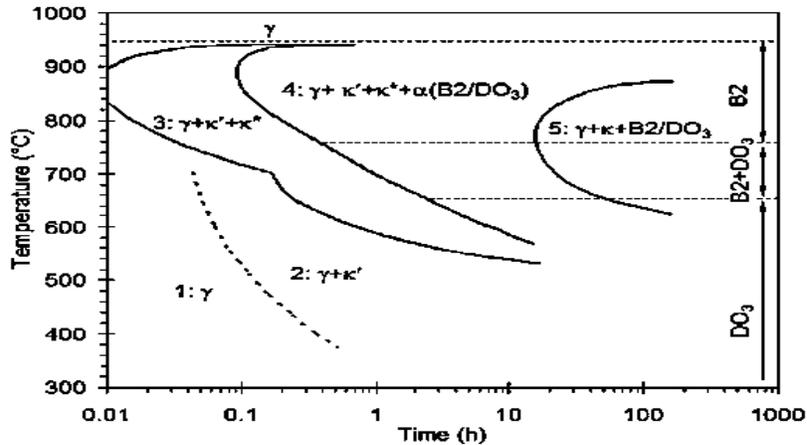
La reacción de la descomposición de la austenita y las fases constituyentes de las muestras después de un tiempo de recocido de 100 h a temperaturas entre 500 y 875 °C, seguido de un tratamiento a 1100 °C por 1 h, fueron examinadas y los resultados se muestran en la Tabla 2.1 [28].

**Tabla 2.1** Fases del sistema Fe-Mn-Al-C a diferentes temperaturas después de un recocido de 100 h y calculado por FactSage [28].

Fe-13.5Mn-6.3Al-0.78C				Fe-18Mn-7Al-0.85C			
Calculated		Experimental		Calculated		Experimental	
Phases	T (°C)						
$\gamma$	>780	$\gamma$	>825	$\gamma$	>750	$\gamma$	>850
$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha$	780-730	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha$	800	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha$	750-745	$\gamma \rightarrow \gamma + \kappa$	850-775
$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa$	730-610	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa$	750-650	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa$	745-495	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa$	775-600
$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	610-540	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	625	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	495-420	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	600
$\gamma \rightarrow \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	540	$\gamma \rightarrow \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	600-550	$\gamma \rightarrow \alpha + \kappa + M_{23}C_6$	420	$\gamma \rightarrow \gamma + \alpha + \kappa$	550

### 2.3.7 Diagramas de precipitación

Los carburos- $\kappa$  intragranulares se refieren a los precipitados producidos homogéneamente dentro de la matriz austenítica. En la Figura 2.9 se muestra el diagrama de las diferentes fases precipitadas que ocurren en los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C [24].



**Figura 2.9** Diagrama TTT de descomposición de la solución sólida  $\gamma$  en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si durante un envejecido isotérmico. Área 1: Descomposición espinodal, área 2: Precipitación homogénea de carburos- $\kappa$ , área 3: Formación de un carburo- $\kappa^*$  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 [24].

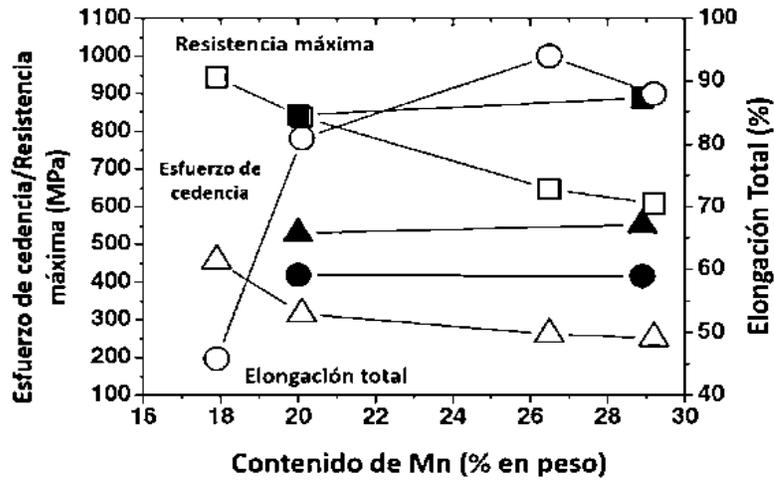
El área 1 (descomposición espinodal) provoca la modulación de C y Al dentro de la austenita [29-30], la cual se descompone de la austenita  $\gamma$ -FCC de alta temperatura a fases de austenita FCC de baja temperatura: pobre en soluto (C y/o Al)  $\gamma'$  y la fase rica en soluto  $\gamma''$ . El área 2 produce una reacción de orden de corto alcance (SRO) tras un enfriamiento adicional a bajas temperaturas, y la austenita FCC rica en soluto  $\gamma''$  transforma en la fase  $L'1_2$ . El área 3 es donde la fase  $L'1_2$ , transforma a carburo- $\kappa'$  debido al ordenamiento de átomos de carbono. El área 4 es cuando la precipitación de carburos- $\kappa$  conduce a la desestabilización de la austenita restante y precipita la ferrita, seguido de la precipitación de Mn- $\beta$ . El área 5 es cuando las fases se encuentran en equilibrio [31].

## 2.4 Efecto de los elementos de aleación en el sistema Fe-Mn-Al-C

### 2.4.1 Efecto del contenido de Mn

Un rol importante que juega el Mn es ser uno de los estabilizadores de la fase austenita en sistemas de aleación Fe-Mn-Al-C. Al aumentar el contenido de Mn, se presenta un aumento de la ductilidad acompañado de una disminución de la resistencia. Estas aleaciones austeníticas muestran una transición de los fenómenos de TRIP (plasticidad inducida por transformación) a TWIP (plasticidad inducida por maclaje) con el contenido creciente de Mn debido a un aumento de la energía de falla de apilamiento, dando como resultado una alta ductilidad a expensas del límite elástico y la velocidad de endurecimiento por deformación [32].

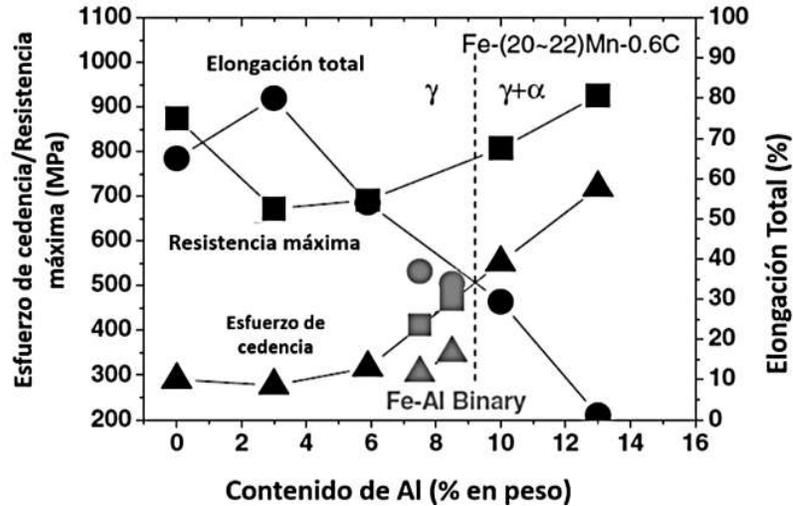
En la Figura 2.10 se presenta el gráfico del comportamiento del sistema Fe-Mn, indicando el esfuerzo de cedencia (triángulos), resistencia máxima (cuadrados) y elongación (círculos), con la variación del contenido de Mn. El Mn tiene poca influencia con la formación de los carburos- $\kappa$  en las aleaciones austeníticas Fe-Mn-Al-C.



**Figura 2.10** Efecto del contenido del Mn en las propiedades mecánicas para las aleaciones: Fe-10Al-1C-Mn (símbolos sólidos) y Fe-3Si-3Al-Mn (símbolos abiertos) [32].

#### 2.4.2 Efecto del contenido de Al

El efecto del contenido de Al en sistemas Fe-Mn-Al-C, donde la fase matriz principalmente es austenita cambia con el contenido de Al a una microestructura dúplex de austenita y ferrita, debido a que el Al es un estabilizador de la ferrita. La adición de Al en cantidades variables entre 3 y 13%, como se muestra en la Figura 2.11, aumenta considerablemente la resistencia (cuadrados) y a su vez disminuye la ductilidad (círculos) en los aceros ferríticos, austeníticos y dúplex. La disminución abrupta de la resistencia a la tracción final (triángulos) con un contenido de Al de 0-3% se atribuye a la supresión del maclaje causado por el aumento de la energía de falla de apilamiento.

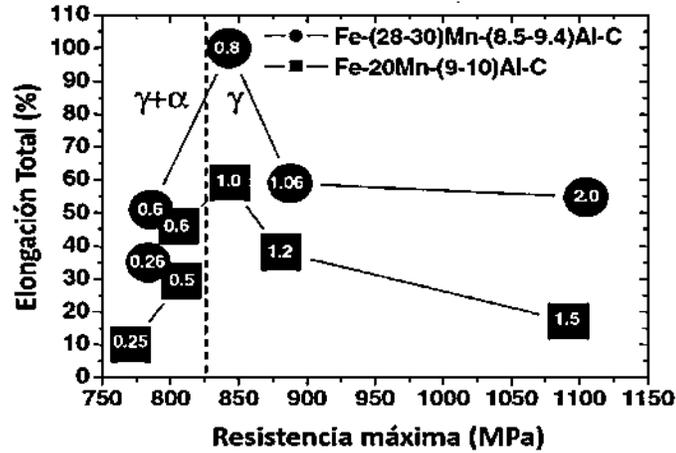


**Figura 2.11** Efecto del contenido de aluminio en las propiedades mecánicas para las aleaciones: Fe-(20-22) Mn-0.6C-Al y aleaciones ferríticas (Fe-Al) [32].

La resistencia aumenta en las aleaciones de Fe- (20-22) Mn-0.6C-Al con un contenido de Al por encima del 3%. Esto se asocia al hecho de que el mecanismo de deformación cambia de maclaje a deslizamiento [32].

### 2.4.3 Efecto del contenido de C

El C es un elemento estabilizador de la austenita, y, por lo tanto, aumenta el rango de formación de la austenita en los aceros. En la Figura 2.12 (números dentro de los símbolos representan el contenido de C) se observa el cambio de resistencia máxima y la ductilidad con la variación del contenido de C de las aleaciones Fe-20Mn-(9-10)Al-C y Fe-(28-30)Mn-(8.5-9.4)Al-C, donde se observa que el primer acero presenta una mayor ductilidad y ligeramente mayor resistencia que el segundo acero con cantidades similares de C. Sin embargo, se observa que la ductilidad es contradictoria a la resistencia. Por ejemplo, la aleación Fe-(28-30)Mn-(8.5-9.4)Al-C con un contenido de C de 0.8 % en masa, presenta mayor ductilidad que la aleación Fe-20Mn-(9-10)Al-C con una resistencia alrededor de 850 MPa [32]. Las mejores propiedades mecánicas se presentan con contenido de C intermedio entre 0.8 y 1 %, y por encima de este valor se presenta una tendencia de disminución, tanto de la resistencia, como de la elongación. En resumen, el contenido de C eleva considerablemente la dureza del sistema, pero limita la ductilidad en distintas composiciones de acuerdo con la cantidad de los elementos aleantes del sistema.



**Figura 2.12** Efecto del contenido de carbono en las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Al-Mn-C (números dentro de los símbolos representan el contenido de C) [32].

Wray [33-34] llevó a cabo ensayos de tracción a diferentes temperaturas para determinar el efecto del C sobre el esfuerzo de fluencia a velocidades de deformación lentas, reportando que al incrementar el contenido de carbono en el acero disminuye el endurecimiento por deformación y el esfuerzo de fluencia.

#### 2.4.4 Efecto del contenido de V

El efecto del V como elemento microaleante en aceros durante la recristalización dinámica es el refinamiento de grano, ya que sus precipitados actúan como elementos nucleantes que se alojan principalmente en los límites de grano, lo cual permite que el grano disminuya su velocidad de crecimiento [87]. El V genera una alta resistencia a la corrosión, además de un tamaño de grano fino, mejorando la tenacidad del acero. La información de efecto del contenido del V como elemento microaleante en los aceros avanzados LD es muy escasa y se encuentra en plena investigación y desarrollo, por lo que se indican a continuación los efectos del V como elemento microaleante en aceros convencionales. En general, aporta dureza y ayuda al refinamiento de grano, incrementando la tenacidad y la resistencia a la fatiga. Moon y col. [3] estudiaron el comportamiento del Nb y V como elementos microaleantes en un acero LD austenítico del sistema Fe-Mn-Al-C en muestras en condición de tratamiento térmico de solubilizado y reportan un refinamiento de grano y endurecimiento debido a la precipitación de carburos de vanadio (VC).

## 2.5 Aspectos metalúrgicos de la fluencia plástica en caliente

### 2.5.1 Descripción de la curva de fluencia plástica en caliente

Las curvas de fluencia plástica son representaciones gráficas de esfuerzo en función de la deformación plástica y reflejan el comportamiento que experimenta el material durante el proceso de deformación en caliente. En la Figura 2.13a) se presentan las tres etapas de las curvas esfuerzo-deformación durante la fluencia plástica en caliente, las cuales son: **i) Etapa de endurecimiento y recuperación dinámica**, **ii) Etapa de ablandamiento y recrystalización dinámica**, donde se presenta una caída de la curva debido al mecanismo de recrystalización dinámica, y **iii) Etapa de esfuerzo pico y de estado estable** [35]. La primera etapa de endurecimiento y restauración dinámica describe un mecanismo importante, el cual consiste en el incremento de la densidad de dislocaciones a medida que el material es deformado, ocasionando una resistencia cada vez mayor. A esto se le conoce como endurecimiento por deformación. La caída de esfuerzo en la etapa de ablandamiento y recrystalización dinámica puede ser continua y se presenta de pico simple, o discontinua en forma de oscilaciones, también llamado comportamiento cíclico o de pico múltiple (Figura 2.13b). Ambos casos dependen de las condiciones de deformación como son, temperatura, cantidad de deformación y velocidad de deformación, así como de la composición del material.

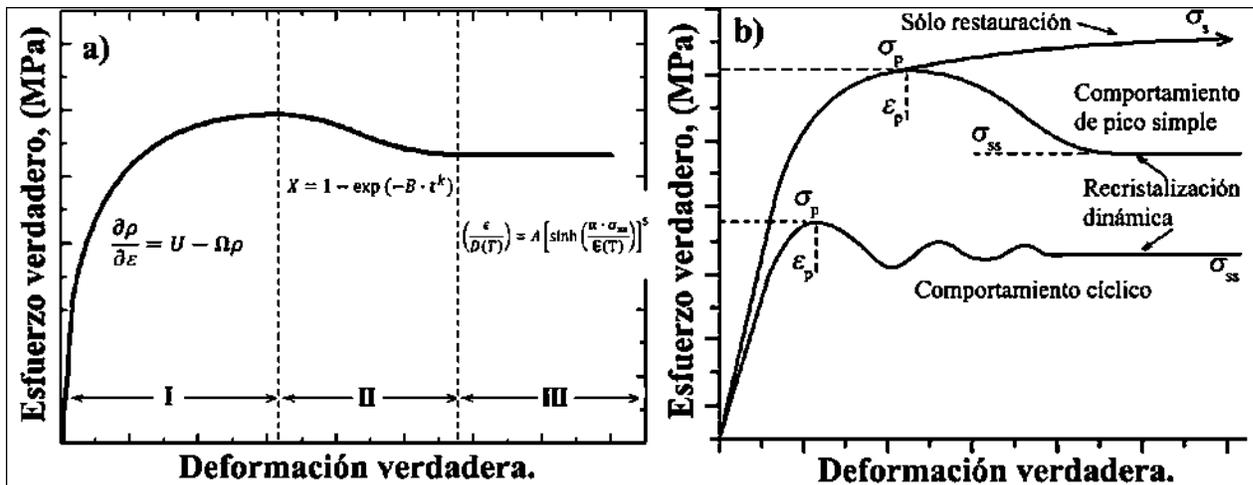


Figura 2.13 Etapas de fluencia plástica en caliente [35].

La etapa de ablandamiento o recristalización dinámica consiste en la nucleación y crecimiento de granos recristalizados, lo que permite la aniquilación de dislocaciones generadas durante la etapa de endurecimiento y recuperación dinámica. La etapa de esfuerzo pico y de estado estable genera un cambio microestructural a una escala permanente y durante el resto de la deformación, alcanzándose un estado de equilibrio dinámico entre endurecimiento y ablandamiento.

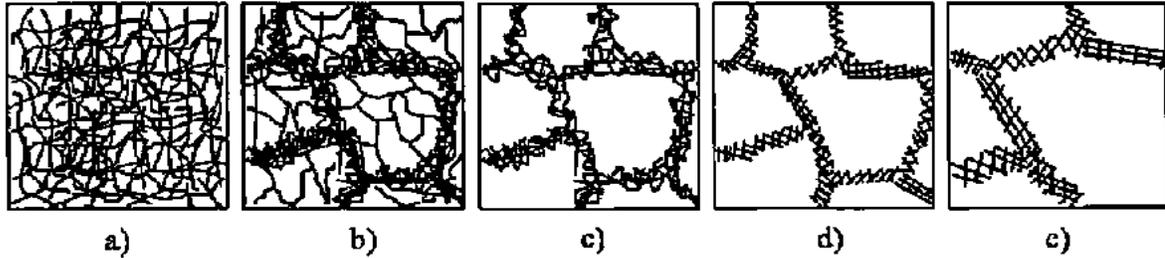
### ***2.5.2 Mecanismos de endurecimiento por deformación***

Los diferentes mecanismos de endurecimiento por deformación incrementan la energía interna del material, debido a la introducción de una gran cantidad de dislocaciones y vacancias mediante esfuerzos relativamente limitados. Estos cambios necesariamente tienen que volver al equilibrio, y para ello se debe llevar a cabo el proceso de recuperación y recristalización dinámica, el cual consiste en llevar el material a temperaturas moderadas y mantener constante durante un tiempo, lo que ayudará a la nucleación de nuevos granos. Controlando el tiempo y la temperatura también se puede controlar el tamaño de estos nuevos granos recristalizados para lograr un refinamiento de grano. En los mecanismos de endurecimiento por precipitación se pueden presentar obstáculos para el movimiento de las dislocaciones dentro del sistema, como son los límites de grano, sublímites, átomos de soluto, partículas precipitadas o segundas fases e incluso otras dislocaciones ya existentes.

### ***2.5.3 Mecanismos de ablandamiento por restauración***

Los mecanismos de ablandamiento por restauración consisten en elevar a altas temperaturas el material durante o después del proceso de deformación plástica, durante un tiempo determinado, para eliminar la energía interna acumulada del material. Jonas y col. [36] estudiaron el cambio microestructural de materiales durante la etapa de ablandamiento y restauración dinámica, y demostraron que la restauración dinámica presenta un equilibrio entre la generación de dislocaciones durante la etapa de endurecimiento por deformación y la aniquilación de dislocaciones, dando como resultado una densidad de dislocaciones constante. El mecanismo de ablandamiento por restauración dinámica consiste en la aniquilación de dislocaciones almacenadas, así como su ordenamiento, lo cual genera granos con baja densidad de dislocaciones que se encuentran en límites de grano con alta densidad de dislocaciones. Las dislocaciones opuestas se

aniquilan y forman celdas con baja densidad de dislocaciones, denominados subgranos, tal como se puede apreciar en la Figura 2.14.



**Figura 2.14** Representación de las diferentes etapas de la recrystalización dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos y, e) Crecimiento de subgranos [38].

Este proceso ocurre sin que se lleguen a formar nuevos granos, tiene lugar rápidamente en materiales con alta energía de falla de apilamiento (SFE) (cristales BCC), y lentamente en materiales con baja SFE (cristales FCC, excepto el Al). La velocidad de endurecimiento por deformación disminuye debido al aumento en la velocidad de aniquilación de dislocaciones, que a su vez es proporcional a la misma densidad de dislocaciones [37]. En materiales con baja SFE, la recuperación dinámica se genera más lentamente ocasionando que la densidad de dislocaciones aumente considerablemente con la deformación; con ello, las diferencias de densidad de dislocaciones son tan elevadas que puede generar la migración de los límites de grano y, por lo tanto, activar el mecanismo de nucleación durante la recrystalización dinámica [38].

#### **2.5.4 Mecanismos de recrystalización dinámica**

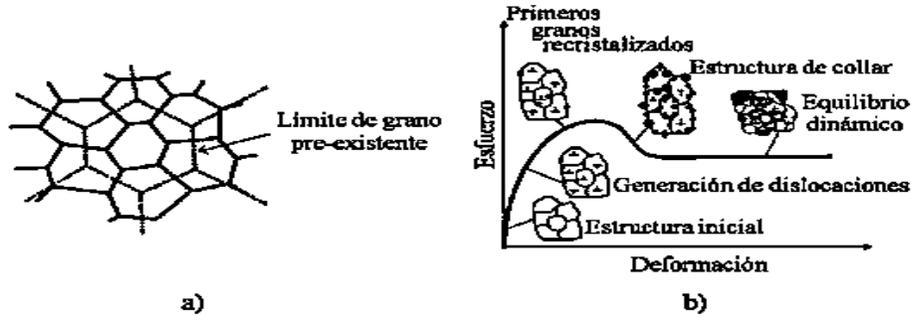
En la recrystalización dinámica se presentan los mecanismos de nucleación y crecimiento de nuevos granos, obteniendo así un cambio de microestructura característico debido a que la recrystalización y la deformación ocurren al mismo tiempo. La restauración dinámica en materiales que presentan recrystalización dinámica ocurre más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente con la deformación. Cuando se supera una densidad crítica, se inicia la formación de nuevos granos durante la deformación, fenómeno conocido como recrystalización dinámica [39].

La recrystalización dinámica consiste en la formación de nuevos granos estructurados por mecanismos de nucleación y crecimiento, es decir, granos recrystalizados a partir de una microestructura de granos deformados, lo que permite eliminar parte de las dislocaciones generadas durante la etapa de endurecimiento y restauración dinámica. En algunas ocasiones la recrystalización estática ocurre al finalizar la deformación (o en ausencia de deformación ocuriente). El crecimiento de los granos recrystalizados durante la deformación en caliente se genera mediante la migración de límites debido a la fuerza motriz, como una consecuencia de la diferencia de la cantidad de dislocaciones.

### ***2.5.5 Efecto de las variables del proceso, tamaño de grano y precipitados sobre la recrystalización dinámica***

La recrystalización dinámica permite la eliminación de un gran número de dislocaciones por la migración de límites de grano. El desarrollo de la microestructura durante la recrystalización depende de dos factores: i) cinética de nucleación y ii) cinética de crecimiento de los núcleos [40]. El crecimiento de los núcleos durante la recrystalización se acepta como un producto de la movilidad del límite de grano y la fuerza para recrystalización se origina a partir de la alta densidad de dislocaciones de la estructura deformada. La recrystalización dinámica es función de la deformación, velocidad de deformación, temperatura y tamaño inicial del grano, las cuales son función del tiempo. La adición de elementos ligeros como Al a los aceros avanzados de alta resistencia, como un enfoque interesante para aumentar resistencia y reducir el peso específico, también proporcionaría una condición adecuada para el desarrollo de subestructuras [41]. Los aceros de baja densidad 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 [42].

En la Figura 2.15 se muestran los efectos que ocurren durante el proceso de deformación plástica en caliente sobre la microestructura.



**Figura 2.15** Evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente sobre una curva de deformación en caliente [43].

El retraso de la recristalización está directamente relacionado con la presencia de elementos microaleantes como Nb, V y Ti, ya que modifican los procesos de recuperación de la austenita deformada en caliente. Estos elementos retrasan el tiempo de recuperación y de la recristalización ya que la solubilidad de los elementos microaleantes es muy baja [44]. El efecto de los precipitados en la recristalización es retrasar este proceso debido al anclaje que tienen en los límites de grano o en las dislocaciones. Para que el anclaje de los límites de grano ocurra, la distribución de los precipitados debe de satisfacer las siguientes condiciones: (i) El tamaño de partícula y el espaciamiento debe de estar por debajo de valores críticos apropiados, y (ii) Una cantidad volumétrica suficiente de precipitados es necesaria para mantener el espaciamiento debajo de los valores críticos. En la práctica, esto significa que una fina dispersión de precipitados retrasa el inicio de la recristalización por el anclaje de los límites de grano y dislocaciones, restringiéndose el crecimiento de grano. Es claro que la precipitación es significativamente acelerada por la deformación. En un intento por determinar su efecto, estudios de microscopía electrónica de transmisión han mostrado que la precipitación inducida por deformación en la matriz ocurre preferencialmente sobre dislocaciones y sublímites de grano [44]. Yang y col. [45] reportaron que un acero de baja densidad Fe-27Mn-11.5Al-0.95C-0.59Si microaleado con Nb deformado en caliente presenta recristalización dinámica continua, la cual es sensible a la temperatura y velocidad de deformación. El incremento en la temperatura o disminución de la velocidad de deformación promueven la recristalización dinámica, así como, el crecimiento de islas de ferrita- $\delta$  en la matriz austenítica. Por otro lado, Zambrano y col. [46] realizaron deformación en caliente previa a un

tratamiento térmico de envejecimiento para una aleación Fe-21Mn-11Al-1.5C-2Si resultando una recristalización dinámica discontinua con valores de dureza de hasta 565 HV.

## 2.6 Modelos matemáticos para el comportamiento de fluencia plástica en caliente

El modelado físico de las curvas de fluencia plástica en caliente supone determinar una ecuación o un grupo de ecuaciones, las cuales definen los parámetros que intervienen durante la modelización de cada una de las etapas que las constituyen.

### 2.6.1 Modelación de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica (Etapa I)

Se han propuesto varios modelos para describir el comportamiento de los materiales metálicos que experimentan recuperación dinámica. La mayoría de ellos [47-51] consideran que la densidad de dislocaciones resulta de la diferencia entre las dislocaciones almacenadas y generadas, esto debido a la aniquilación y reordenación durante la restauración dinámica:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{almacenadas} - \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{generadas} \dots\dots\dots (Ec.1)$$

El primer término de la ecuación representa el endurecimiento por deformación ( $U$ ), mientras que el segundo corresponde a la restauración de las dislocaciones ( $\Omega$ ) almacenadas previamente. La resolución de la Ec.1 [45, 52] 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 de la densidad de dislocaciones, se puede determinar el esfuerzo debido al deslizamiento de las dislocaciones, considerando la ecuación de Taylor [58]:

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

donde  $\alpha'$  es una constante de proporcionalidad,  $\mu$  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, entonces el término  $\Omega$  depende de la temperatura, velocidad de deformación y del tamaño de grano inicial, de acuerdo con algunos autores [54-55] se obtienen las siguientes expresiones:

$$\Omega = k_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \dots\dots\dots(\text{Ec.3})$$

$$U = k_U \cdot Z^{m_U} \dots\dots\dots(\text{Ec.4})$$

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 (294.2 kJ/mol para los aceros LD [55]), constante de Boltzman ( $R$ ) y de la temperatura.

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \dots\dots\dots(\text{Ec.5})$$

**2.6.2 Modelación de la etapa de recristalización dinámica (Etapa II)**

Si bien, el mecanismo de recristalización dinámica se ha estudiado notablemente desde un punto de vista mecánico, no lo ha sido del todo desde el punto de vista metalúrgico y, por lo tanto, hace que no exista una gran concordancia en los diversos modelos propuestos en literatura en la determinación de una ecuación evolutiva para la recristalización dinámica [56], tratando a dicho mecanismo de ablandamiento como un proceso de transformación de estado sólido. 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:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) * X \dots\dots\dots(\text{Ec.6})$$

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

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \dots\dots\dots(\text{Ec.7})$$

donde  $X$  en este caso es la fracción de volumen recristalizado 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 recristalización se define en términos del tiempo necesario para el 50% de recristalización ( $t_{50\%}$ ). Puesto que  $\exp(-0.693) = 0.5$ , de la **Ec.7** se obtiene la siguiente ecuación:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{t}{t_{50\%}}\right)^k\right) \dots\dots\dots(\text{Ec.8})$$

De manera que  $t_{50\%}$  y  $B$  están relacionadas como indica la **Ec.9**:

$$t_{50\%} = \left(\frac{0.693}{B}\right)^{\frac{1}{k}} \dots\dots\dots(\text{Ec.9})$$

Sellars y col. [62] 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:

$$t_{50\%} = B * \varepsilon^n * \exp\left(\frac{Q_{rec}}{RT}\right) \dots\dots\dots(\text{Ec.10})$$

donde  $B$ ,  $m$  y  $n$  son constantes,  $Q_{rec}$  es la energía de activación para la recristalización y  $R$  la constante universal de los gases. Sabiendo que los ensayos se realizan a velocidad de deformación ( $\dot{\varepsilon}$ ) constante, la **Ec.6** se puede expresar en términos de deformación:

$$x = 1 - \exp\left(-B \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right)^k\right) \dots\dots\dots(\text{Ec.11})$$

donde  $\varepsilon_p$  es la deformación correspondiente al esfuerzo máximo. Del mismo modo la **Ec.11** se transforma en:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\varepsilon_{50\%} - \varepsilon_p}\right)^k\right) \dots\dots\dots(\text{Ec.12})$$

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

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \left[1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right)^k\right)\right] \dots\dots\dots(\text{Ec.13})$$

El uso de las **Ec.10**, **Ec.11** y **Ec.12** permitirá la modelización de la etapa II de fluencia, haya o no recristalización dinámica.

### 2.6.3 Modelación de la etapa de estado estable (Etapa III)

La restauración dinámica es muy eficaz y ocurre rápidamente en materiales con alta energía de falla de apilamiento (SFE) evitando que ocurra la recristalización 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 ( $\rho$ ) es alta, lo que permite el inicio de la recristalización dinámica.

En ambos casos, el esfuerzo pico ( $\sigma_p$ ) y de estado estable ( $\sigma_{ss}$ ) se puede relacionar con la temperatura y la velocidad de deformación con las ecuaciones potencial o exponencial siguientes [58]:

$$\dot{\epsilon} = A * \sigma_{ss}^n * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots \text{(Ec.14)}$$

$$\dot{\epsilon} = A' * \exp(\beta * \sigma_{ss}) * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots \text{(Ec.15)}$$

La **Ec.15** describe ampliamente el comportamiento en un rango amplio de esfuerzos. donde  $A$ ,  $A'$  y  $\beta$  son constantes del material,  $n$  es el exponente de Avrami,  $Q$  la energía de activación y la  $R$  constante de Boltzmann. La **Ec.14** es válida a valores de esfuerzo bajos, mientras la **Ec.15** a valores de esfuerzo altos. Garofalo [64], Sellars y Tegart [65] 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:

$$\dot{\epsilon} = A'' * [\sinh(\alpha * \sigma_{ss})]^n * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots \text{(Ec.16)}$$

donde  $A''$  es otra constante del material, y  $\alpha$  la tensión inversa que señala la variación en el comportamiento de potencial a exponencial. El termino  $\alpha * \sigma_{ss} < 0.8$ , en la **Ec.14** equivale a la **Ec.15**, mientras la **Ec.16** es válida cuando  $\alpha * \sigma_{ss} > 1.2$   $\alpha$ ,  $n$  y  $\beta$  están relacionadas de la siguiente forma:

$$\beta = \alpha * n \dots \dots \dots \text{(Ec.17)}$$

**2.6.4 La energía de activación aparente para la deformación en caliente ( $Q_{HW}$ )**

La energía de activación aparente necesaria para la deformación en caliente ( $Q_{HW}$ ) es una constante dependiente de la composición química y la microestructura, la cual tiene una gran influencia sobre el comportamiento a la deformación en caliente de los aceros. Este valor resulta muy útil porque se puede relacionar con el estudio de la cinética de la recristalización dinámica y de las curvas esfuerzo deformación, obtenidas a velocidad de deformación constante. Para determinar su valor es posible relacionarla con el valor del esfuerzo pico ( $\sigma = \sigma_p$ ) de la **Ec.5**, 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 ( $\sigma_{ss}$ ) y, por lo tanto, es posible considerar tanto el valor de  $\sigma_p$ , como el de  $\sigma_{ss}$ . Sin embargo, el esfuerzo de pico se aplica más a menudo porque los valores del esfuerzo de estado estable son menos accesibles para una amplia gama de velocidades de deformación y temperaturas. La descripción para el cálculo de las constantes y variables involucradas ha sido propuesta por Sellars y McTegart [66], la cual se puede solucionar mediante un método gráfico utilizando un análisis de regresión lineal múltiple.

## **2.7 Estado del arte de la deformación plástica en caliente de aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C**

El comportamiento de la deformación en caliente de aceros avanzados LD es importante para el control de la microestructura en el tamaño de grano y propiedades mecánicas durante la deformación en caliente. Existen dos tipos de recristalización dinámica durante el proceso de deformación plástica en caliente; recristalización dinámica continua (CDRX) y recristalización dinámica discontinua (DDRX). La primera se genera cuando la deformación plástica ocurre a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación con una cantidad alta de deformación. La segunda se genera a alta temperatura y velocidades bajas. Wu. y col. [57], estudiaron los efectos del contenido de Al en un acero LD austenítico Fe-26Mn-10/8Al-1C (% en masa) durante el comportamiento de deformación en caliente en un rango de temperaturas de 850-1050 °C a velocidades de deformación de 0.001-10 s<sup>-1</sup>. El alto contenido de Al demostró un alto esfuerzo de fluencia en el material y una mayor energía de falla de apilamiento (443 KJ/mol). A medida que incrementa el contenido de Al, la fase ferrita aumenta, lo que genera inestabilidad en la recristalización dinámica (DRX), generando caída de esfuerzo durante la deformación plástica en caliente. Yang y col. [45] investigaron el comportamiento de la deformación en caliente de aceros LD del sistema Fe-Mn-Al, realizados por medio de compresión en caliente en un rango de temperaturas de 900-1150 °C a diferentes velocidades de deformación 0.01-10 s<sup>-1</sup> y a una deformación máxima de 60%. Los resultados muestran que la temperatura es muy importante durante este proceso, con el incremento en la temperatura y disminución en velocidad de deformación, el grado de recristalización aumenta. La energía de activación aparente calculada fue de 294 kJ/mol. Zambrano y col. [46] realizaron ensayos de compresión en caliente en un acero Fe-

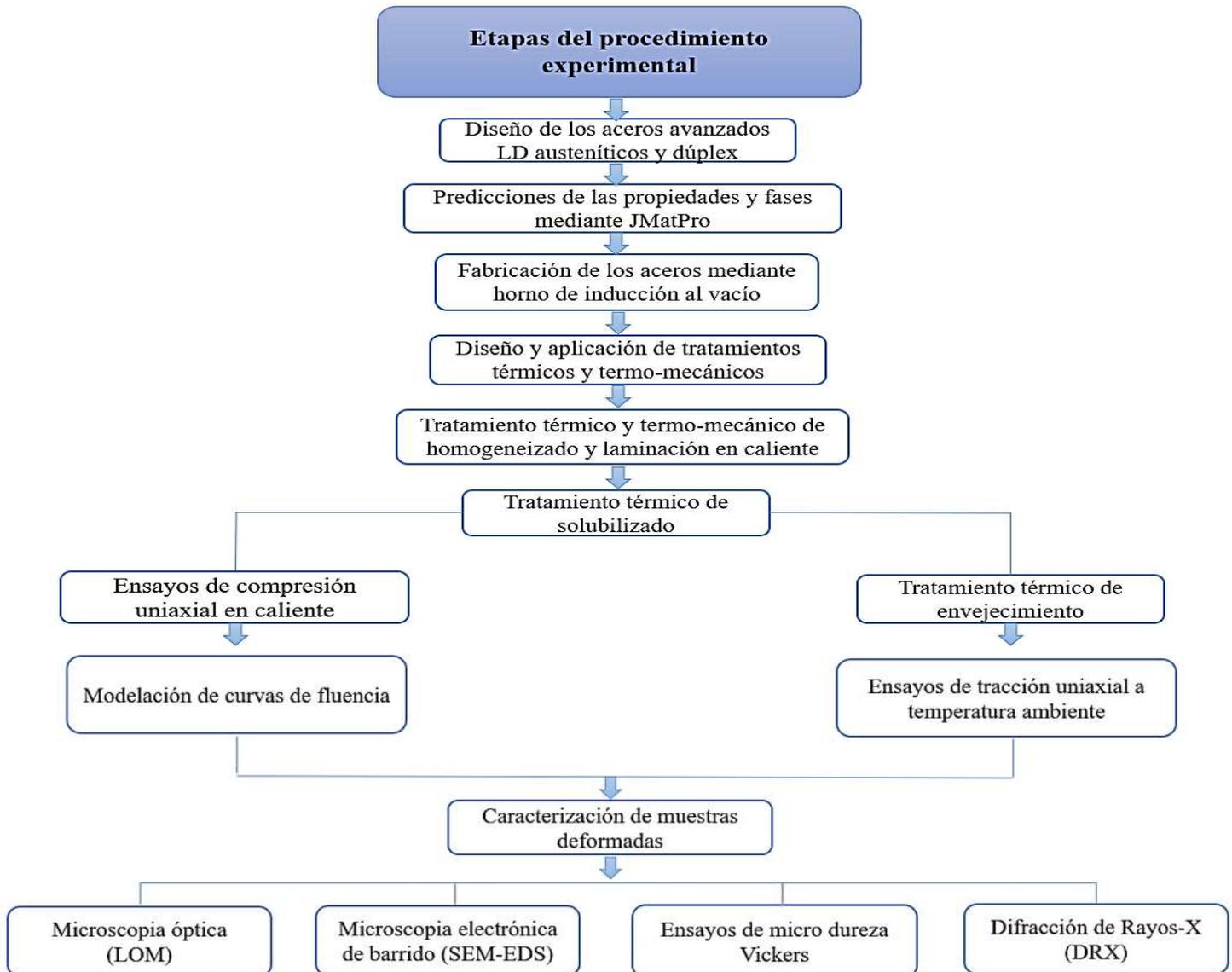
21Mn-11Al-1.5C-2Si (% en masa) a temperaturas de 900 a 1150 °C y a velocidades de deformación desde 0.01 a 1 s<sup>-1</sup>. Encontraron que las curvas esfuerzo-deformación presentan el típico comportamiento de recristalización dinámica discontinua, además el número de granos recristalizados y la fracción de límites de grano aumenta con la disminución de la temperatura de deformación. Castan y col. [41] estudiaron los efectos de la torsión en caliente a diferentes velocidades y temperaturas en un acero ferrítico Fe-8% Al. Los ensayos de torsión en caliente se realizaron en un rango de temperaturas de 900-1100 °C y una velocidad de deformación de 0.1-10 s<sup>-1</sup>. En este rango de temperaturas se presentan los dos tipos de recristalización dinámica continua y discontinua (CDRX y DDRX). Recientemente, Liu y col. [67] reportaron dos tipos de comportamiento de la fluencia en caliente en un acero LD Fe-11Mn-10Al-0.9C: i) curvas de fluencia que presentan recristalización dinámica por arriba de 950 °C, y ii) curvas de fluencia que presentan una caída significativa después del esfuerzo pico a temperaturas inferiores a 900 °C. Tal caída de esfuerzo a bajas temperaturas fue asociada con la presencia de dobles fases y carburos-κ intergranulares e intragranulares. Por otro lado, Mozumder y col. [68] realizaron predicciones de curvas de fluencia en caliente de aceros LD dúplex Fe-9Al-11Mn-4.5Ni-0.7C, empleando el exponente de Avrami obtenido de relación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov dependiente de la deformación. Estos autores encontraron que la matriz ferrítica presenta precipitados nanométricos del tipo B2 (NiAl) distribuidos uniformemente, lo cual eleva la dureza considerablemente respecto a la matriz de austenita y como consecuencia se presenta fragilización durante la deformación en caliente. Además, Renault y col. [69] reportan que las curvas esfuerzo-deformación de un acero LD austenítico Fe-30Mn-10Al-1.1C-4Mo muestran que la recristalización dinámica procede durante la compresión en caliente en el rango de temperaturas entre 900 y 1100 °C, y velocidades de deformación entre 0.1 y 10 s<sup>-1</sup>. Por otro lado, Liu y col. [88] 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<sup>-1</sup>, en donde las curvas esfuerzo-deformación presentan una región inestable a bajas temperaturas y bajas velocidades de deformación, y una región estable que se genera al incrementar la temperatura. Zhao y col. [87] investigaron el efecto de los elementos V y Nb como microaleantes en aceros avanzados LD Fe-27Mn-7Al-1C-0.6Mo durante tratamientos termo-mecánicos de laminación en caliente, reportando que el fenómeno de ablandamiento se presenta principalmente a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación, además la adición de Nb y V incrementa

la energía de activación durante la deformación en caliente. Por otro lado, las partículas precipitadas de V actúan como sitios de nucleación para la recristalización dinámica (DRX). Estas partículas promueven en cierta medida la recristalización dinámica, y evitan el crecimiento significativo de granos. Esto genera una influencia positiva en la estabilidad de la deformación en caliente, presentando parámetros óptimos para el procesamiento de aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C microaleados con Nb y V con deformación del 70% a temperaturas de 894-1025 °C con velocidades de deformación de 0.1-0.14 s<sup>-1</sup> y de 1050-1200 °C con velocidades de deformación de 0.03-0.95 s<sup>-1</sup>.

## CAPITULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental

En la Figura 3.1 se muestra el diagrama de flujo general del procedimiento experimental del proyecto de investigación.



**Figura 3.1** Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

## 3.2 Diseño de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex

### 3.2.1 Composición química de los aceros avanzados LD

La Tabla 3.1 presenta la composición química de los aceros avanzados LD a fabricarse mediante horno de inducción al vacío. Los aceros con 30 % de Mn corresponden a los austeníticos, mientras que los dúplex contienen un 12 % de Mn. El contenido de Al y C se mantiene en 8 y 1 %, respectivamente. Para cada tipo de acero se mantiene uno sin microaleación de V, y otro microaleado con 0.2 % de V.

**Tabla 3.1** Composición química nominal 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

## 3.3 Predicción de las fases mediante JMatPro

JMatPro® [70] es un programa que permite predecir propiedades físicas, mecánicas, termo-físicas, termodinámicas, químicas, diagrama de equilibrio de fases y transformación, de aleaciones metálicas en base a la composición química. En el presente estudio se calcularon diagramas de fases en equilibrio, isopletras, diagramas de transformación isotérmica (TTT) y en enfriamiento continuo (CCT). También se calcularon propiedades físicas, termo-físicas y termodinámicas como densidad, conductividad térmica, energía de falla de apilamiento y entalpía de acuerdo con las composiciones químicas diseñadas de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex.

## 3.4 Fabricación de los aceros mediante horno de inducción al vacío

### 3.4.1 Materias primas y balance de carga

Las materias primas que se utilizaron para la fabricación de aceros LD fueron: chatarra de Fe de alta pureza en forma de bloques, hojuelas de Mn electrolítico, bloques de Al de alta pureza y de

arrabio (metal sorel) y pequeños aglomerados de Fe-V. Los bloques se limpiaron con cepillo metálico para eliminar la presencia de agentes contaminantes. Posteriormente todos los materiales fueron pesados para ajustar el balance de carga.

En la Tabla 3 se resume el balance de carga para la obtención de los aceros LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados con vanadio.

**Tabla 3.2** Resultado de balance de carga para la fundición de los aceros LD austeníticos y dúplex.

<b>Acero</b>	<b>Materia prima</b>	<b>Contenido (g)</b>	<b>Carga total (g)</b>
<b>Fe- 30Mn-8Al-REF</b>	Chatarra LC	1955	5099
	Al electrolítico	407	
	Mn electrolítico hojuelas	1529	
	Metal sorel	1207	
<b>Fe-30Mn-8Al-0.2V</b>	Chatarra LC	1950	5098
	Al electrolítico	407	
	Mn electrolítico hojuelas	1529	
	Metal sorel	1198	
	Fe-V	12.5	
<b>Fe-12Mn-8Al-REF</b>	Chatarra LC	3883	5095
	Al electrolítico	407	
	Mn electrolítico hojuelas	611	
	Metal sorel	1207	
<b>Fe-12Mn-8Al-0.2V</b>	Chatarra LC	3877	5096
	Al electrolítico	407	
	Mn electrolítico hojuelas	611	
	Metal sorel	1198	
	Fe-V	12.5	

### ***3.4.2 Proceso de fabricación en horno de inducción al vacío***

El proceso de fabricación de los aceros avanzados de baja densidad se realizó en un horno de inducción al vacío de la marca CONSARC, que se encuentra ubicado en el Laboratorio de Fundición del IIMM-UMSNH. Una vez ajustada la carga y limpiado la materia prima, se colocó dentro del crisol, a excepción del Al y del Fe-V que se agregaron una vez fundidos los demás materiales para evitar la oxidación y/o pérdida. Una vez fundidos todos los elementos, la aleación líquida se vertió dentro de la lingotera metálica de sección rectangular de 5 cm x 10 cm y altura de 17.5 cm.

### **3.5 Seccionamiento, análisis químico y acondicionamiento microestructural**

Para el seccionamiento de lingotes se utilizó una cortadora con enfriamiento mediante refrigerante para cortes de aceros de alta resistencia con disco de SiC, y cada corte del lingote se seccionó en dos partes, el primero de un espesor de 8 mm para la caracterización en condición de solidificación y el segundo con un espesor de 40 mm para realizar la aplicación de los tratamientos térmicos y termo-mecánicos correspondientes.

#### ***3.5.1 Análisis químico***

El análisis químico de aceros avanzados de baja densidad se realizó en el equipo FEG-SEM dentro del IIMM-UMSNH. Primeramente, se realizó mediante análisis químico puntual SEM-EDS dentro de los granos de las distintas fases, además de los precipitados para identificar su composición química y se reportó el valor promedio. Posteriormente, se realizaron mapeos químicos generales en zonas donde prevalecían ambas fases y precipitados.

### **3.6 Diseño de tratamientos térmicos y termo-mecánicos**

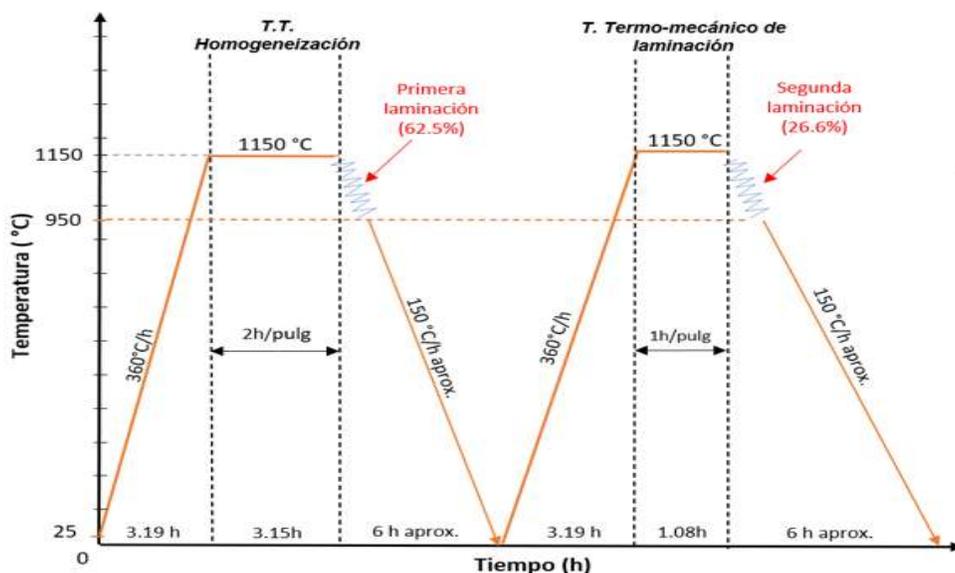
#### ***3.6.1 Tratamiento térmico de homogeneizado***

El tratamiento térmico de homogeneizado se realizó en un horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE. Durante el ciclo del tratamiento térmico las muestras se calentaron a una temperatura de 1150 °C con un tiempo de permanencia de 2 h/pulg de espesor, con la finalidad de eliminar la estructura de solidificación y segregación de elementos (principalmente Mn y Al),

además de disolver los carburos- $\kappa$ . Al finalizar el tiempo de permanencia a 1150 °C se llevó a cabo la primera etapa de laminación en caliente.

### 3.6.2 Laminación en caliente

Para la preparación de los bloques a laminar, se realizó un seccionamiento del lingote de cada acero avanzado LD, con dimensiones finales de 40 mm x 55 mm x 100 mm. Los bloques se recubrieron con pintura de zirconia, ya que al someter el material a altas temperaturas se vuelve altamente susceptible a la oxidación. Posteriormente se colocaron en un horno RHF 1500 CARBOLITE a una temperatura de 1150 °C por un tiempo de 2 h/pulg de espesor. La laminación se realizó en un laminador reversible T.J. Pigott-Engineers modelo 6559102 con capacidad de 50 ton, y se llevó a cabo en dos etapas en un rango de temperatura de 1150 a 950 °C. La primera etapa consiste en alcanzar una reducción del 62.5%. La segunda etapa consiste en regresar al horno la pieza laminada hasta recuperar la temperatura de permanencia y mantener por un tiempo de 1 h/pulg de espesor, y posteriormente realizar la segunda laminación hasta alcanzar una reducción del 26.6% alcanzando una reducción total del 89.1%. Después de la segunda etapa de laminación, las piezas fueron enfriadas lentamente en horno apagado con protección de colcha refractaria a una velocidad aproximada de 150 °C/h, con la finalidad de evitar choque térmico, así como la generación de esfuerzos internos y fisuración. En la Figura 3.2 se muestra el diagrama del ciclo de laminación en caliente de los aceros avanzados LD.

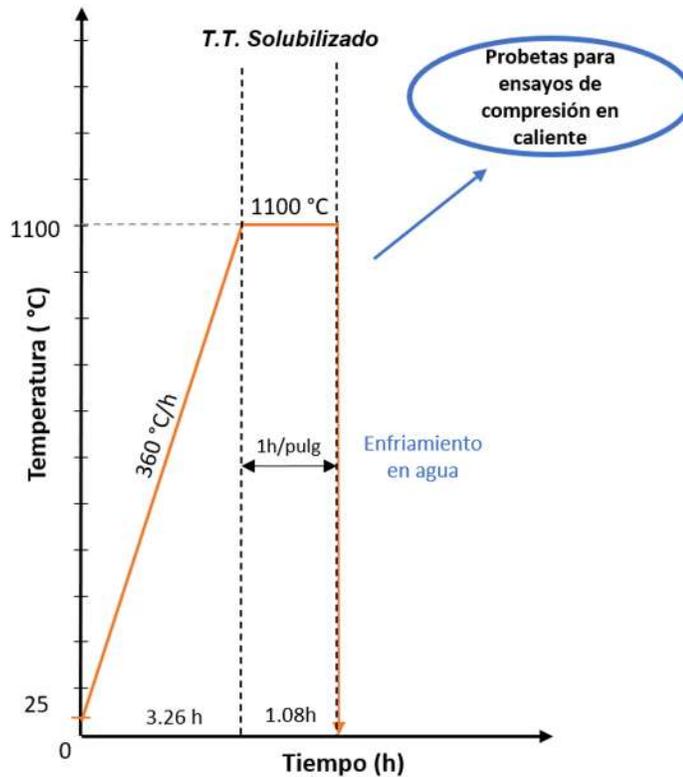


**Figura 3.2** Ciclo de tratamiento térmico de homogeneizado y termo-mecánico de primera y segunda laminación en caliente de los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C.

### 3.6.3 Tratamiento térmico de solubilizado

El objetivo del tratamiento térmico de solubilizado es disolver las fases presentes y mantener una estructura austenítica homogénea en todo el material. El tratamiento térmico de solubilizado se realizó en horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE y se llevó a cabo a una temperatura de 1100 °C por un tiempo de permanencia de 30 minutos (1h/pulg de espesor) seguido de un temple en agua para evitar alguna transformación de fase y mantener una estructura uniforme en todo el acero.

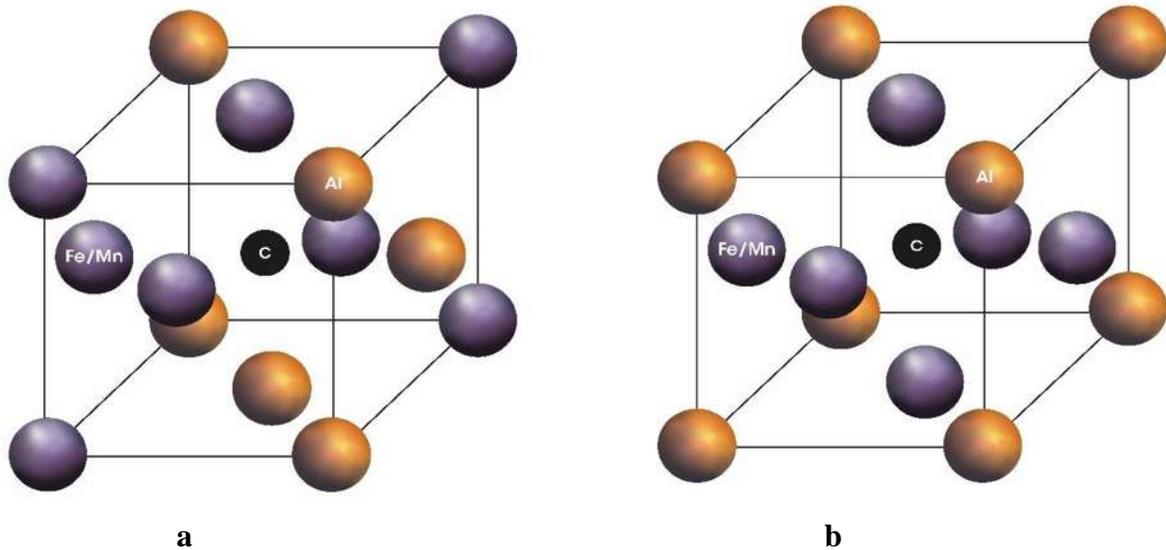
En la Figura 3.3 se muestra el diagrama del ciclo del tratamiento térmico de solubilizado que se aplicó a los aceros avanzados LD, para posteriormente maquinar las probetas para los ensayos de compresión en caliente.



**Figura 3.3** Ciclo de tratamiento térmico de solubilizado de los aceros avanzados LD del sistema Fe-Mn-Al-C.

### 3.6.4 Tratamiento térmico de envejecimiento

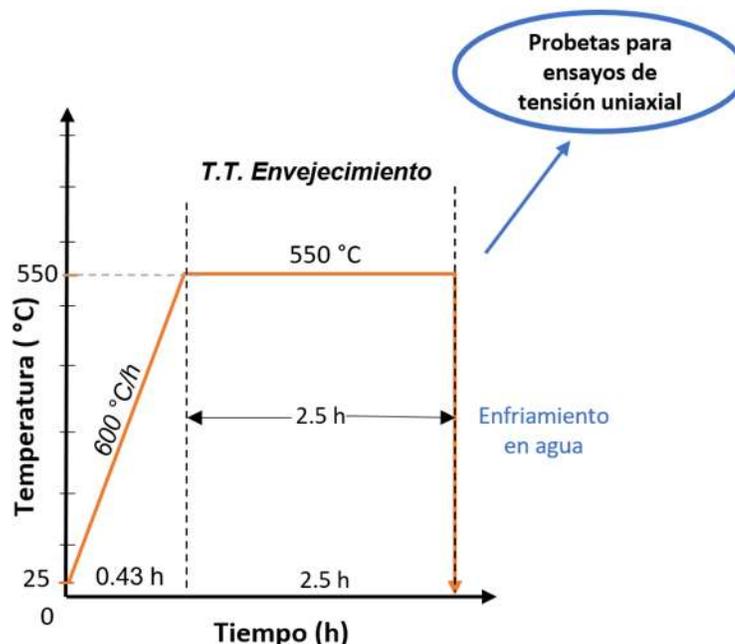
El tratamiento térmico de envejecimiento, tiene como objetivo principal activar el mecanismo de precipitación de la fase kappa mediante la descomposición espinodal de la austenita al ordenamiento  $L1_2$  con la composición  $(\text{Fe-Mn})_3\text{AlC}_x$ , donde los átomos de Al ocupan los vértices, el Fe y Mn ocupan la posición de las caras centradas y el C ocupa el sitio octaédrico intersticial, a diferencia del ordenamiento que presenta la estructura cristalina de la austenita fcc del sistema Fe-Mn-Al-C, como se muestra en la Figura 3.4.



**Figura 3.4** Estructura cristalina de la austenita fcc (a); y del carburo-κ (b) [79].

El tratamiento térmico de envejecimiento que se aplicó a los aceros avanzados LD austeníticos microaleados y de referencia consistió; primeramente, en elevar la temperatura hasta 550 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y un tiempo de permanencia de 2.5 horas, ya que a esta temperatura se genera una precipitación de carburos-κ intragranulares uniformemente distribuidos de acuerdo con el diagrama de precipitación para composición similar a la diseñada. Posterior a esto, se realizó un temple en agua a temperatura ambiente para mantener la microestructura y evitar que la fase continúe precipitando, ya que un tiempo excesivo genera carburos-κ intergranulares los cuales son perjudiciales para las propiedades mecánicas de estos

aceros. En la Figura 3.5 se muestra el ciclo del tratamiento térmico de envejecimiento para los aceros LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados con vanadio.



**Figura 3.5** Ciclo del tratamiento térmico de envejecimiento para los aceros LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados con vanadio.

### 3.7 Ensayos de compresión uniaxial en caliente

Después del tratamiento de solubilizado se maquinaron probetas cilíndricas de 7 mm de diámetro x 11 mm de longitud para ensayos de compresión uniaxial en caliente, empleando la técnica de electroerosión por hilo (del inglés, Wire Electric Discharge Machining, WEDM) en un equipo de la marca ONA AX3®. Este método resulta útil para obtener piezas de formas complejas con alta precisión en materiales muy duros o particularmente delicados, con la menor afectación térmica y sin introducir esfuerzos residuales.

Las probetas cilíndricas de 7 mm de diámetro x 11 mm de altura se sometieron a ensayos de compresión uniaxial en caliente en una máquina INSTRON® 4507 en el Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales de la Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España. Los ensayos de compresión en caliente se realizaron a temperaturas de 700, 800, 900, y 1000 °C, y

velocidades de deformación de 0.005, 0.001, 0.01 y 0.1 s<sup>-1</sup>. Las curvas de fluencia en caliente se modelaron mediante la aplicación de los modelos matemáticos de Kocks, Estrin, Mecking, Bergstrom, Avrami y Sellars de bases físicas que rigen el comportamiento de la deformación plástica en caliente.

### **3.7.1 Modelación de curvas de fluencia**

#### **3.7.1.1 Etapa I: Endurecimiento y recuperación 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 durante el endurecimiento, esto mediante la aniquilación de dislocaciones por el proceso de restauración dinámica. La ecuación aplicada para este mecanismo es la que se presenta en la **Ec.1** indicada en la sección 2.6.1.

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. La Ec.1 da como resultado la densidad de dislocaciones, y para la determinación del esfuerzo se puede pasar a la aplicación de la **Ec.2** indicada en la sección 2.6.1.

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 [50] y Bergström [51-52], la expresión para calcular la densidad de dislocaciones es la siguiente:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = U - \Omega\rho \dots\dots\dots(\text{Ec.16})$$

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 consecuencia de la diferencia entre las dislocaciones almacenadas y las restauradas. Bajo la suposición de que el recorrido medio de dislocaciones es constante geométricamente, la integración de la **Ec.16** da como resultado la siguiente relación:

$$\rho = \rho_0 e^{-\Omega\varepsilon} + \frac{U}{\Omega} (1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \dots\dots\dots(\text{Ec.17})$$

Si se introduce la **Ec.2**, resolviendo y reagrupando se obtiene:

$$\sigma^2 = [\sigma_s^2 + \sigma_0^2 - \sigma_s^2] \cdot e^{-\Omega \varepsilon} \dots\dots\dots(\text{Ec.18})$$

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

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

$$\sigma = \sigma_p [1 - e^{-\Omega \varepsilon}]^{-0.5} \dots\dots\dots(\text{Ec.19})$$

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

$$\Omega = k_\Omega \cdot Z^{m_\Omega} \dots\dots\dots(\text{Ec.20})$$

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

$$\mu = \mu_0 \left[ 1 + \frac{T - 300}{Tf} \cdot \left( \frac{Tf - d\mu}{\mu \cdot dT} \right) \right] \dots\dots\dots(\text{Ec.21})$$

donde el tercer término representa la dependencia de la temperatura con el módulo de corte.

Sustituyendo valores en la **Ec.2** y acomodando términos se obtiene:

$$U(\alpha b)^2 = \frac{\sigma p^2 * \Omega}{\{8.1 \times 10^4 [1 + (\frac{T - 300}{1643.15}) * (-0.91)]\}^2} \dots\dots\dots(\text{Ec.22})$$

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.

$$U(\alpha b)^2 = k_U \cdot Z^{m_U} \dots\dots\dots(\text{Ec.23})$$

### **3.7.1.2 Etapa II: Ablandamiento y recristalización dinámica**

La etapa II que inicia desde el esfuerzo de pico hasta el primer valor del esfuerzo de estado estable y representa el progreso de la recristalización dinámica, se modeló empleando la ecuación propuesta por Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami [53-55]. 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<sub>50%</sub>. La ecuación constitutiva que se aplica después del inicio de la recristalización dinámica ha sido indicada como **Ec.4**, en la sección 2.6.2. Ya que X sigue la cinética de Avrami, se puede expresar como se indica en la **Ec.5** de la sección 2.6.2. En términos del tiempo para el 50% de recristalización, t<sub>50%</sub> y puesto que  $\exp(-0.693) = 0.5$ , la **Ec.5** se transforma en la **Ec.6** indicada en la sección 2.6.2.

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  $\sigma_p$  y  $\sigma_{ss}$ . Para esto se realizó un ajuste no lineal para poder obtener los coeficientes K<sub>t50%</sub>, m<sub>t50%</sub> estos a su vez relacionados con la energía de activación para que se de este 50% de recristalización (Q<sub>t50%</sub>). Aquí el t<sub>50%</sub> 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.8**. Es importante señalar que para esta modelación no se tomó en cuenta el tamaño de grano inicial. Cuando la velocidad de deformación es constante, el tiempo y la deformación son equivalentes, por lo que la **Ec.5** se puede representar en términos de la deformación, como se indica en la **Ec.9**. Del mismo modo, la **Ec.9** se transforma en la **Ec.10**. Mediante su uso se establece una relación para la fracción recristalizada para un t<sub>50%</sub> experimental y uno teórico.

Para poder determinar K<sub>n</sub> y m<sub>n</sub> para cada acero se realizó un ajuste lineal de cada uno de los exponentes de Avrami relacionándolos con el parámetro de Zener-Hollomon.

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

.....(Ec.24)

### **3.7.1.3 Etapa III: Esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable**

La etapa III se modeló empleando el modelo de Sellars y Tegart [62], el cual fue corregido por Cabrera et al. [60] como una función del módulo de Young dependiente de la temperatura. La modelación de esta etapa relaciona el esfuerzo de pico ( $\sigma_p$ ) y el esfuerzo de estado estable ( $\sigma_{ss}$ ) 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 utilizado para estos aceros fue de 294.2 kJ/mol [45].

La restauración dinámica y el esfuerzo de fluencia ocurren rápidamente en materiales con alta energía de falla de apilamiento (SFE) evitando así que la recristalización dinámica ocurra. Por otro lado, en los materiales con baja SFE la restauración dinámica es poco eficaz, lo que da lugar al mecanismo de recristalización 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 2.6.3.

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 [64] en condiciones de endurecimiento, Sellars y Tegart [62] 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  $[(\alpha \cdot \sigma)] < 0.8$  la **Ec.12** es equivalente a la **Ec.13**, mientras la **Ec.13** es válida cuando  $[(\alpha \cdot \sigma)] > 1.2$ . Es relativamente fácil de comprobar que  $\alpha$ ,  $n$  y  $\beta$  están relacionadas tal como se indica en la **Ec.15**.

Se establece una relación entre la difusividad del acero en función de la temperatura  $D(T)$ . Para esto apoyándose de la literatura [54], se emplearon las constantes  $D_0 = 1.8 \times 10^{-5}$ ,  $Q = 294.2$  kJ/mol,  $R = 8.314$  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  $T_m = 1643.15$  K.

Así la **Ec.14** queda en los siguientes términos:

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

.....(Ec.24)

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 **Ec.14** se reescribe como:

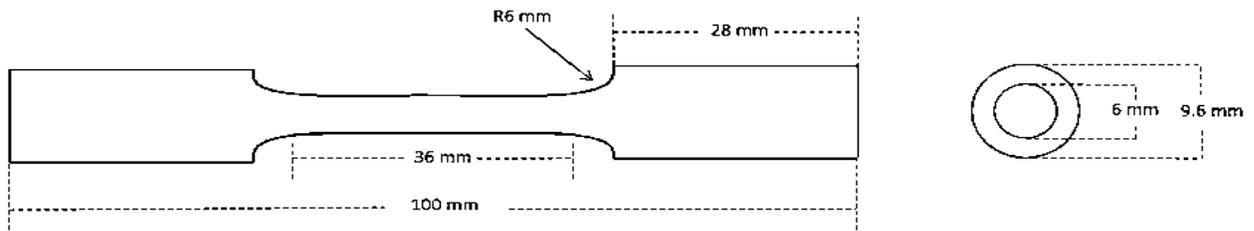
$$\left[\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right]^{1/5} = A\sigma_{ss} * \text{Senh}\left[\alpha\left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)\right]$$

.....(Ec.25)

Se procedió a calcular  $(\dot{\epsilon}/D(T))^{1/5}$  y se relacionó tanto para  $(\sigma_p/E(T))^{1/5}$  como para  $(\sigma_{ss}/E(T))^{1/5}$  para cada una de las temperaturas y velocidades de deformación. Mediante una regresión lineal se obtuvo la relación de ambas expresiones, y posteriormente se realizó el ajuste de estas curvas mediante una función de seno hiperbólico, para obtener los parámetros  $A_{\sigma_p}$ ,  $A_{\sigma_{ss}}$ ,  $\alpha_{\sigma_p}$  y  $\alpha_{\sigma_{ss}}$  para modelar el esfuerzo pico y el estado estable.

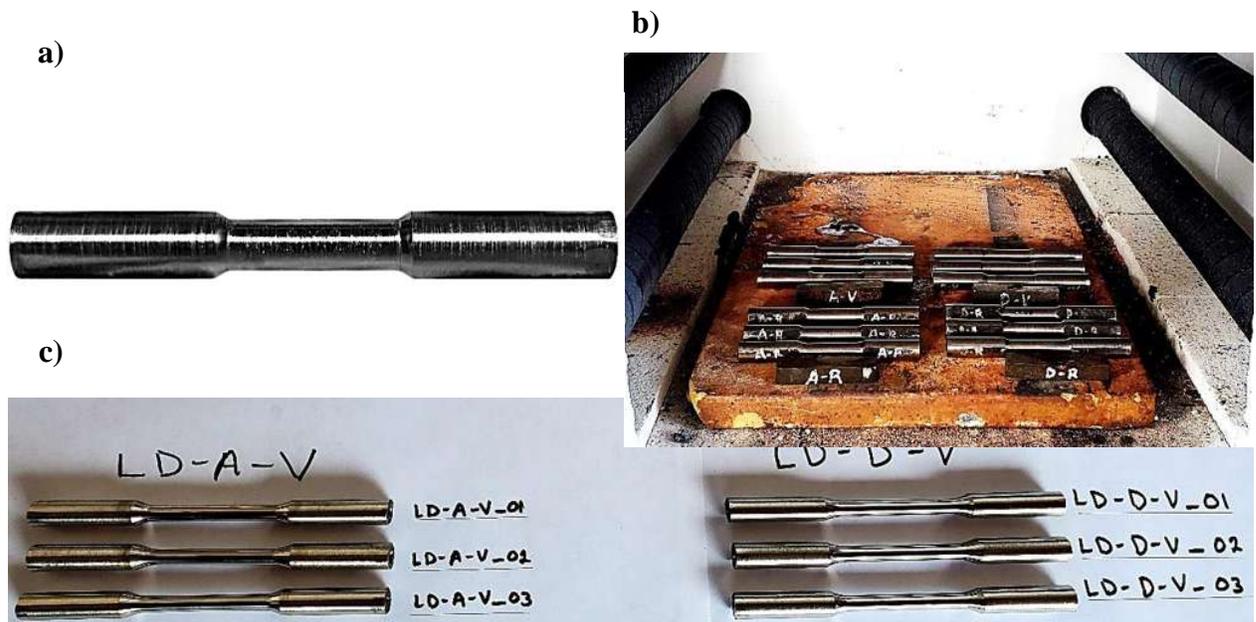
### 3.8 Ensayos de tracción uniaxial en condición de tratamiento térmico de envejecimiento

La elaboración de probetas cilíndricas para los ensayos de tracción uniaxial en condición de tratamiento térmico de envejecimiento se realizó en el laboratorio de máquinas-herramientas, ubicado en el IIMM-UMSNH. Primeramente, se realizó un pre-maquinado para la aplicación del tratamiento térmico de envejecimiento (como se muestra en el apartado 3.6.4.). Posterior al tratamiento de envejecimiento, se ajustaron las dimensiones finales (Figura 3.6) de acuerdo con la norma ASTM E8 [93]. Finalmente, para eliminar el acabado que se obtiene previamente, se realizó un lijado y pulido en la zona de ensayo de la probeta, con ello se eliminan todos los concentradores de esfuerzo sobre el material. Los ensayos de tracción uniaxial se realizaron en una máquina de ensayos mecánicos Zwick Roell Z100 que se encuentra ubicado en IIMM-UMSNH, a una velocidad de cabezal de 0.08 mm/s a temperatura ambiente sobre una longitud calibrada de 25 mm.



**Figura 3.6** Dimensiones de las probetas para los ensayos de tracción.

En la Figura 3.7a) se muestra una probeta con el pre-maquinado, que es un aproximado a las dimensiones finales de la probeta con un excedente de material del 10 %. Se maquinó un total de 12 probetas cilíndricas las cuales corresponden a 3 de cada material, de acuerdo con la norma ASTM-E8. En la Figura 3.7b) se muestran las probetas dentro del horno, en el que se aplicó el tratamiento térmico de envejecimiento. Finalmente, en la Figura 3.7c) se muestran las probetas maquinadas con las dimensiones finales, la zona de prueba se encuentra lijada y pulida, libre de concentradores de esfuerzos.



**Figura 3.7** a) Pre-maquinado de probeta cilíndrica de los aceros avanzados LD, b) probetas cilíndricas de los aceros avanzados LD utilizadas para los ensayos de tracción uniaxial y c) probetas terminadas.

## **3.9 Caracterización de muestras deformadas**

### ***3.9.1 Preparación de muestras***

Para la preparación metalográfica de las muestras deformadas de los aceros avanzados de baja densidad se siguieron los siguientes pasos: i) Seccionamiento de muestras deformadas en una cortadora con disco de alúmina, seguido de un rectificado de la superficie, ii) desbaste con lijas de SiC, partiendo desde el grano de 420 hasta 2000, iii) pulido con pastas de diamante de 9, 6, 3, 1, 0.1 micras y, por último, iv) ataque químico con Nital al 5% durante un tiempo de entre 30 a 40 segundos para revelar la microestructura.

### ***3.9.2 Microscopía óptica (LOM)***

Las muestras se analizaron con un microscopio óptico de luz Nikon EPIPHOT 300, el cual permite observar la microestructura, determinar la morfología, medir el tamaño de grano y la fracción de las fases presentes. Se tomó un número de imágenes de 5 a 10 por cada lente de aumento en el microscopio. El tamaño de grano se midió mediante el método de intersección lineal, tomando en cuenta los valores promedio resultantes de acuerdo con la norma ASTM 112 [94].

### ***3.9.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)***

Las muestras se analizaron en los microscopios electrónicos de barrido JEOL modelo JMS-6400 y FEG-SEM 7600F con detector EDS. Se analizó la superficie longitudinal al sentido de la deformación por compresión en caliente, desde el centro al extremo para detectar la presencia de precipitados de vanadio y fase kappa. La naturaleza química de los aceros, precipitados e inclusiones no metálicas se determinó mediante energía dispersiva de rayos-X (SEM-EDS).

### ***3.9.4 Ensayos de microdureza Vickers***

Esta técnica consiste en aplicar una carga y dejar huellas sobre la superficie de la muestra, generada por un indentador de diamante de forma piramidal con un ángulo de  $136^\circ$ , al medir las diagonales de las marcas se obtiene el valor de la dureza. Se utilizó un microduremetro Wilson Hardness Tukon 1102. La carga aplicada fue 300 gf para el interior de los granos y 1000 gf para obtener

valores de dureza generales del material. Se realizaron indentaciones con una separación mínima de 1.5 veces la distancia de la diagonal, desde el centro hasta la superficie en cada una de las muestras de acuerdo con los criterios estipulados por la norma ASTM E384 [71].

### **3.10 Difracción de rayos-X**

Los análisis de difracción de rayos-X se realizaron en un difractómetro D8 Advance Bruker con muestras lijadas y pulidas con pasta de diamante de 9  $\mu\text{m}$ . El rango de barrido  $2\theta$  fue de  $30^\circ$  a  $120^\circ$  con incrementos de 0.02 y radiación de  $\text{CuK}\alpha$ . La identificación de los planos cristalográficos se realizó mediante comparación de otros autores en literatura, ya que no se cuenta con base de datos para el sistema Fe-Mn-Al-C.

## CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. Resultados de composición química de los aceros avanzados LD

En la Tabla 4.1 se presenta la composición de los cuatro aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C que fueron desarrollados en el presente proyecto de investigación, dos fueron de referencia y dos microaleados con 0.2 % de vanadio (austenítico y dúplex).

**Tabla 4.1** Composición química de los aceros LD (% en masa).

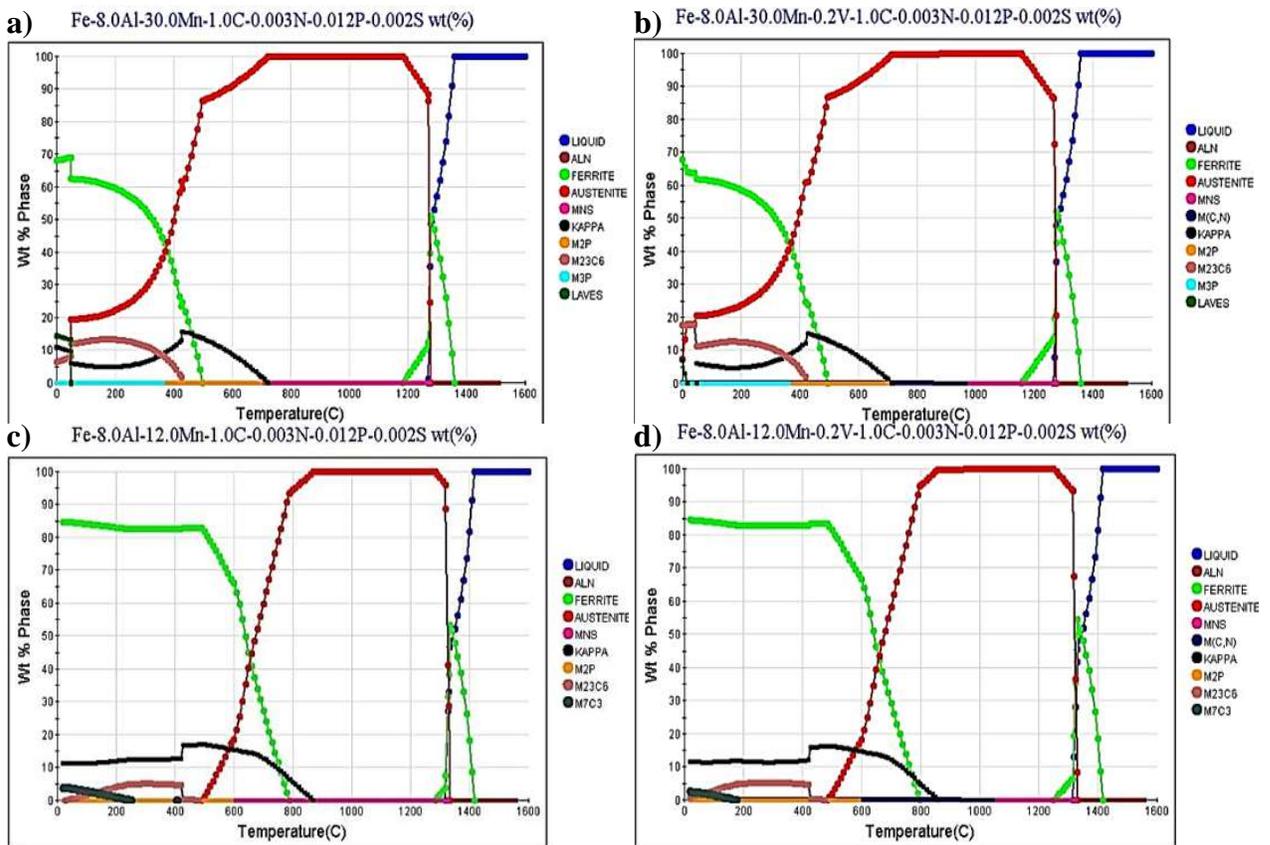
ACERO	Elementos (% en masa)				
	Fe	Mn	Al	C	V
LD-A-REF	Bal.	30.1	7.8	1.50	-
LD-A-V	Bal.	29.1	8.3	1.25	0.22
LD-D-REF	Bal.	11.9	8.9	1.27	-
LD-D-V	Bal.	13.0	9.2	1.34	0.19

Para los aceros LD austeníticos, el contenido de Mn es mayor (alrededor del 30%), ya que es el estabilizador principal de la fase austenita, lo cual garantiza la estabilidad de la austenita a temperatura ambiente. Para el caso de los aceros LD dúplex el contenido de Mn disminuye más del 50% comparado con el de los aceros LD austeníticos (alrededor del 12%). En general, el contenido de Al en ambos aceros se mantiene alrededor de 8.5%, y el contenido de C alrededor de 1.3%. Con esta composición en los aceros LD dúplex, se asegura la presencia de ambas fases presentes en la microestructura. Para los aceros LD de referencia, es decir, sin contenido de vanadio se desarrolló un austenítico y uno dúplex. Asimismo, en lo aceros microaleados se agregó 0.2% en masa de vanadio. Li y col. [72] obtuvieron composiciones experimentales similares de un acero LD, con un contenido relativamente superior de Al (11.5 % en masa) y un contenido menor de Mn (27% en masa). Rana y col. [73] encontraron que un contenido de Al superior a 8 % en masa incrementa la energía de falla de apilamiento y reduce drásticamente la resistencia a la cedencia del material.

## 4.2. Resultados de predicciones mediante JMatPro

### 4.2.1. Diagramas de equilibrio

La Figura 4.1 muestra los diagramas de equilibrio para los cuatro aceros LD fabricados, donde en general se observa la estabilidad de la austenita a altas temperaturas para todos los aceros, lo cual se deriva directamente de la composición química, principalmente con el contenido de Mn, al incrementar su contenido, incrementa la fase austenita, por lo contrario, al disminuir el contenido de Mn disminuye la austenita e incrementa la ferrita.



**Figura 4.1** Predicción de diagramas de equilibrio de fases de los aceros LD mediante JMatPro. a) Acero LD-A-REF, b) acero LD-A-V, c) acero LD-D-REF y d) acero LD-D-V.

En la Figura 4.1a) y b) se muestra la predicción de los diagramas de equilibrio obtenidos para los aceros austeníticos con mayor contenido de Mn, mientras que las Figuras 4.1c) y d) presentan las predicciones de fases de los aceros LD dúplex con menor % de Mn, los cuales muestran un mayor

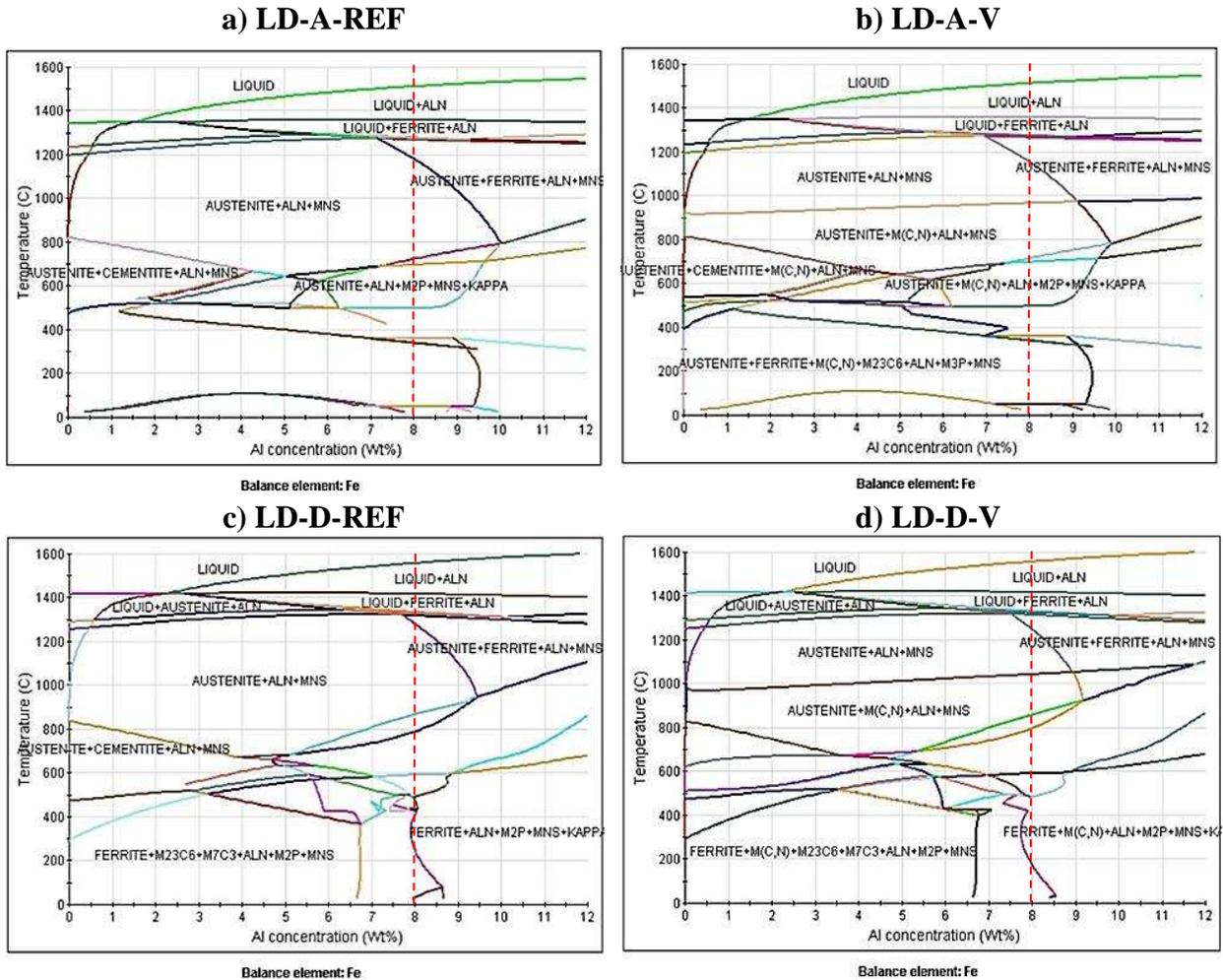
% de ferrita a bajas temperaturas. Es importante mencionar que las predicciones realizadas son bajo condiciones de equilibrio (enfriamiento lento), y que las fases presentes pueden variar en función de las condiciones de enfriamiento.

En todos los diagramas de la Figura 4.1 se observa la precipitación de la fase kappa, la cual inicia desde aproximadamente 850 °C y se mantiene hasta temperatura ambiente. Investigaciones realizadas por Hishida y col. [74] observaron en diagramas de equilibrio, la formación de austenita, ferrita, cementita y carburo- $\kappa$  para un acero LD dúplex con composición 19Mn-(6-10)Al-(1-2.5)C. Sin embargo, en las imágenes de la Figura 4.1c) y d) se observa que para los aceros dúplex bajo estudio no se predice la presencia de cementita, pero sí la presencia de carburos- $\kappa$ . Los diagramas de equilibrio de fases son calculados bajo condiciones de equilibrio, donde la velocidad de enfriamiento es extremadamente baja, sin embargo, durante la práctica, las velocidades de enfriamiento son mayores, por lo que la transformación de la austenita se retrasa, así como la formación de algunas segundas fases, por ejemplo, las fases carburos y fosfuros de baja temperatura no llegan a formarse.

#### **4.2.2 Isopletas**

La Figura 4.2 muestra las isopletas calculadas variando el contenido de Al en un rango de temperaturas de 0 a 1600 °C, en donde se observa la precipitación de distintas fases que se presentan en regiones de temperatura y composición, así como la presencia de segundas fases bajo condiciones de equilibrio. El punto de mayor interés en el presente trabajo es el que se presenta a una composición de 8% de Al. En las Figuras 4.2a) y b) se observan las isopletas de los aceros austeníticos, en las cuales se presenta una variedad de fases y segundas fases (partículas precipitadas) en función del contenido de Al. En las Figuras 4.2c) y d) se observa la presencia de compuestos intermetálicos y precipitación de la fase kappa en el rango de temperatura de 400 a 600 °C para una composición de 8% Al. Las predicciones de isopletas de los aceros LD de la Figura 4.2 presentan una variedad de regiones compuestas por varias fases mucho más complejas que en los aceros LD investigados por Hishida y col. [74] para un acero LD dúplex con composición 19Mn-(6-10)Al-(1-2.5)C. Esto está directamente relacionado con la composición química de cada acero, ya que una mínima variación en el contenido de algún elemento cambia notablemente la precipitación y regiones de cada fase. Asimismo, para todos los casos el primer sólido presente es la ferrita- $\delta$ , por lo que el modo de solidificación presente es ferrita- $\delta$ →austenita- $\alpha$  (F-A). De

acuerdo con estos diagramas el AlN se encuentra presente para todos los aceros LD desde el estado líquido, y prevalecen a temperatura ambiente, los cuales tienen un efecto perjudicial para las propiedades mecánicas, particularmente para la tenacidad.

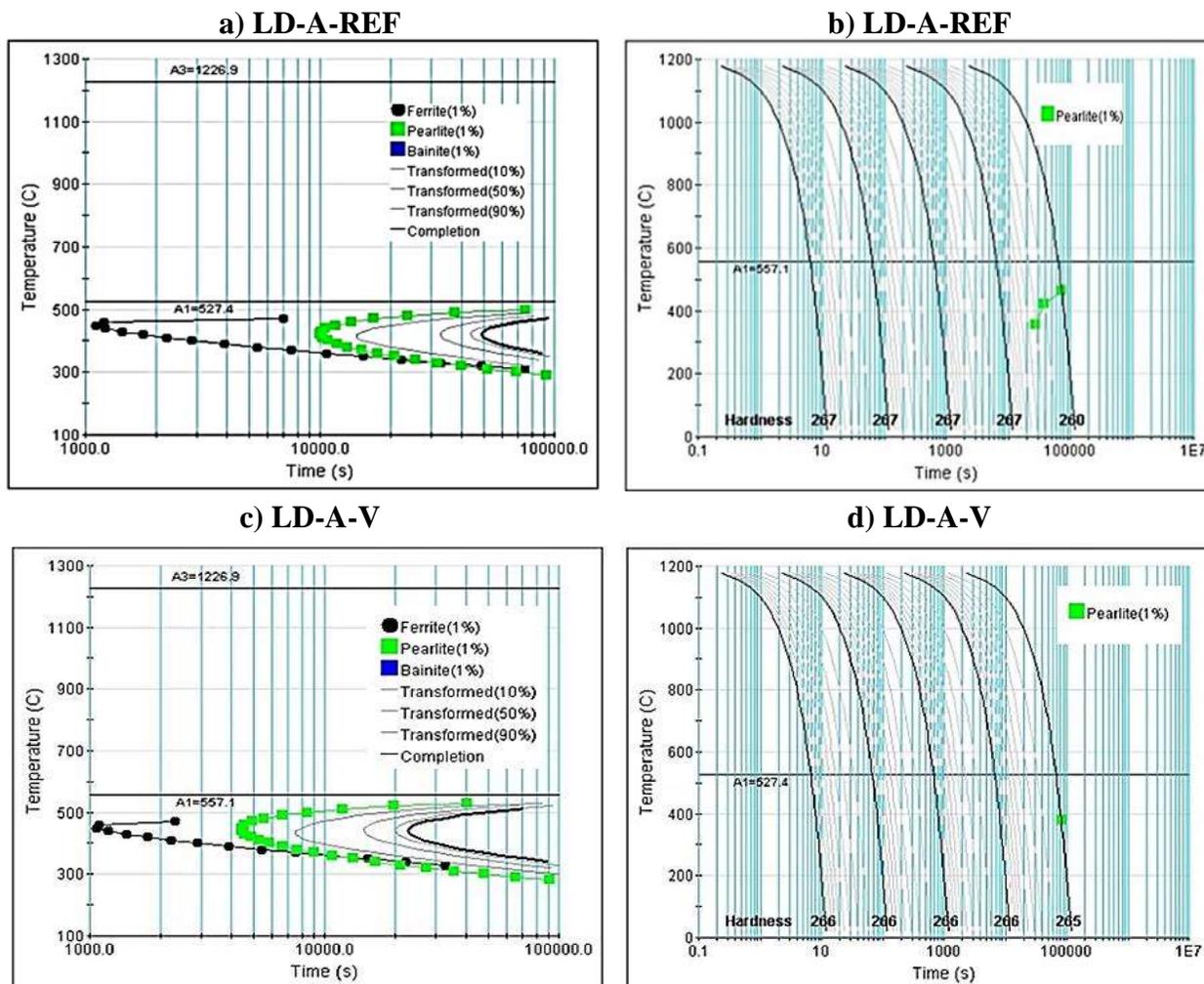


**Figura 4.2** Predicción de isopletas en función del contenido de Al de los aceros LD mediante JMatPro. (a) Isopleta de acero LD-A-REF, b) Isopleta de acero LD-A-V, c) Isopleta de acero LD-D-REF y d) Isopleta de acero LD-D-V.

#### 4.2.3. Diagramas de transformación TTT y CCT

La Figura 4.3 muestra los diagramas de transformación isotérmica (TTT) y bajo enfriamiento continuo (CCT) calculados para los aceros LD. En el diagrama TTT para el acero austenítico de

referencia (Figura 4.3a) se observa que en un rango de temperatura de A3 a A1 no presenta ninguna transformación, lo que está directamente relacionado con el alto contenido de Mn y la estabilidad de la austenita de este acero. Por otro lado, para el mismo acero (Figura 4.3b) se presenta la transformación bajo enfriamiento continuo desde la temperatura de austenización A3 hasta A1.

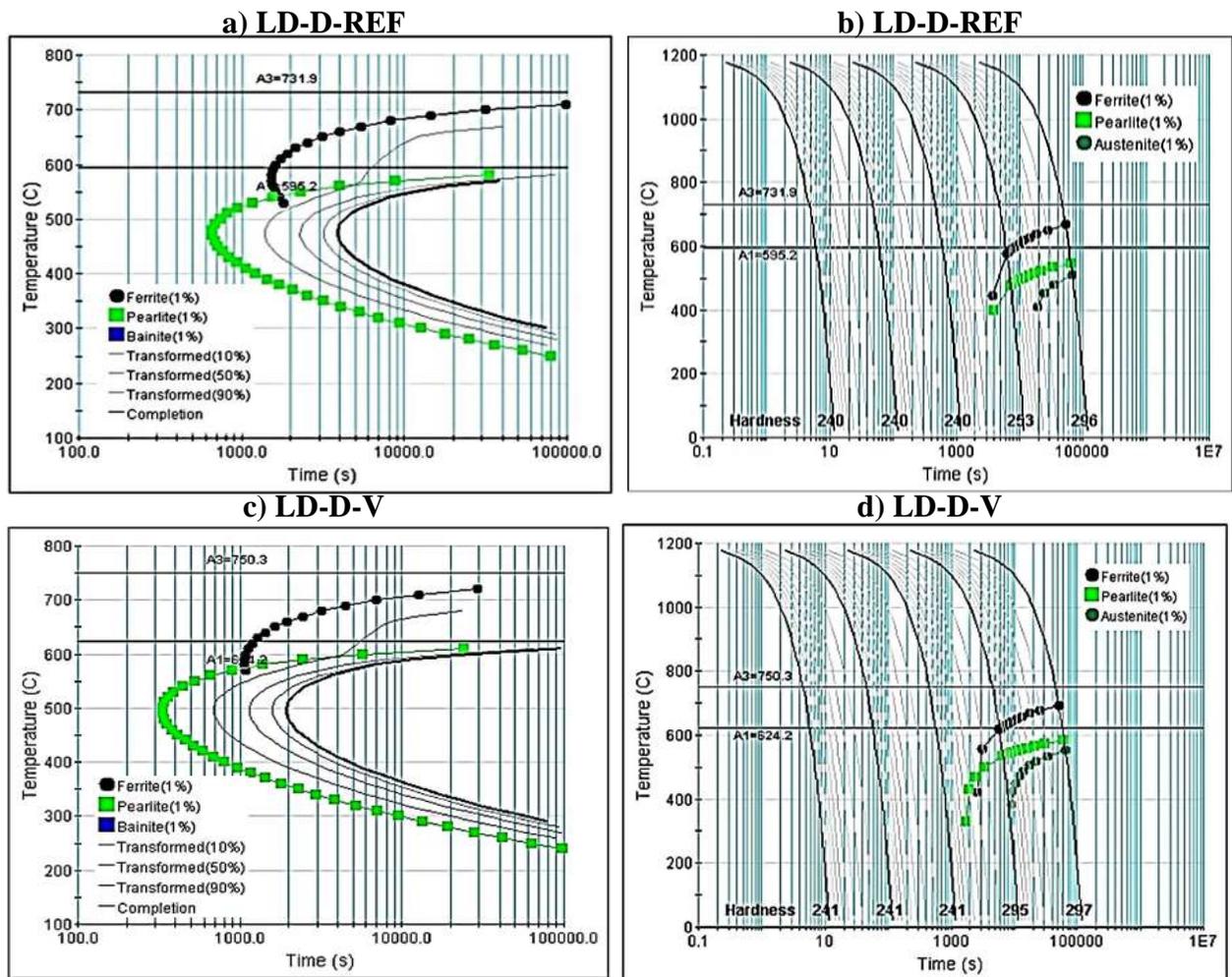


**Figura 4.3** Predicción de los diagramas TTT y CCT de los diferentes aceros avanzados: a) Diagrama TTT del acero LD-A-REF, b) Diagrama CCT del acero LD-A-REF, c) Diagrama TTT del acero LD-A-V, d) Diagrama CCT del acero LD-A-V.

En la Figura 4.3c) se observa un efecto del vanadio sobre la reducción del tiempo de transformación en la formación de ferrita y perlita. En el diagrama de la Figura 4.3d) se observa un efecto ligero del vanadio sobre la formación de perlita a velocidades de enfriamiento extremadamente lentas

respecto al acero LD austenítico de referencia. Es importante mencionar que la transformación bainítica no se presenta en el sistema Fe-Mn-Al-C, pues esta es más característica del sistema Fe-C.

La Figura 4.4a) muestra el diagrama TTT para el acero dúplex de referencia, donde se presenta la transformación de la austenita a tiempos mayores a 1000 segundos por debajo de A1, lo cual se debe al menor contenido de Mn y menor estabilidad de la austenita. En la Figura 4.4a) el diagrama TTT para el mismo acero presenta una transformación ferrítica en A1 a temperatura constante, y asimismo se presenta la transformación ferrítica a enfriamiento continuo (Figura 4.4b). También, en las Figuras 4.4c) y d) se presenta el efecto del elemento microaleante sobre el adelanto en el tiempo de la transformación de la austenita en ferrita y perlita para los diagramas TTT y CCT.

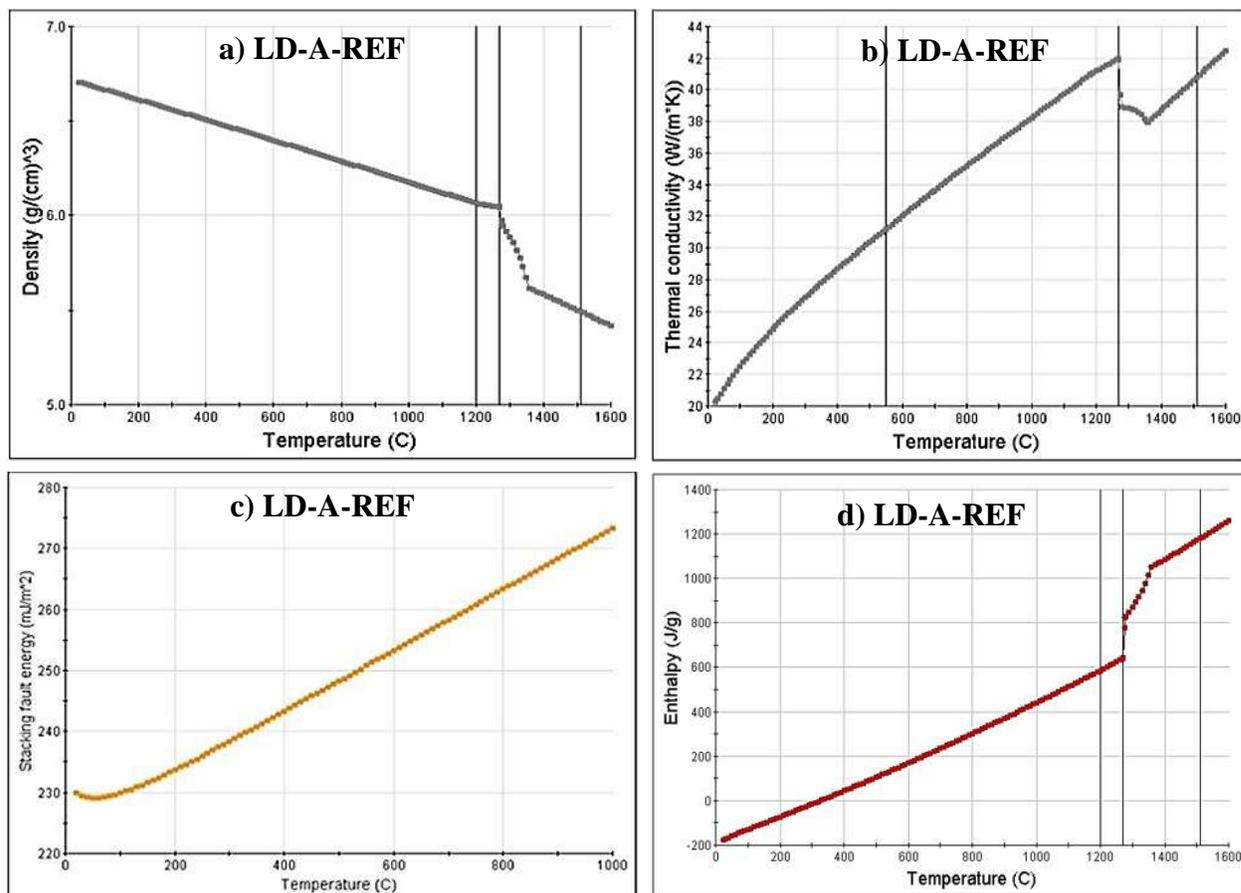


**Figura 4.4** Predicción de los diagramas TTT y CCT de los diferentes aceros avanzados: a) Diagrama TTT del acero LD-D-REF, b) Diagrama CCT del acero LD-D-REF, c) Diagrama TTT del acero LD-D-V, d) Diagrama CCT del acero LD-D-V.

Es importante resaltar que en el caso de los aceros LD dúplex la transformación de la austenita se adelanta tanto en condición isotérmica, como en condición de enfriamiento continuo debido a la menor estabilidad de la austenita por el menor contenido de Mn, lo cual marca una de las principales diferencias respecto a los aceros LD austeníticos.

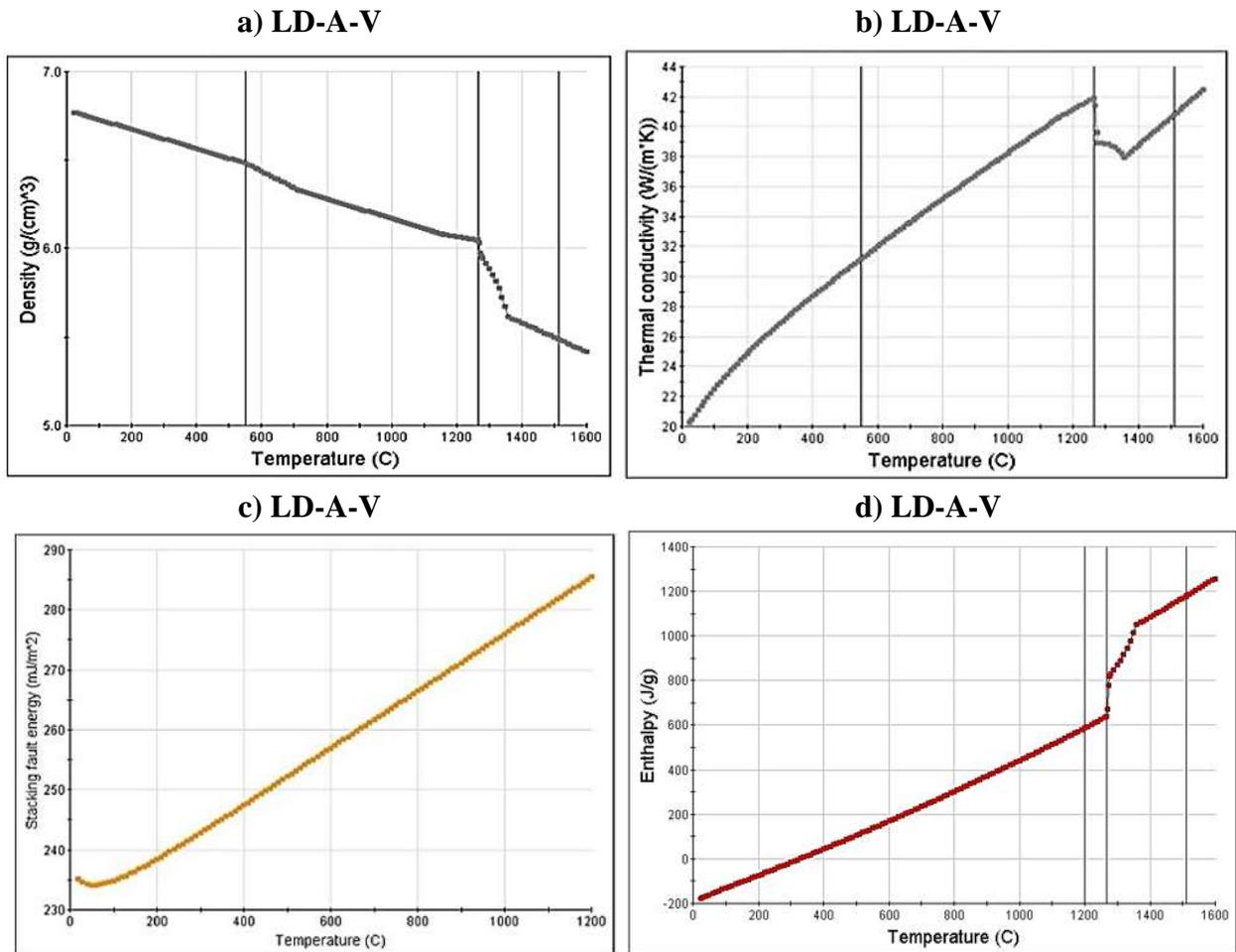
#### 4.2.4 Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas

La Figura 4.5 presenta las propiedades físicas, térmicas y termodinámicas como densidad, conductividad térmica, energía de falla de apilamiento y entalpía en función de la temperatura de los aceros LD bajo estudio. La idea central de presentar estas propiedades es con la finalidad de tener un panorama más amplio del comportamiento de los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C austeníticos y dúplex.

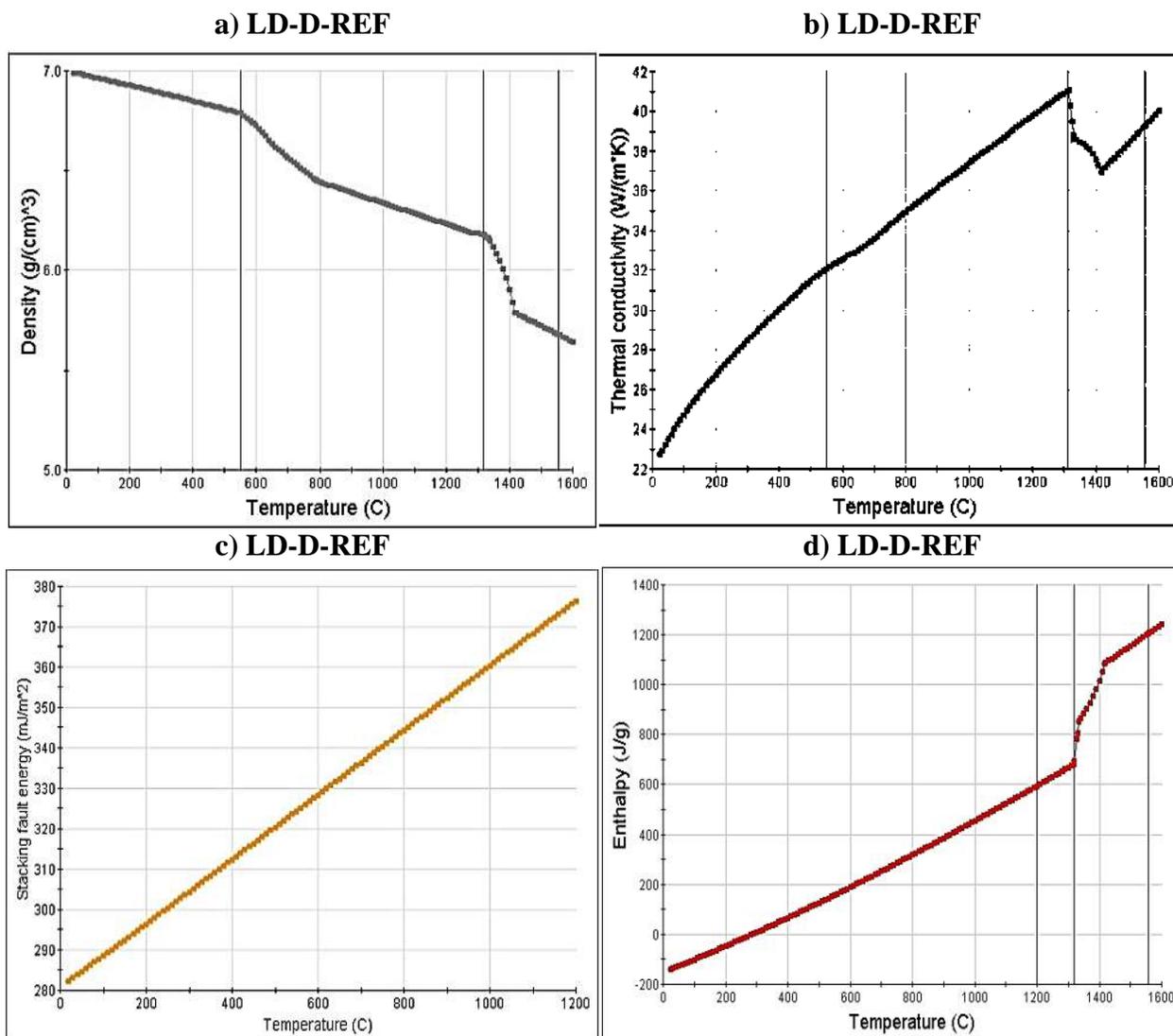


**Figura 4.5** Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-A-REF. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.

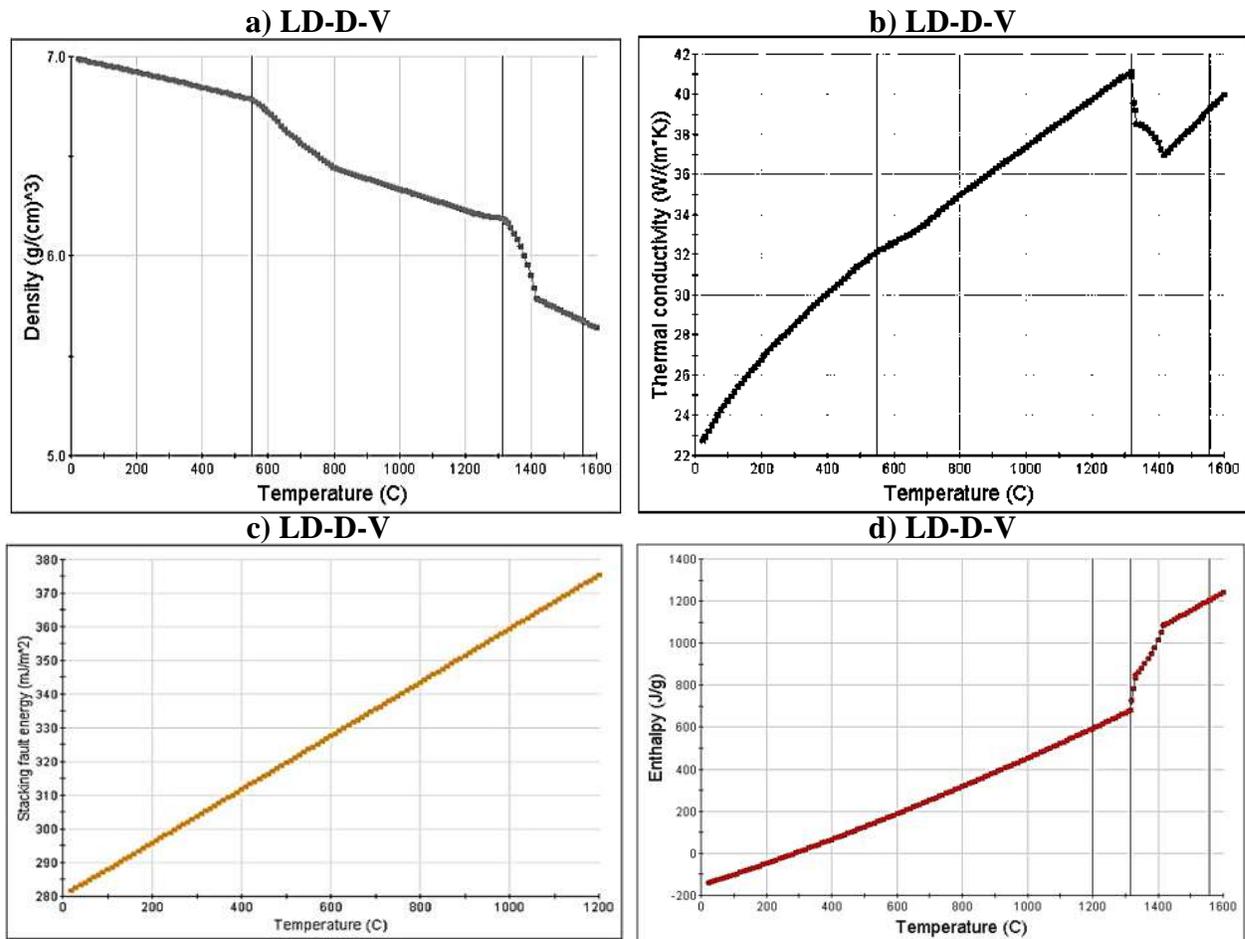
Cabe resaltar el cambio abrupto en el comportamiento de las propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en la región bifásica líquido-sólido que se presenta en todos los aceros LD (Figuras 4.5, 4.6, 4.7 y 4.8). Esto ocurre debido al cambio de estado de la materia, en donde los átomos tienden comportarse distinto debido al grado de desorden. La densidad y la conductividad térmica presentan una caída abrupta, la densidad comienza a disminuir gradualmente y la conductividad térmica disminuye y posteriormente comienza a aumentar gradualmente. Para el caso de la entalpía, esta presenta un incremento abrupto en esta región, y continúa aumentando gradualmente respecto a la temperatura.



**Figura 4.6** Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-A-V. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.



**Figura 4.7** Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-D-REF. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.



**Figura 4.8** Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en función de la temperatura del acero LD-D-V. a) Densidad, b) conductividad térmica, c) energía de falla de apilamiento y d) entalpía.

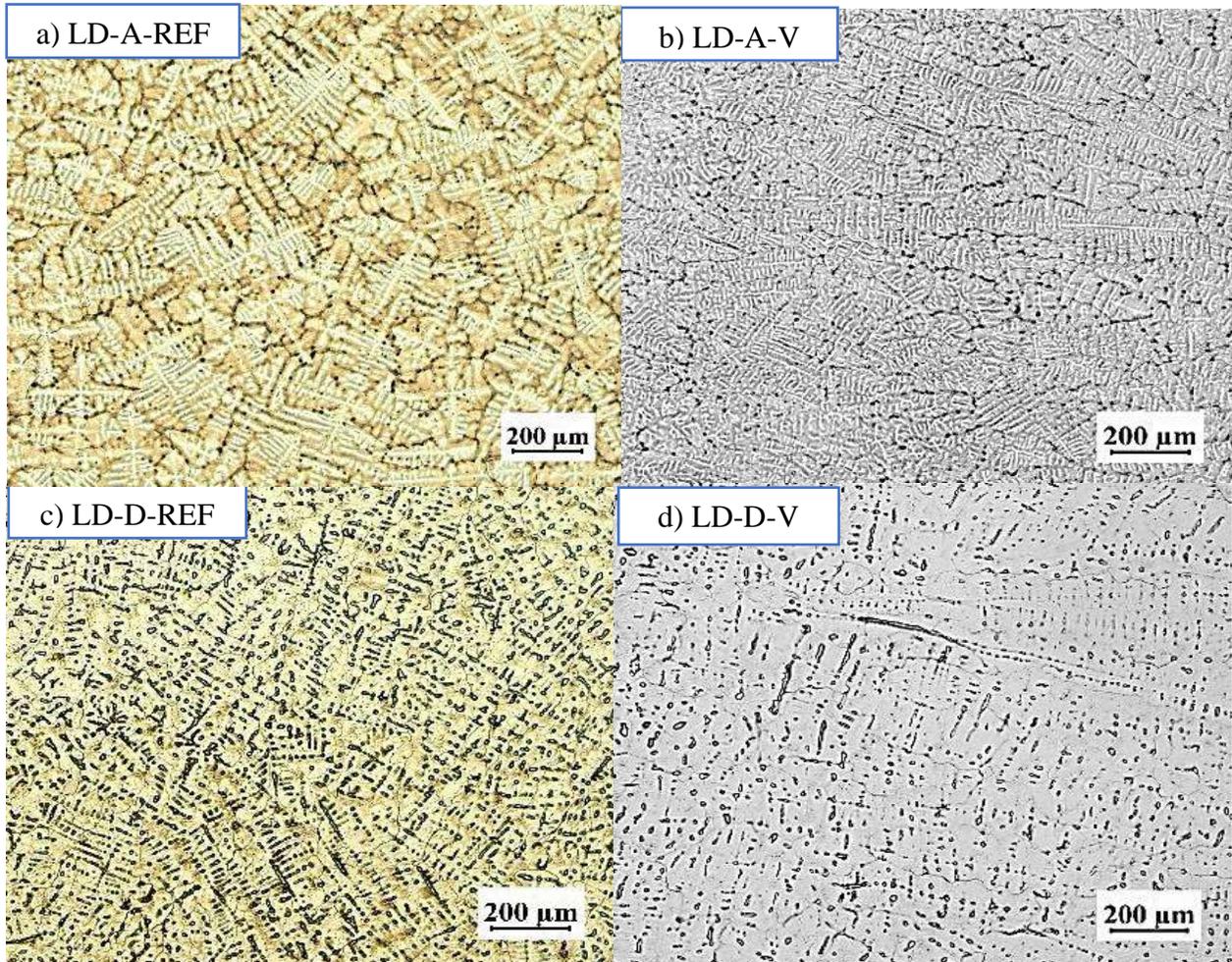
Las Figuras 4.5a), 4.6a), 4.7a) y 4.8a) muestran que la densidad de los aceros LD disminuye al aumentar la temperatura. Lo contrario ocurre con la conductividad térmica, ya que al incrementar la temperatura también incrementa la conductividad térmica como se observa en las Figuras 4.5b), 4.6b), 4.7b) y 4.8b). Este mismo comportamiento se observa en el caso de la energía de falla de apilamiento respecto a la temperatura como puede verse en las Figuras 4.5c), 4.6c), 4.7c) y 4.8c). Asimismo, en las figuras mencionadas, no se observa algún efecto significativo del vanadio sobre estas propiedades respecto a los aceros LD de referencia. En cuanto a los aceros dúplex, la energía de falla de apilamiento incrementa más que en los aceros austeníticos en función a la temperatura, lo que puede atribuirse principalmente al menor contenido de Mn que presentan los aceros dúplex. De acuerdo con las predicciones, se observa en las Figuras 4.6 y 4.7 que la conductividad térmica es más alta en los aceros austeníticos que en los aceros dúplex.

### 4.3 Caracterización de los aceros LD en condición de solidificación, tratamientos térmicos y termo-mecánico

#### 4.3.1 Microscopía óptica (LOM)

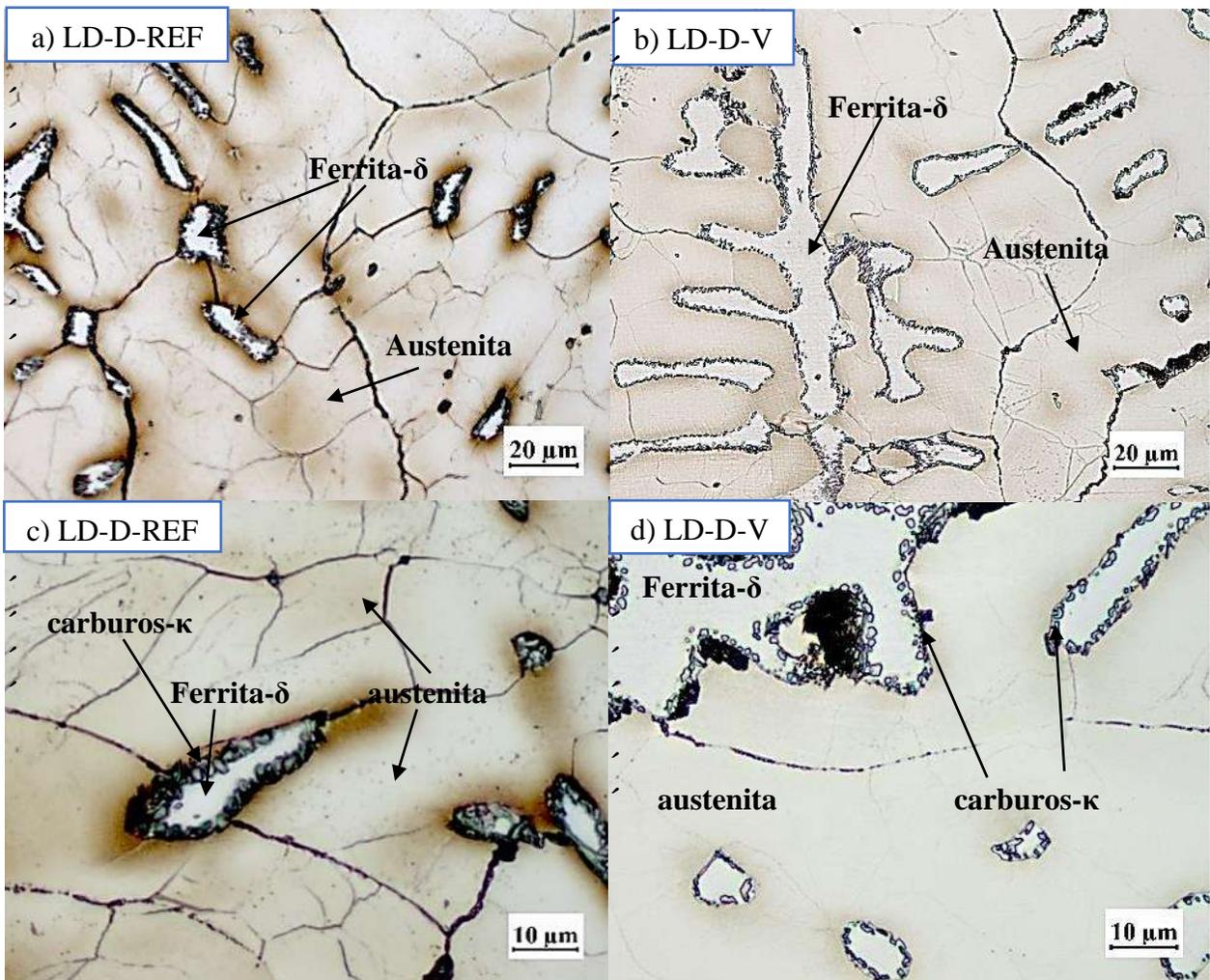
##### 4.3.1.1 Condición de solidificación (As-Cast)

La Figura 4.9 muestra las micrografías de los cuatro aceros LD en condición de solidificación (As-Cast). La solidificación que se genera en los aceros LD es del tipo dendrítica. La primera zona en solidificar es la superficie de contacto con el molde, ya que es donde ocurre la mayor velocidad de enfriamiento, y finalmente el centro del lingote es el último líquido en solidificar. La estructura dendrítica de los aceros se observa en las imágenes de la Figura 4.9.



**Figura 4.9** Micrografías de la parte inferior del lingote de los aceros avanzados LD en condición de solidificación. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

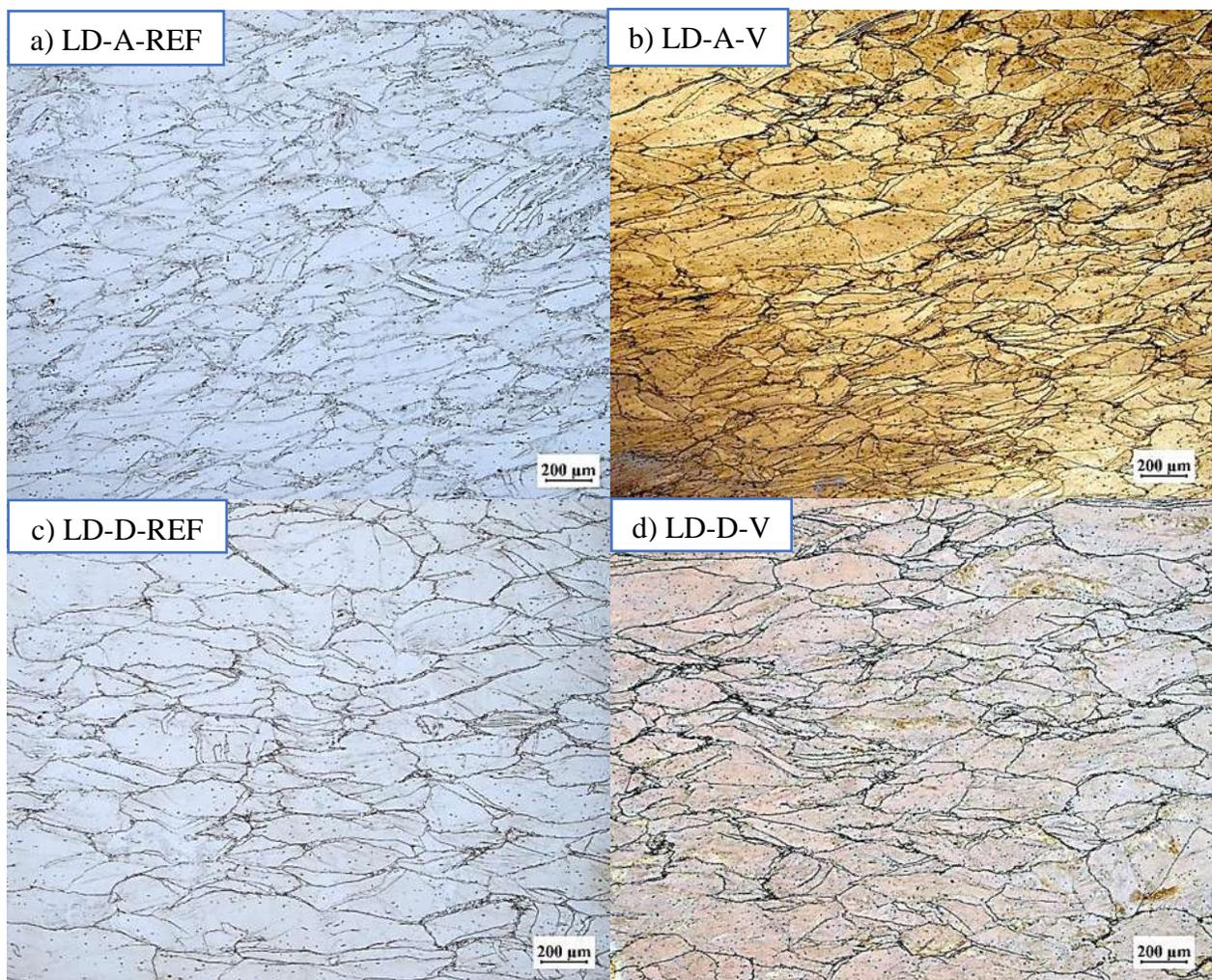
La Figura 4.10 muestra las micrografías de los aceros LD dúplex de referencia y microaleados con vanadio a mayor magnificación. En este caso, la microestructura está compuesta por una matriz de granos de austenita con granos de ferrita- $\delta$ . En las Figuras 4.10a) y b) se muestra la microestructura a mayor magnificación donde se observa la presencia de granos de ferrita- $\delta$ . En las Figuras 4.10c) y d) se observa la presencia de partículas precipitadas dentro de los granos y en los límites de grano de ambas fases presentes, las pequeñas partículas precipitadas en los límites de grano de ferrita son carburos- $\kappa$ , mejor detectados mediante microscopía electrónica de barrido. Cabe resaltar que en los aceros LD austeníticos no se detectó la presencia de ferrita, pero si de algunos carburos- $\kappa$ .



**Figura 4.10** Micrografías de los aceros avanzados LD dúplex en condición de solidificación a diferente magnificación. a) Acero LD-D-REF, b) Acero LD-D-V, c) Acero LD-D-REF y d) Acero LD-D-V.

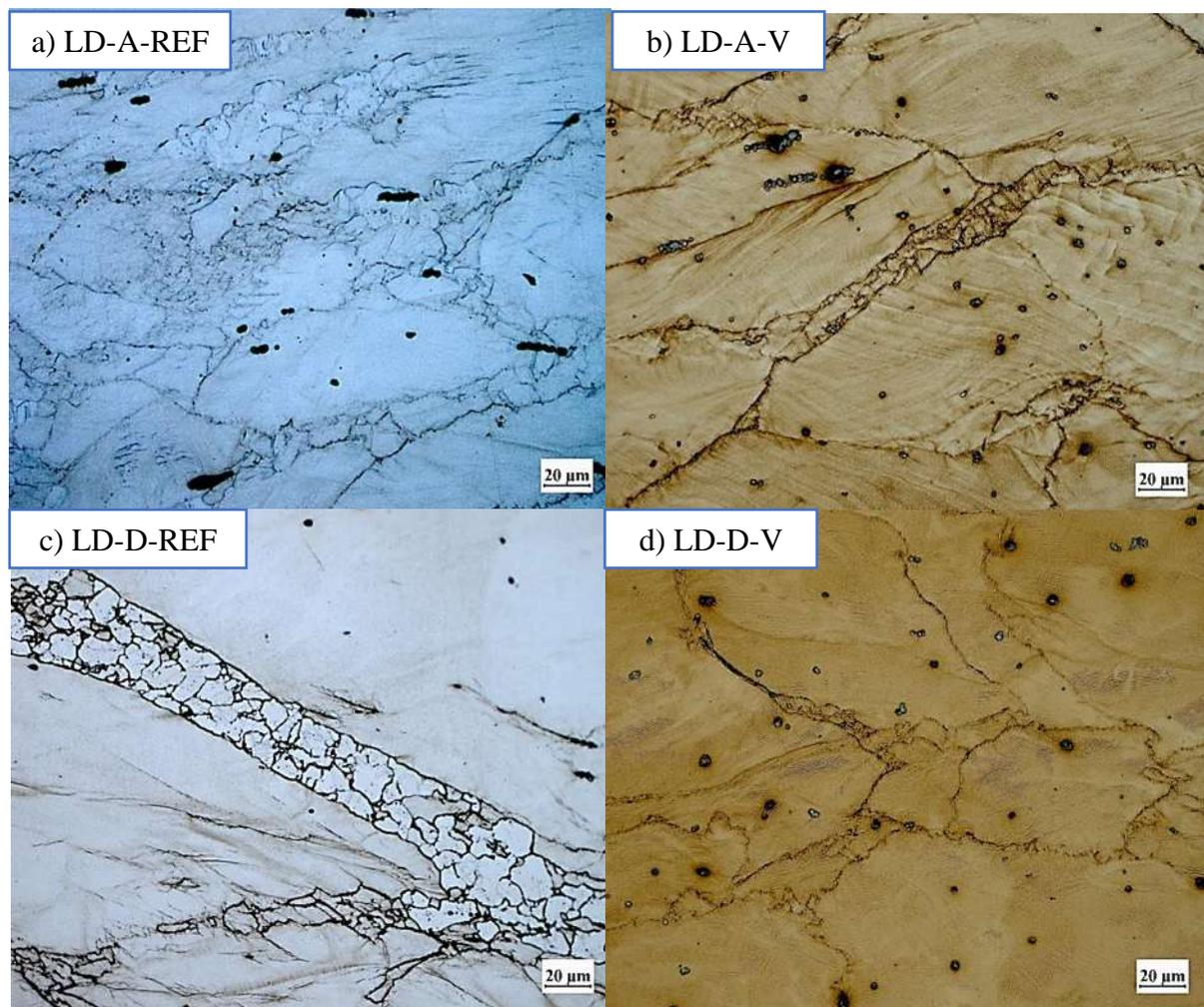
#### **4.3.1.2 Tratamiento térmico de homogenización y termo-mecánico de primera laminación en caliente**

En la Figura 4.11 se observan las micrografías de los cuatro aceros estudiados bajo un tratamiento térmico de homogeneización seguido de un tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente, en donde se observa una morfología de granos deformados en sentido de la laminación. En este caso, se obtuvo una reducción del 62.5 % del espesor en un rango de temperatura de deformación entre 1100 y 950 °C, donde se promueve el mecanismo de recristalización dinámica (DRX).



**Figura 4.11** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

En la Figura 4.11a) se observa que el acero austenítico de referencia (LD-A-REF) presenta ligeramente mayor recrystalización dinámica (DRX) (ver Figura 4.12) comparado con los demás aceros. Cabe destacar que este acero fue el que presentó mayor DRX en forma de estructuras de collar, lo cual podría atribuirse a que experimentó ligeramente mayor grado de deformación (5%) respecto al resto de los aceros, lo que aporta mayor cantidad de energía de activación para el mecanismo de DRX. En general, el grado de recrystalización dinámica presentado en esta etapa fue bajo, prevaleciendo los granos deformados respecto a los recrystalizados equiaxiales.



**Figura 4.12** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente a una magnificación de 500x. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

La Tabla 4.2 presenta los valores de tamaño de grano promedio obtenidos para los aceros LD bajo tratamiento térmico de homogeneizado y termo-mecánico de primera laminación en caliente.

**Tabla 4.2** Tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogeneización y termo-mecánico de primera laminación en caliente.

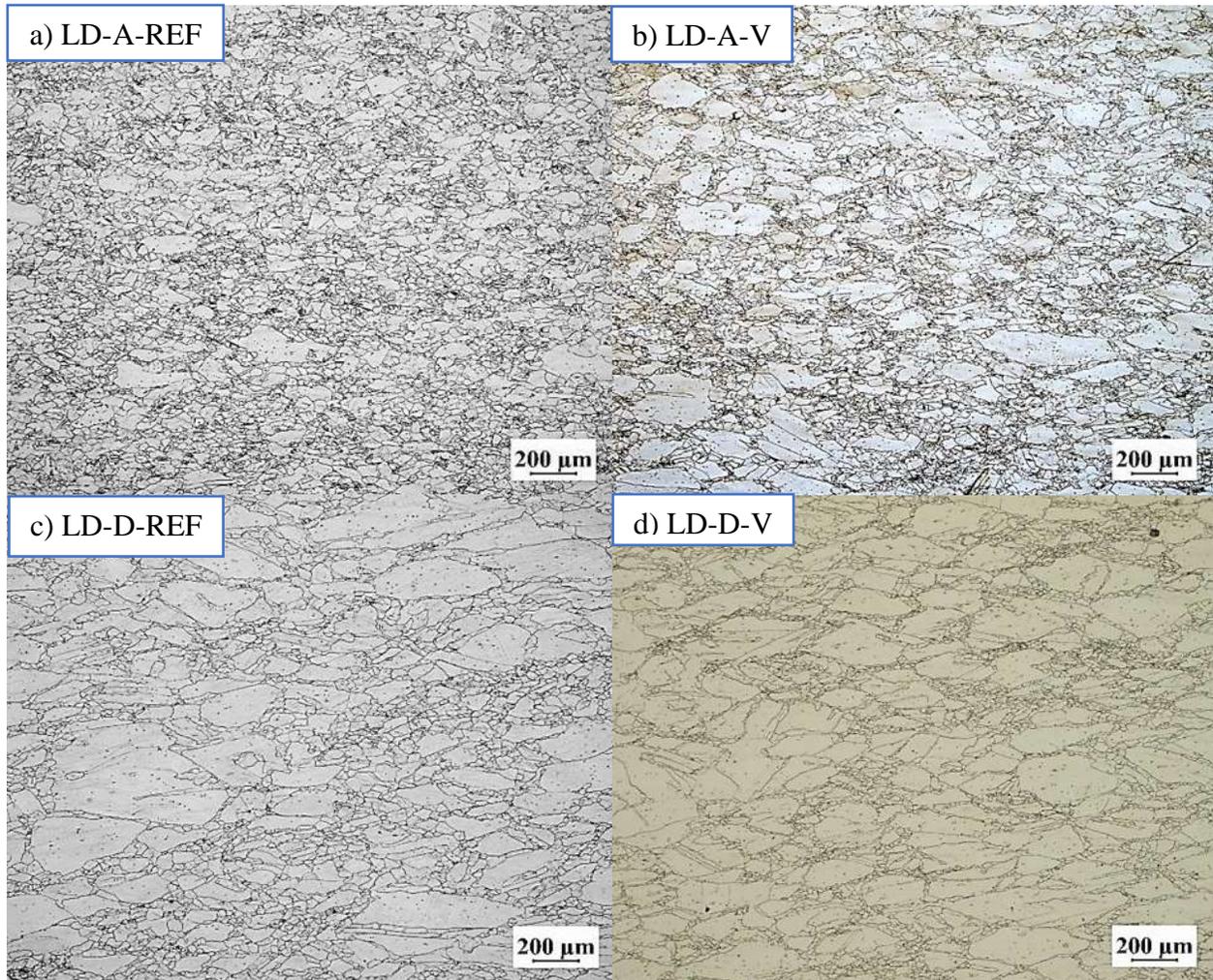
Acero	Tamaño de grano promedio (granos deformados), $\mu\text{m}$	Tamaño de grano promedio (granos recristalizados, estructuras de collar), $\mu\text{m}$
<b>LD-A-REF</b>	$270.5 \pm 11$	$5 \pm 0.7$
<b>LD-A-V</b>	$264.1 \pm 9$	$10 \pm 1.2$
<b>LD-D-REF</b>	$387.8 \pm 15$	$7 \pm 0.8$
<b>LD-D-V</b>	$351.1 \pm 12$	-

Los aceros LD presentaron un tamaño de grano relativamente burdo después del tratamiento térmico de homogeneizado y termo-mecánico de laminación en caliente, debido al crecimiento de grano durante la homogeneización y la falta de deformación plástica, por lo que el mecanismo de recristalización no pudo completarse. Sin embargo, se observan pequeñas estructuras de collar o granos recristalizados alrededor los límites de los granos deformados, en donde se presenta un tamaño de granos recristalizados de hasta  $5 \mu\text{m}$  para el caso del acero austenítico de referencia (LD-A-REF).

#### **4.3.1.3 Segundo tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente**

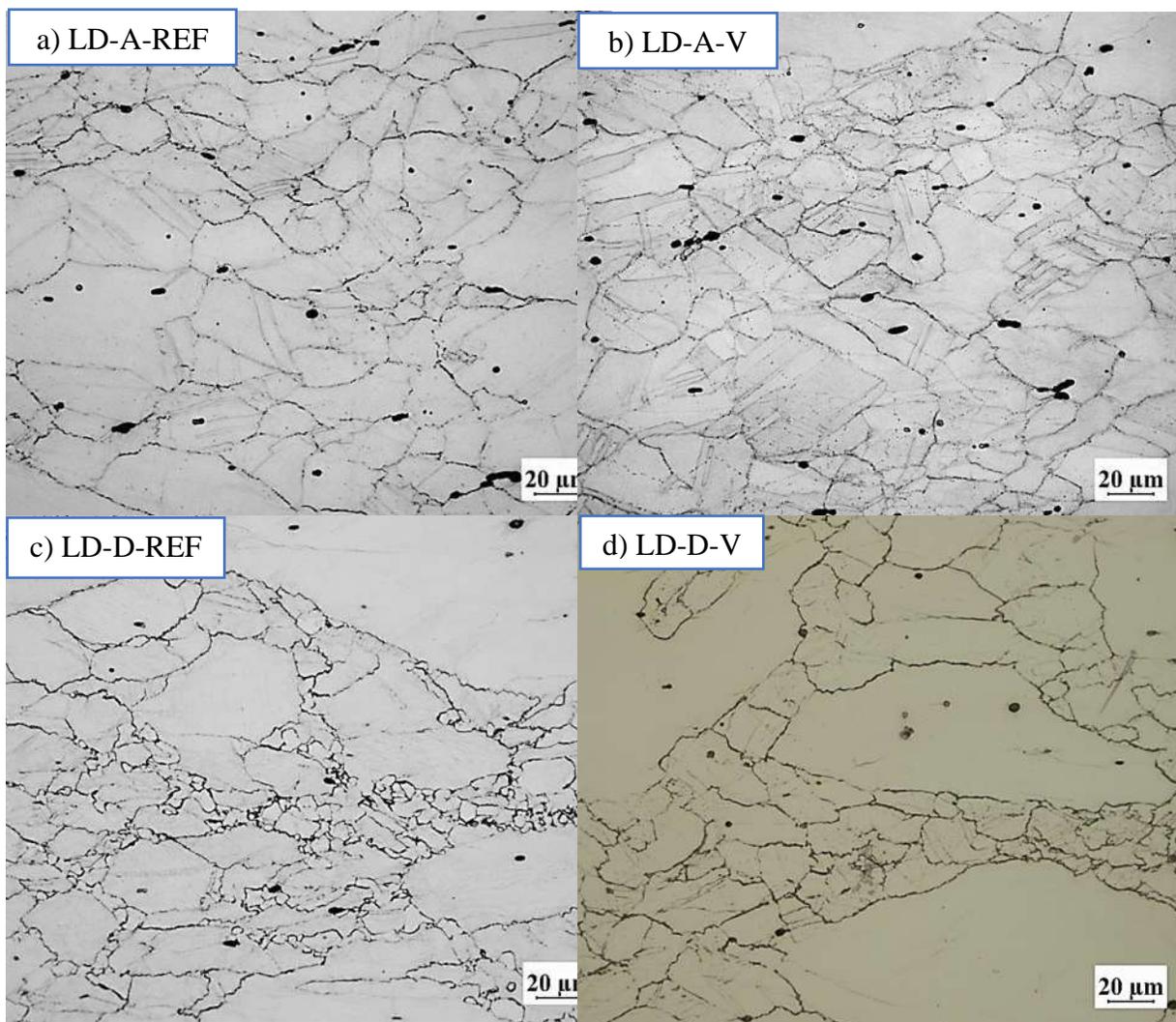
En la Figura 4.13 se muestran las micrográficas de un segundo tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente, el cual se realizó debido a la poca DRX que se obtuvo durante la primera laminación. En este caso se obtuvo una reducción del 75% del espesor original de la placa. Al realizar el segundo tratamiento se presentó mayor DRX en los aceros LD austeníticos, tal como se aprecia en las Figuras 4.13a) y b). En el caso de los aceros dúplex también hubo un incremento en la DRX, pero se mantuvo parte de la microestructura del tratamiento termo-mecánico anterior, tal como se aprecia en las Figuras 4.13c) y d). Lo anterior debido a la falta de condiciones para activar el mecanismo de recristalización dinámica en estos aceros, tales como cantidad de deformación, velocidad de deformación y temperatura.

Debido a la cantidad de energía almacenada durante el tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente, se obtuvo una mejor DRX, por lo cual se generó un mayor número de granos recristalizados y distribuidos más uniformemente, particularmente en los aceros austeníticos.



**Figura 4.13** Tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

En la Figura 4.14 se muestra las micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente a mayor magnificación, en donde se observa con mayor detalle los granos recristalizados en las estructuras de collar, además de la presencia de maclas de recocido que cruzan a lo largo de la mayoría de los granos recristalizados.



**Figura 4.14** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente a una magnificación de 500x. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

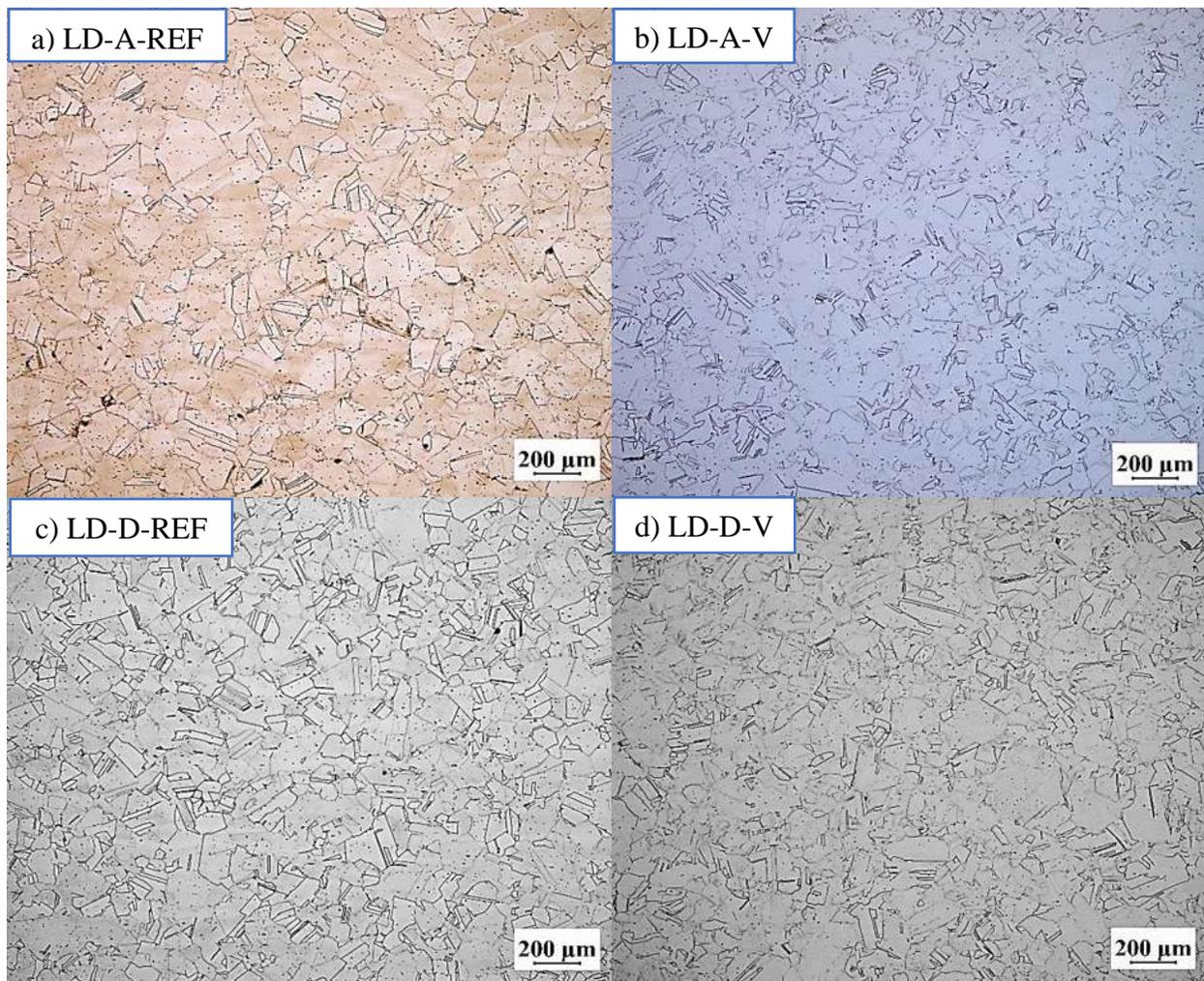
En la Tabla 4.3 se muestran los valores de tamaño de grano promedio obtenidos mediante el método de intercepción lineal.

**Tabla 4.3** Tamaño de grano promedio obtenido en condición del tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente.

<b>Acero</b>	<b>Tamaño de grano promedio (granos deformados), <math>\mu\text{m}</math></b>	<b>Tamaño de grano promedio (granos recristalizados, estructuras de collar), <math>\mu\text{m}</math></b>
<b>LD-A-REF</b>	$22.53 \pm 5$	$5 \pm 0.8$
<b>LD-A-V</b>	$32.15 \pm 6$	$7.5 \pm 0.9$
<b>LD-D-REF</b>	$87.68 \pm 8$	$6 \pm 0.8$
<b>LD-D-V</b>	$127.18 \pm 12$	$4.5 \pm 0.6$

#### **4.3.1.4 Tratamiento térmico de solubilizado**

La Figura 4.15 muestra las micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de solubilizado. En estas micrografías se puede observar un tamaño de grano austenítico equiaxial más uniforme que en otras condiciones analizadas en el presente trabajo de investigación. Esto se debe a que las fases previas fueron disueltas por efecto de la temperatura y tiempo de permanencia a las que se sometieron los aceros LD y posteriormente el temple aplicado para retener la microestructura obtenida a alta temperatura. El tamaño de grano promedio obtenido en los cuatro aceros es cercano a las 90  $\mu\text{m}$ . Cabe destacar la presencia de maclas de recocido sobre los granos de austenita, principalmente maclas de recocido incompletas. Esto se observa más en los aceros LD austeníticos y dúplex de referencia, lo cual se podría atribuirse a la ausencia del V, sin embargo, en los cuatro aceros estudiados en el presente proyecto de investigación presentan una gran cantidad de maclas de recocido.

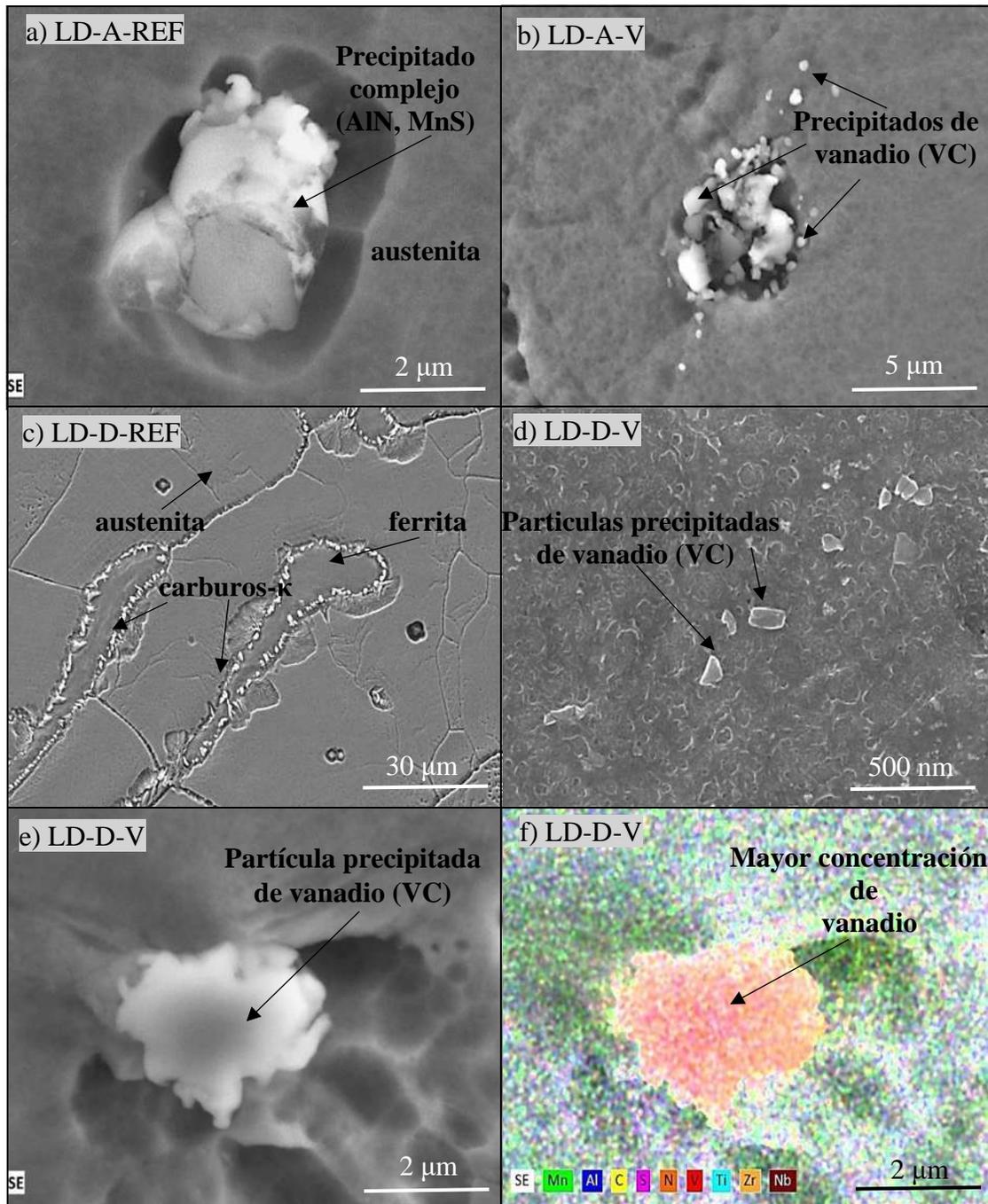


**Figura 4.15** Micrografías de aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de solubilizado. a) Acero LD-A-REF. b) Acero LD-A-V. c) Acero LD-D-REF. d) Acero LD-D-V.

Huang y col. [75] investigaron un acero LD con una composición 28Mn-8Al-1C y aplicaron un tratamiento térmico de solubilizado, en donde obtuvieron morfología y tamaño de grano similar al obtenido en este trabajo, con maclas de recocido tales como las que se presentan en las imágenes de la Figura 4.15c) y d). El efecto del vanadio en los aceros LD, se ve reflejado en una ligera inhibición del crecimiento del tamaño de grano durante el tratamiento térmico aplicado, además de formar partículas precipitadas de segundas fases distribuidas uniformemente en el interior de los granos y en límites de grano.

### ***4.3.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)***

La Figura 4.16 muestra las micrografías de los aceros avanzados LD mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) en condición de solidificación y tratamiento térmico de homogeneizado y termo-mecánico de laminación en caliente. El rastreo se llevó a cabo en sentido de la laminación en caliente, desde el centro hacia la superficie para detectar la presencia de precipitados de vanadio y fase kappa. La naturaleza química de precipitados e inclusiones no metálicas se determinó mediante energía dispersiva de rayos-X (SEM-EDS). El análisis corroboró la presencia de partículas precipitadas complejas, compuestas por Al, N, V, S, Nb y C. Se observó que el vanadio tiene mucha afinidad con el aluminio y el carbono, además que también se encuentra como partículas de V dispersas al interior de los granos y en límites de estos del acero, tal como se muestra en la Figura 4.16d). En la Figura 4.16e) se muestra una partícula precipitada de V con Ti, Zr y Nb y en la Figura 4.16f) se muestra el mapeo realizado mediante EDS, detectando los elementos presentes en la partícula precipitada. De acuerdo con el análisis químico se detectó en su mayoría la presencia de V, por lo que se le denomina carburo de vanadio (VC). Asimismo, en los aceros LD dúplex en condición de solidificación, los carburos- $\kappa$  se encontraron en los límites de grano de las dendritas de ferrita como se muestra en la Figura 4.16 c) al igual que lo reportado por otros autores [13]. Esto corrobora la hipótesis sobre la formación de carburos- $\kappa$  en ambos aceros (Figura 4.10). Estos carburos se generan en los límites de grano de la ferrita, ya que actúan como agentes nucleantes para su formación, además de que la descomposición espinodal ocurre más fácilmente en la ferrita que en la austenita. Zuazo y col. [77] Investigaron un acero austenítico 28Mn-9Al-1C, en donde se observó la formación de carburos- $\kappa$  en los límites de grano después de aplicarse un tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.



**Figura 4.16** Micrografías de aceros avanzados LD tomadas mediante SEM. a) Partícula compleja en acero LD-A-REF en condición de solidificación, b) Partículas precipitadas de vanadio en acero LD-A-V bajo condición de homogeneizado y laminación en caliente, c) Carburos- $\kappa$  en límite de grano de dendritas de ferrita en acero LD-D-R en condición de solidificación, d) Precipitados de vanadio de tamaño nanométrico en acero (LD-D-V) en condición de solubilizado, e) Partícula compleja de vanadio en acero LD-D-V en condición de homogeneizado y laminación en caliente, y f) Mapeo mediante EDS de partícula de precipitados compleja de vanadio en acero LD-D-V en condición de homogeneizado y laminación en caliente.

### 4.3.3 Ensayos de microdureza Vickers

En la Tabla 4.4 se presentan los resultados de los ensayos de microdureza Vickers de los cuatro aceros LD en condición de solidificación, tratamientos térmicos y termo-mecánico de laminación en caliente.

**Tabla 4.4** Resultados microdureza en escala Vickers de aceros avanzados LD diferentes condiciones de tratamientos térmicos y termo-mecánicos.

Acero	Solidificación	Homogeneizado y laminación en caliente	Segunda laminación en caliente	Solubilizado	Envejecimiento
LD-A-REF	362.3 ± 17	353.2 ± 20	400 ± 11	375 ± 12	325 ± 15
LD-A-V	365.3 ± 21	392 ± 24	387.4 ± 15	232.7 ± 7	260 ± 12
LD-D-REF	502.6 ± 16	460 ± 16	406.2 ± 15	371 ± 12	405 ± 16
LD-D-V	461 ± 20	466.4 ± 15	437 ± 18	389.3 ± 10	400 ± 8

El valor de dureza más alto obtenido fue en condición de solidificación del acero dúplex de referencia (LD-D-REF), en donde se tiene un valor de 502.6 HV, lo que puede atribuirse a la presencia de la fase kappa la cual fue detectada mediante microscopia electrónica de barrido (SEM). Cabe mencionar que la fase kappa solamente fue encontrada en los aceros dúplex bajo esta condición, lo cual explica la elevada dureza que presentaron estos dos aceros como se observa en la Tabla 4.4.

En la condición de tratamiento térmico de homogeneización y laminación en caliente, el valor de dureza más alto obtenido fue del acero LD-D-V con 466 HV, lo cual se atribuye a la presencia de precipitados presentes al interior y en límites de grano de la fase austenita. El acero que presentó menor dureza fue el LD-A-REF con 353.22 HV, lo cual se asocia con un tamaño de grano mayor y la poca presencia de partículas precipitadas. Mapelli y col. [76] realizaron ensayos de microdureza Vickers para aceros avanzados LD, con composiciones (10-20-30)Mn-(9-12)Al-(0.4-1)C después de aplicarles un tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. Obtuvieron valores de microdureza desde 216 HV para un acero austenítico 30Mn-9Al-1C, y hasta 403 HV

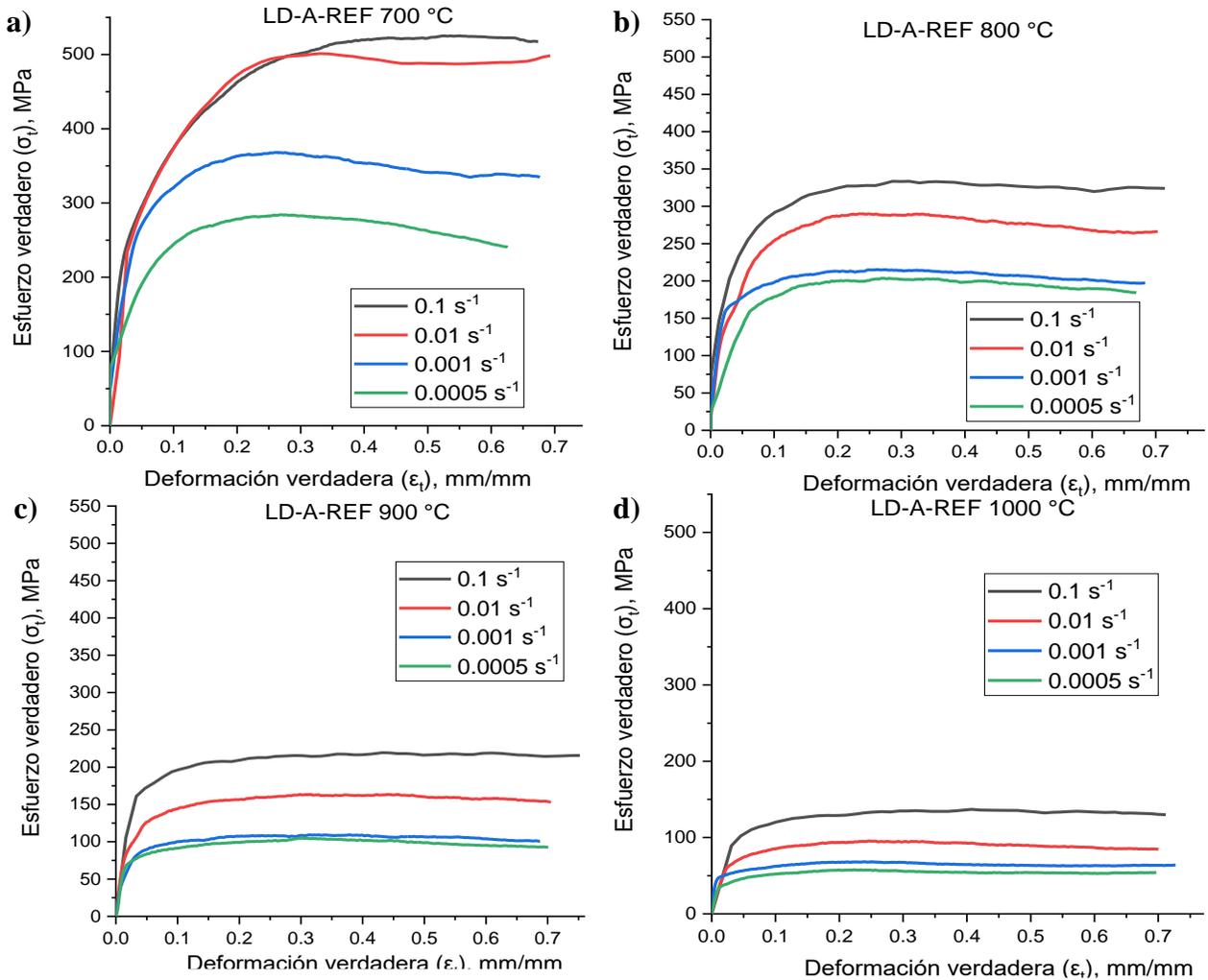
para un acero dúplex 10Mn-12Al-1C, lo cual está son valores inferiores respecto a los resultados aquí obtenidos. En la condición de tratamiento termo-mecánico de segunda laminación en caliente los valores de microdureza se mantienen en un rango similar al de la primera laminación, pero de acuerdo con el cambio de microestructura se presentó un grado mayor de DRX. En la condición de tratamiento térmico de solubilizado, se obtuvo una mayor estabilidad en los valores de microdureza, debido al efecto de disolución de todos los elementos presentes y a la uniformidad de la microestructura. El valor máximo obtenido fue en el acero dúplex microaleado con vanadio (LD-D-V), lo cual se asocia a un mayor endurecimiento debido a la presencia de fase kappa. En la condición de tratamiento térmico de envejecimiento se presentó un incremento en los valores de microdureza en los aceros LD austeníticos, dúplex de referencia y microaleados, lo cual se atribuye principalmente a la precipitación de carburos- $\kappa'$  (intragranulares) y carburos- $\kappa^*$  (intergranulares) que se presentó en los cuatro aceros estudiados en el presente proyecto de investigación.

#### **4.4 Ensayos de compresión uniaxial en caliente y modelación de las curvas de fluencia**

##### ***4.4.1 Curvas esfuerzo-deformación verdaderas***

Las curvas esfuerzo-deformación verdaderas se presentan para cada una de las temperaturas ensayadas (700, 800, 900 y 1000 °C), con las correspondientes velocidades de deformación (0.1, 0.01, 0.001 y 0.0005 s<sup>-1</sup>), con la finalidad de observar el comportamiento en el esfuerzo y la deformación con variación de la temperatura con las distintas velocidades de deformación aplicadas.

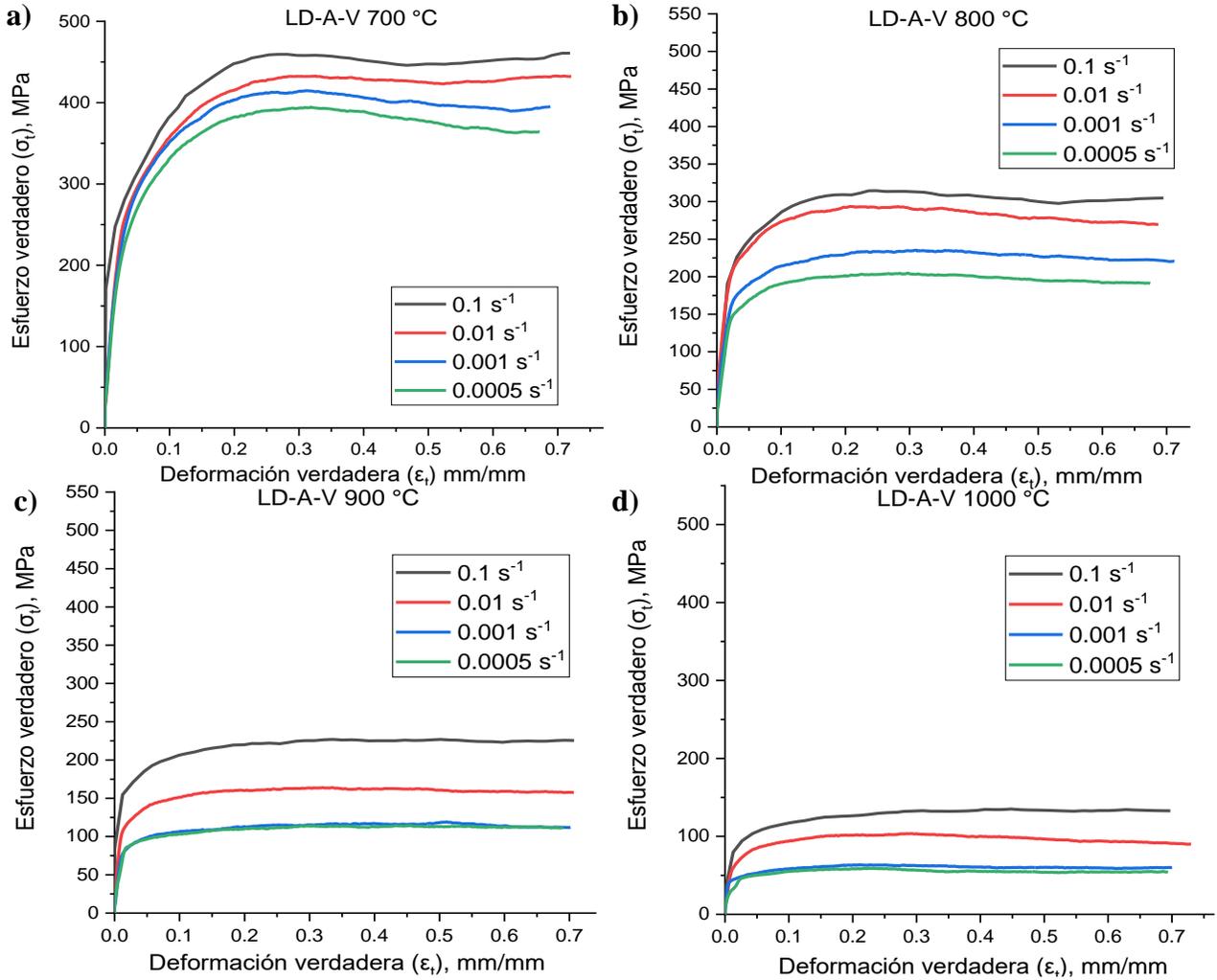
La Figura 4.17 muestra las curvas esfuerzo-deformación verdaderas del acero LD austenítico de referencia (LD-A-REF). Como puede observarse en las imágenes de las Figuras 4.17a) y b) a bajas temperaturas el esfuerzo pico alcanzado es mucho mayor que el alcanzado a altas temperaturas, como se muestra en las imágenes de la Figura 4.17c) y d).



**Figura 4.17** Curvas esfuerzo-deformación verdaderas del acero LD-A-REF. a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.

La Figura 4.18 muestra las curvas esfuerzo-deformación verdaderas del acero LD austenítico microaleado con vanadio (LD-A-V). Para este acero se observa que el esfuerzo pico es menor que, el del acero de referencia a 700 y 800 °C (Figuras 4.18a) y b)), en donde la diferencia es más de 60 MPa en todas las curvas, a excepción de las condiciones de velocidad de deformación más lentas ( $1 \cdot 10^{-3}$  y  $5 \cdot 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>). En este caso se presenta una mayor caída del esfuerzo pico respecto al acero de referencia. Cabe destacar que a temperaturas de 900 y 1000 °C ambos aceros tienden a presentar valores de esfuerzo similares. Es importante mencionar que en los aceros LD austeníticos, la fase austenita presenta un alto grado de estabilidad en el rango de las temperaturas ensayadas. Li y col. [72] realizaron ensayos de compresión en caliente para determinar las curvas de esfuerzo

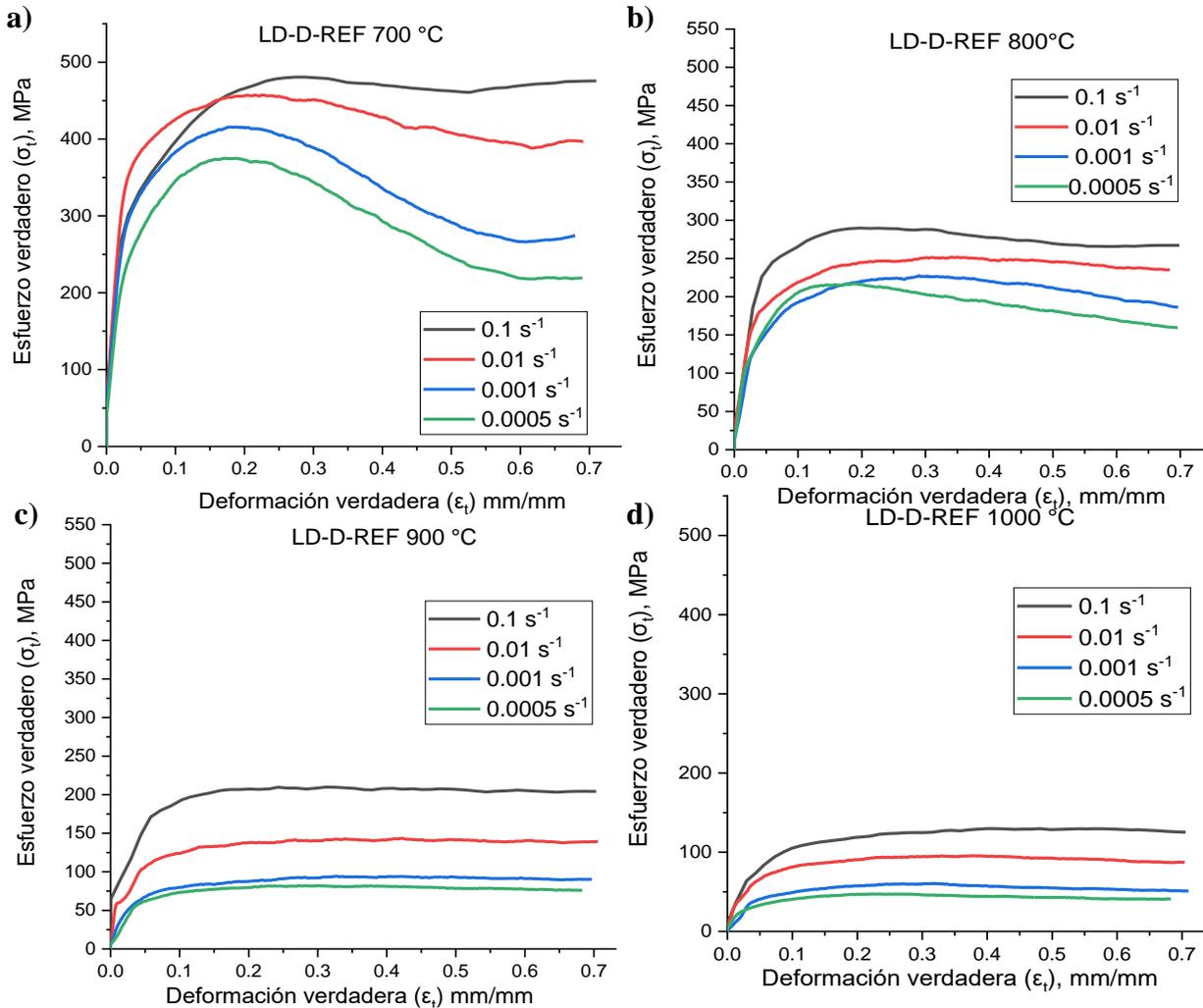
deformación para un acero LD austenítico 27Mn-11.5Al-0.95C, el rango de temperatura en el que realizaron los ensayos fue de 900 a 1150 °C y obtuvieron un esfuerzo pico de 220 MPa a una temperatura de 900 °C a una velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$ . Para la misma condición en este trabajo se obtuvieron valores similares sobre los 220 MPa para los aceros LD austeníticos, lo cual está acorde con los resultados obtenidos por otros investigadores.



**Figura 4.18** Curvas esfuerzo-deformación verdaderas del acero LD-A-V. a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.

La Figura 4.19 muestra las curvas esfuerzo-deformación verdaderas de compresión en caliente para el acero LD dúplex de referencia (LD-D-REF). Como puede observarse en la Figura 4.19a) las curvas a velocidad de deformación más lenta, presentan una caída muy fuerte que va del esfuerzo

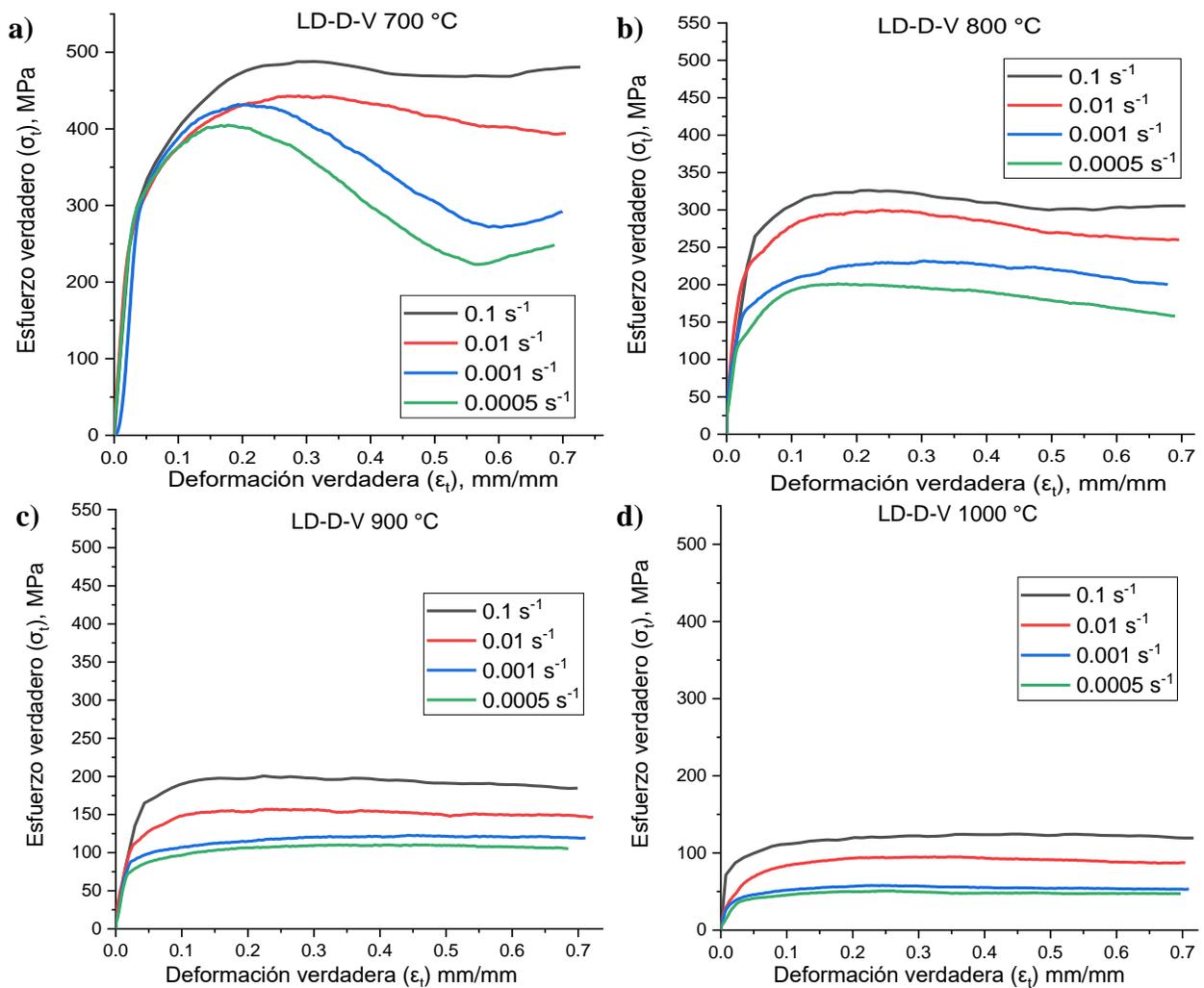
pico al estado estable, particularmente a baja temperatura. Esta inestabilidad de la fluencia plástica está asociada con la presencia de ferrita y carburos- $\kappa$ .



**Figura 4.19** Curvas esfuerzo-deformación verdadera del acero LD-D-REF. a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.

Liu y col. [88] investigaron el comportamiento de la deformación en caliente de un acero LD dúplex Fe-11Mn-10Al-09C. Reportaron que a bajas temperaturas de deformación ( $\leq 900$  °C) la descomposición de austenita en ferrita y la formación de carburos- $\kappa$  intergranulares son los responsables de la inestabilidad en las curvas de fluencia durante la deformación en caliente. Por otro lado, indican que a altas temperaturas de deformación ( $\geq 950$  °C) la curva mantiene una estabilidad después del esfuerzo pico. También reportan que en los mapas de procesamiento existe

la presencia de dos regiones de inestabilidad en las curvas de fluencia, la primera en un rango de temperatura de 800 a 875 °C y velocidades de deformación cercanas a  $0.05 \text{ s}^{-1}$ , como resultado de la formación de carburos- $\kappa^*$ . La segunda zona de inestabilidad se localiza en un rango de temperaturas de 950 a 1100 °C y velocidades de deformación de 1 a  $10 \text{ s}^{-1}$ , como un resultado de una estructura de collar (necklace) heterogénea debido a la recristalización dinámica (DRX) parcial. La Figura 4.20 muestra las curvas de compresión en caliente de esfuerzo-deformación verdaderas del acero dúplex microaleado con vanadio (LD-D-V), para la Figura 4.20a) se observa el mismo comportamiento que la Figura 4.19a), a diferencia de los aceros austeníticos LD que en ningún caso presentan esta inestabilidad durante la fluencia plástica en caliente a esta temperatura.



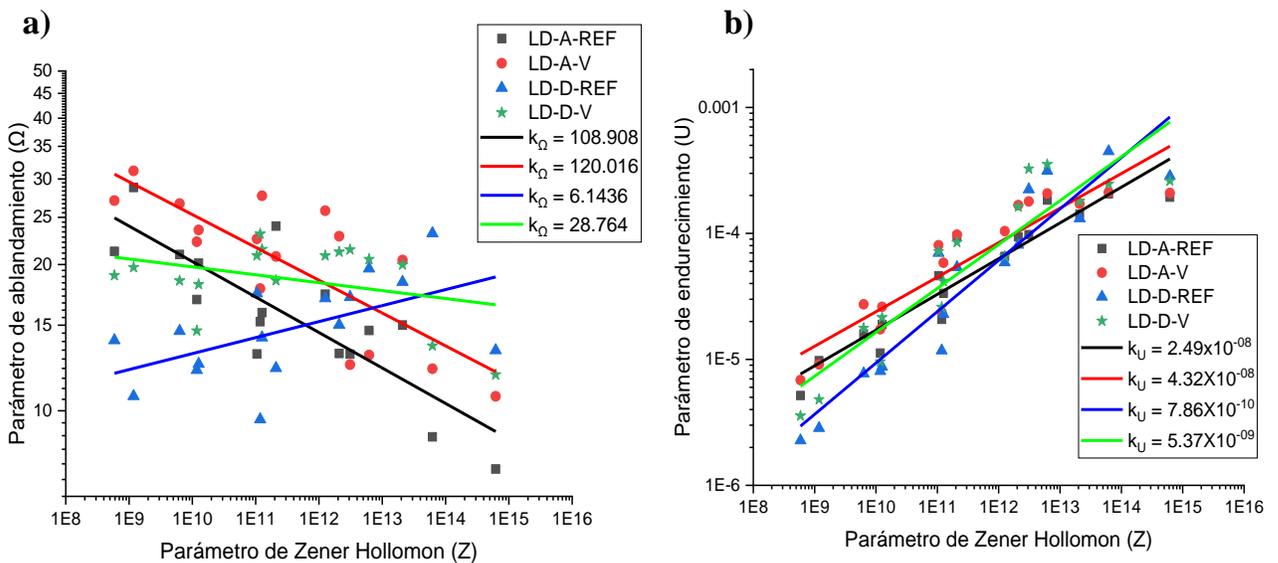
**Figura 4.20** Curvas esfuerzo-deformación verdadera del acero LD-D-V. a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C.

En general, las curvas de esfuerzo deformación presentan valores de esfuerzo pico altos para temperaturas bajas y velocidades de deformación altas. Por el contrario, los esfuerzos pico más bajos corresponden a temperaturas altas y velocidades de deformación bajas. Los aceros LD dúplex microaleados con V presentan mayor esfuerzo pico que los aceros LD dúplex de referencia, además de presentar una caída de las curvas de fluencia más prolongada a bajas temperaturas y velocidades de deformación (ver Figura 4.19a) y 4.20a)).

#### 4.4.2 Modelación de las curvas de fluencia en caliente

##### 4.4.2.1 Etapa I: Endurecimiento y recuperación dinámica

En las Figuras 4.21a) y b) se presenta el ajuste lineal de los parámetros de ablandamiento ( $\Omega$ ) y endurecimiento (U) dependientes del parámetro de Zener-Hollomon (Z) de los cuatro aceros LD. En la Figura 4.21a) se puede observar que el parámetro de ablandamiento es mayor para los aceros austeníticos, este parámetro tiende a disminuir conforme aumenta Z. En la Figura 4.21b) se observa que el parámetro de endurecimiento (U) es mayor para los aceros austeníticos que para los dúplex, y este parámetro aumenta respecto al incremento de Z.

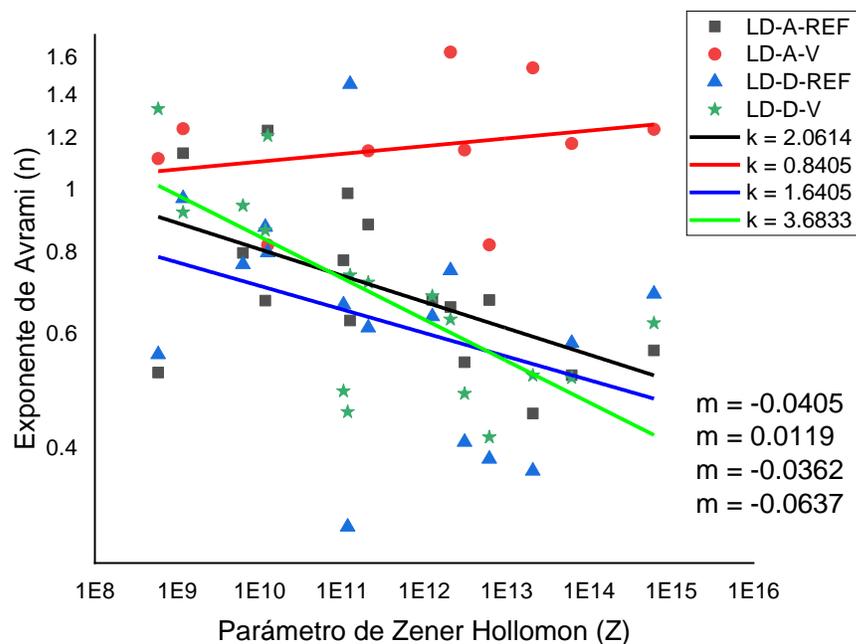


**Figura 4.21** Ajuste lineal de los parámetros: a) ablandamiento ( $\Omega$ ) y b) endurecimiento (U) dependientes del parámetro de Zener-Hollomon.

En la Figura 4.21b) se observa un buen ajuste en los cuatro aceros LD para el parámetro de endurecimiento  $U$ , el cual aumenta gradualmente con relación al parámetro de Zener-Hollomon. En general se observa que tanto el parámetro de ablandamiento como el de endurecimiento, son mayores para los aceros LD austeníticos que para los dúplex. Esto debido a que el parámetro  $k$  determina la capacidad de ablandamiento durante las distintas condiciones de la deformación en caliente, es decir, a medida que incrementa la temperatura y velocidad de deformación. Por ello, los aceros LD dúplex de referencia (LD-D-REF) y microaleado (LD-D-V) presentan mayor susceptibilidad a la deformación en caliente respecto a los aceros LD austeníticos. Lo cual se asocia con el aumento de la energía de falla de apilamiento y la disminución del contenido de Mn en los aceros LD dúplex, tal como se presenta en las Figuras 4.5-4.8.

#### 4.4.2.2 Etapa II: Recristalización dinámica

La Figura 4.22 muestra el ajuste lineal de los valores obtenidos mediante la ecuación de Avrami que está relacionada directamente con la recristalización dinámica y el tiempo sobre la fracción recristalizada.



**Figura 4.22** Relación entre el exponente de endurecimiento ( $n$ ) y el parámetro de Zener Hollomon ( $Z$ ).

En la Tabla 4.5 se muestran las constantes obtenidas para la determinación del tiempo para el 50% de recristalización ( $t_{50\%}$ ). Se puede observar que los valores del parámetro  $K_{t50\%}$  de los aceros LD microaleados con vanadio (LD-A-V y LD-D-V) son más elevados respecto a los de referencia, lo cual indica que la adición de vanadio provoca un retraso en la cinética de recristalización dinámica durante la deformación plástica en caliente. Sakai y col. [39] asocian este fenómeno a un efecto de arrastre de soluto, ya que el endurecimiento por solución sólida que aporta el V es mayor al que se genera por precipitación, debido a que las partículas precipitadas de carburo de vanadio (VC) se disuelven a temperaturas mayores a los 1000 °C y el alto contenido de Mn aumenta la solubilidad de los VC en la austenita. Por esta razón la solubilidad del V disminuye durante la deformación plástica en caliente.

**Tabla 4.5** Constantes derivadas para el  $t_{50\%}$  de los aceros avanzados LD.

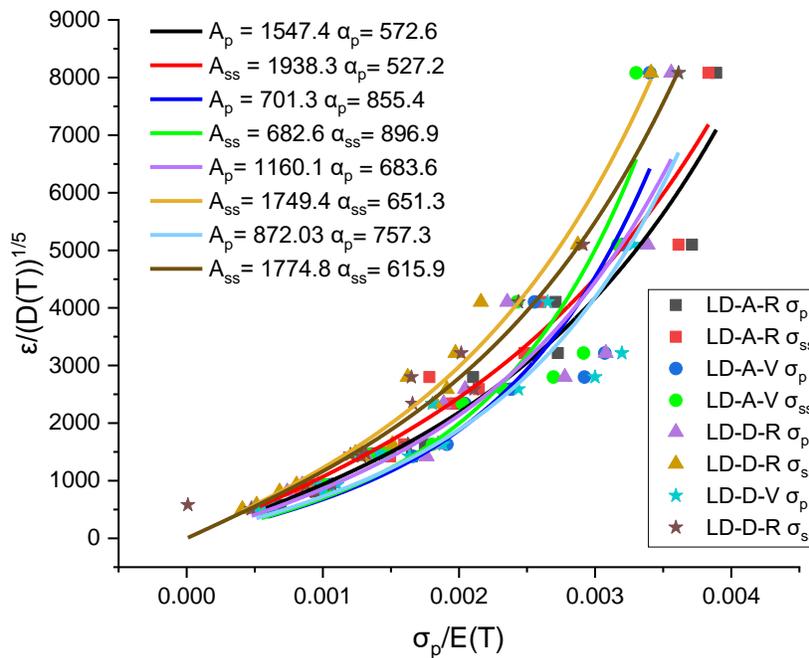
Parámetro de modelado ( $t_{50\%}$ )	LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V
$K_{t50\%}$	3.52E-02	5.71E-05	6.48E-02	0.08
$m_{t50\%}$	-1.25	-1.44	-1.08	-1.01
$Q_{t50\%}$	167354.9	38684.36	4449.91	5150.29

Es importante mencionar que la energía de activación para el 50% de recristalización ( $Q_{t50\%}$ ) se presenta más elevada para el caso del acero LD austenítico de referencia, seguido del microaleado y posteriormente los dúplex, lo cual indica que para los aceros dúplex la barrera energética es menor, por lo que la cinética de recristalización actúa con mayor facilidad en estos aceros. Un alto contenido de Al y medio Mn incrementan la energía de falla de apilamiento, por lo que los parámetros de la cinética de recristalización son más sensibles a temperaturas más elevadas y velocidades de deformación lentas [89]. Por otro lado, Sarkar y col. [92] investigaron en un acero dúplex Fe-9.8Mn-7.5Al-0.2C-1.2Si la influencia de los parámetros de la cinética de recristalización para la evolución de fases austenita-ferrita a temperaturas de 1000 °C, reportan que el exponente de Avrami (n) para valores cercanos a 1 genera una nucleación rápida en los granos deformados, por lo que la interfaz austenita-ferrita conduce a una recristalización más rápida a altas temperaturas y largos tiempos de deformación.

**4.4.2.3 Etapa III: Esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable**

La Figura 4.23 muestra la gráfica de la velocidad de deformación respecto a la difusividad en función de la temperatura versus esfuerzo pico respecto al módulo de Young en función de la temperatura. El ajuste no lineal de estos coeficientes mediante la ecuación del seno hiperbólico genera el valor de los parámetros  $A_p$ ,  $A_{ss}$ , y  $\alpha_p$ ,  $\alpha_{ss}$ .

Los valores de los parámetros de  $A$  y  $\alpha$  del esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable presentan una variación muy notoria en ambos aceros LD de referencia respecto a los aceros microaleados, con valores de  $A$  muy elevados y valores de  $\alpha$  inferiores respecto a los aceros microaleados, lo cual denota que ambos parámetros están fuertemente influenciados por las adiciones del vanadio como elemento microaleante. En cuanto al acero austenítico de referencia con respecto al dúplex de referencia (LD-A-REF y LD-D-REF, respectivamente), se observa un ligero aumento en los valores  $A$  y una disminución en el parámetro  $\alpha$ , lo cual indica que los parámetros  $A$  y  $\alpha$  también se encuentran influenciados por la composición química del material, principalmente del contenido de Mn.



**Figura 4.23** Velocidad de deformación respecto a la difusividad en función de la temperatura versus esfuerzo pico respecto al módulo de Young en función de la temperatura.

Lo anterior se ve reflejado en un esfuerzo pico menor en los aceros LD microaleados con V, esto puede apreciarse claramente en los valores del parámetro  $\alpha$  que presentan valores más elevados que los aceros LD austenítico y dúplex de referencia. En este caso el coeficiente de correlación ( $R^2$ ) del ajuste fue de 0.89, lo cual se considera bueno. F.Reyes-Calderon y Col. [90] realizaron modelación de curvas de fluencia de ensayos de compresión en caliente en aceros austeníticos TWIP microaleados con Ti, V y Nb, y determinaron la predicción del comportamiento de la fluencia plástica empleando modelos en la determinación de ecuaciones constitutivas mediante la ecuación de seno hiperbólico, los cuales ajustaron mejor ( $R^2 = 0.93$ ) a las curvas experimentales.

#### 4.4.2.4 Parámetros de modelación

En la Tabla 4.6 se presenta el resumen de los resultados obtenidos para los parámetros de modelación de las ecuaciones constitutivas que conforman las tres etapas de modelado de los aceros LD bajo estudio, los cuales fueron utilizados para calcular las curvas esfuerzo-deformación a diferentes temperaturas y velocidades de deformación.

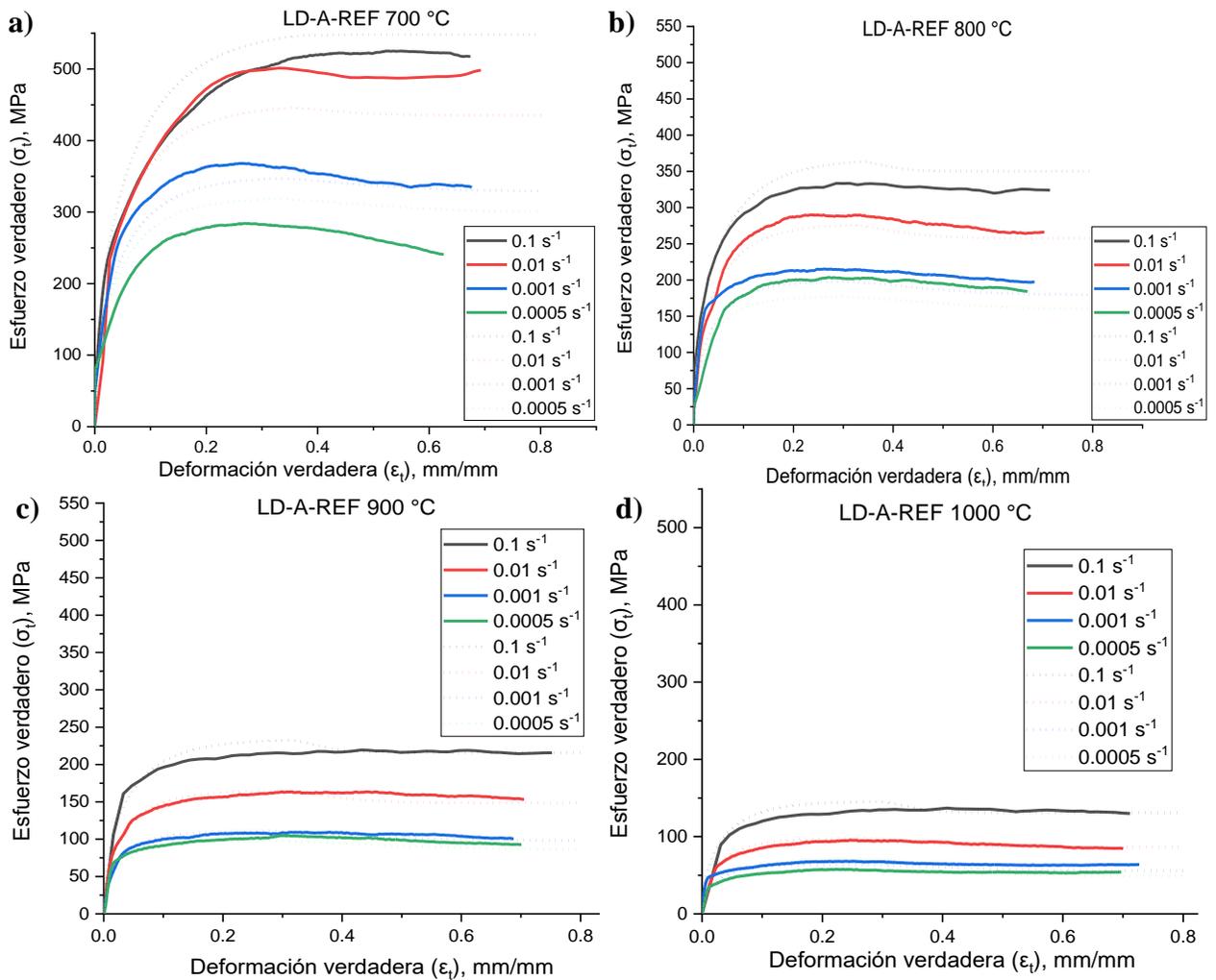
**Tabla 4.6** Resultados de modelación matemática de los aceros LD.

Etapas de modelado	Parámetro de modelado	LD-A-REF	LD-A-V	LD-D-REF	LD-D-V	
<b>I. Ablandamiento (<math>\Omega</math>)</b>	$k_{\Omega}$	108.9	120	6.1	28.8	
	$\Omega = k_{\Omega} * Z^m_{\Omega}$	$m_{\Omega}$	-0.07	-0.07	0.03	-0.02
<b>II. Endurecimiento (U)</b>	$k_U$	2.40E-08	4.30E-08	7.80E-10	5.30E-09	
	$U(\alpha'b)^2 = k_U * Z^m_U$	$m_U$	0.3	0.3	0.4	0.3
<b>III. Deformación pico (<math>\epsilon_p</math>)</b>	$k_{\epsilon_p}$	0.1	0.2	0.5	0.5	
	$\epsilon_p = k_{\epsilon_p} * Z^m_{\epsilon_p}$	$m_{\epsilon_p}$	0.03	0.01	-0.02	-0.02
<b>IV. Exponente de Avrami (n)</b>	$K_{nA}$	2.1	0.8	1.6	3.7	
	$n = A + B * \log Z$	$m_{nA}$	-0.04	0.01	-0.04	-0.06
<b>V. Tiempo para el 50% de DRX</b>	$k_{t50\%}$	0.04	0.00	0.06	0.08	
	$t_{50\%} = k_{t50\%} * \epsilon^{m_{t50\%}} * \exp\left(\frac{Q_{t50\%}}{RT}\right)$	$m_{t50\%}$	-1.25	-1.44	-1.09	-1.02
		$Q_{t50\%} \text{ (kJ/mol)}$	167354.9	38684.4	4449.9	5150.3
<b>VI. Esfuerzo pico y estado estable</b>	$A_p$	1547.5	701.3	1164.1	872	
	$\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right)^{1/5} = A_{\alpha_p} \sinh * \alpha_{\sigma_p} \left(\frac{\sigma_p}{E(T)}\right)$	$\alpha_p$	572.6	855.5	683.7	757.3
	$\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)}\right)^{1/5} = A_{\alpha_{ss}} \sinh * \alpha_{\sigma_{ss}} \left(\frac{\sigma_{ss}}{E(T)}\right)$	$A_{ss}$	1938.3	682.6	1749.4	1774.9
		$\alpha_{ss}$	527.3	897	651.4	615.9

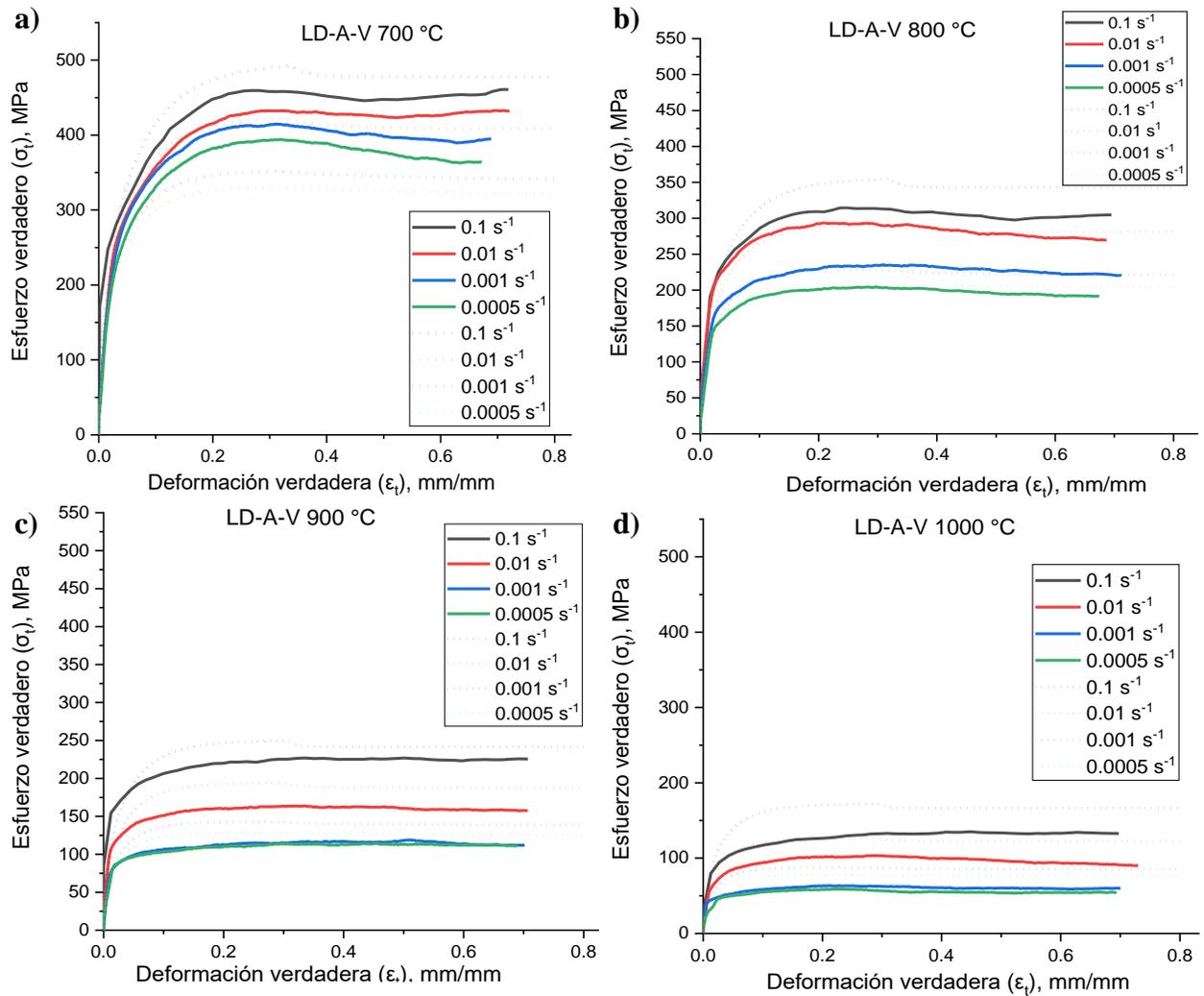
Cabe remarcar el aumento en la energía de activación para el tiempo del 50 % de recristalización ( $t_{50\%}$ ) para los aceros LD microaleados con vanadio, particularmente destaca el acero austenítico, lo cual en buena medida corrobora el retraso de la cinética de recristalización.

#### ***4.4.3 Comparación de curvas calculadas versus experimentales***

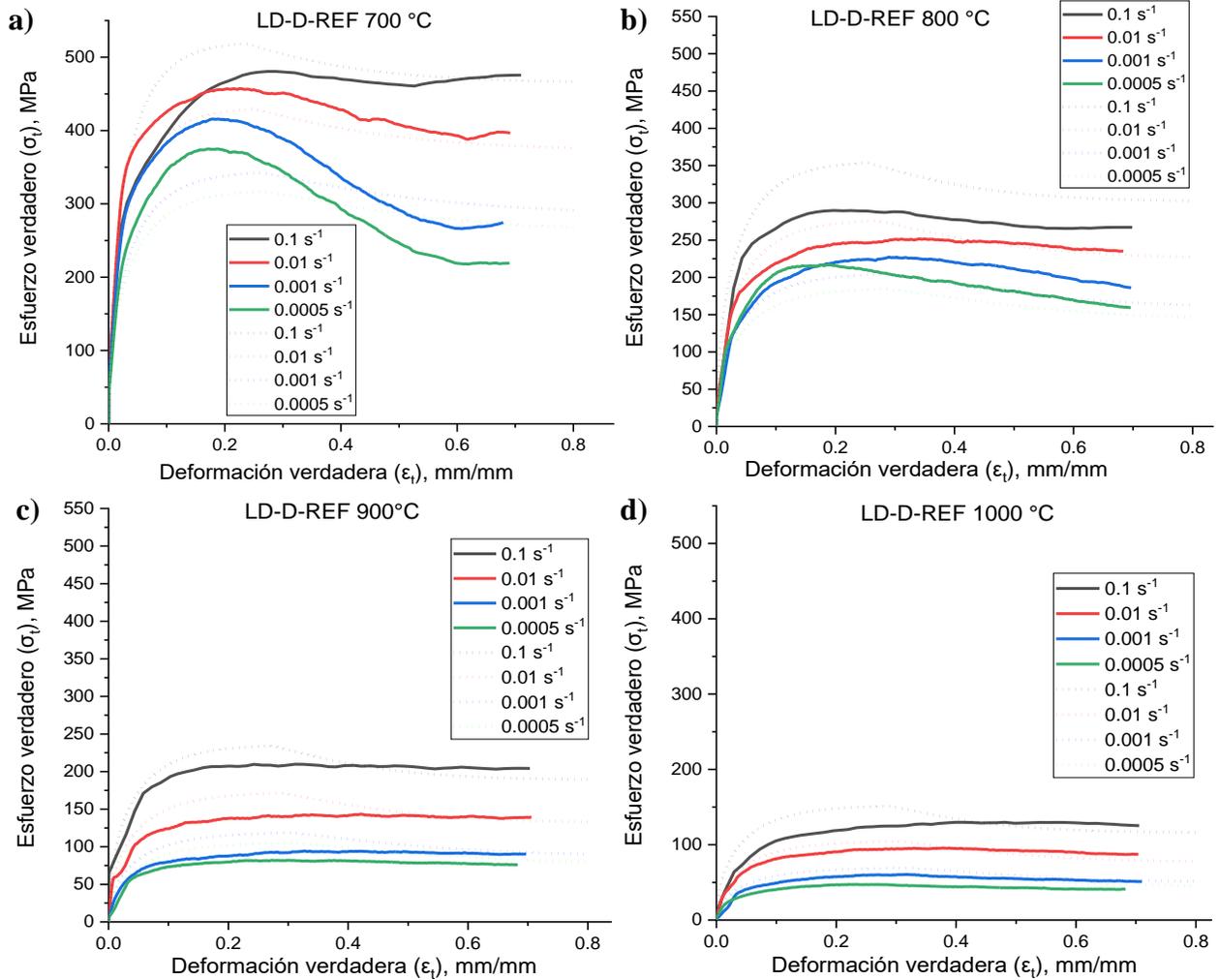
En las Figuras 4.24, 4.25, 4.26 y 4.27 se presentan las curvas esfuerzo-deformación experimentales (líneas sólidas) versus curvas esfuerzo-deformación modeladas (líneas punteadas) de acuerdo con los parámetros de modelación obtenidos de las ecuaciones constitutivas de las tres etapas de fluencia plástica. En general, se observa un buen ajuste entre dichas curvas, las cuales presentan buen paralelismo, y aunque el modelo predice las curvas en función de las condiciones experimentales de temperatura y velocidad de deformación, los resultados tienden a seguir el mismo comportamiento. Para el caso de las curvas esfuerzo-deformación de los aceros LD dúplex, a la velocidad de deformación más baja y la temperatura más baja (Figuras 4.26a y 4.27a) es notoria la fuerte caída de las curvas después del esfuerzo pico, lo cual se atribuye principalmente a la presencia de segundas fases, en donde se encontró presencia de ferrita- $\delta$  y carburos- $\kappa$ , de tal manera que la fluencia plástica se ve afectada directamente durante el ablandamiento y recristalización dinámica, por ello es recomendable realizar la modelación en estos casos particulares por separado, ya que tienden a afectar el comportamiento general de todas las curvas del mismo acero bajo las diferentes condiciones de ensayo. Finalmente se concluye que el modelo de “aproximación de una variable” predice con bastante exactitud el comportamiento de la fluencia plástica en caliente de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex de referencia y microaleados con vanadio, particularmente en el rango de temperaturas donde la fase austenítica se mantiene estable. Es importante mencionar que los modelos matemáticos utilizados han sido desarrollados para predecir el comportamiento de la deformación en caliente de materiales monofásicos y con la menor cantidad de impurezas, tales como partículas precipitadas, segundas fases, microestructura heterogénea, entre otros. Por ello se tiene un mejor ajuste en los aceros LD austeníticos respecto a los dúplex, así como en el rango de altas temperaturas donde la austenita es más estable.



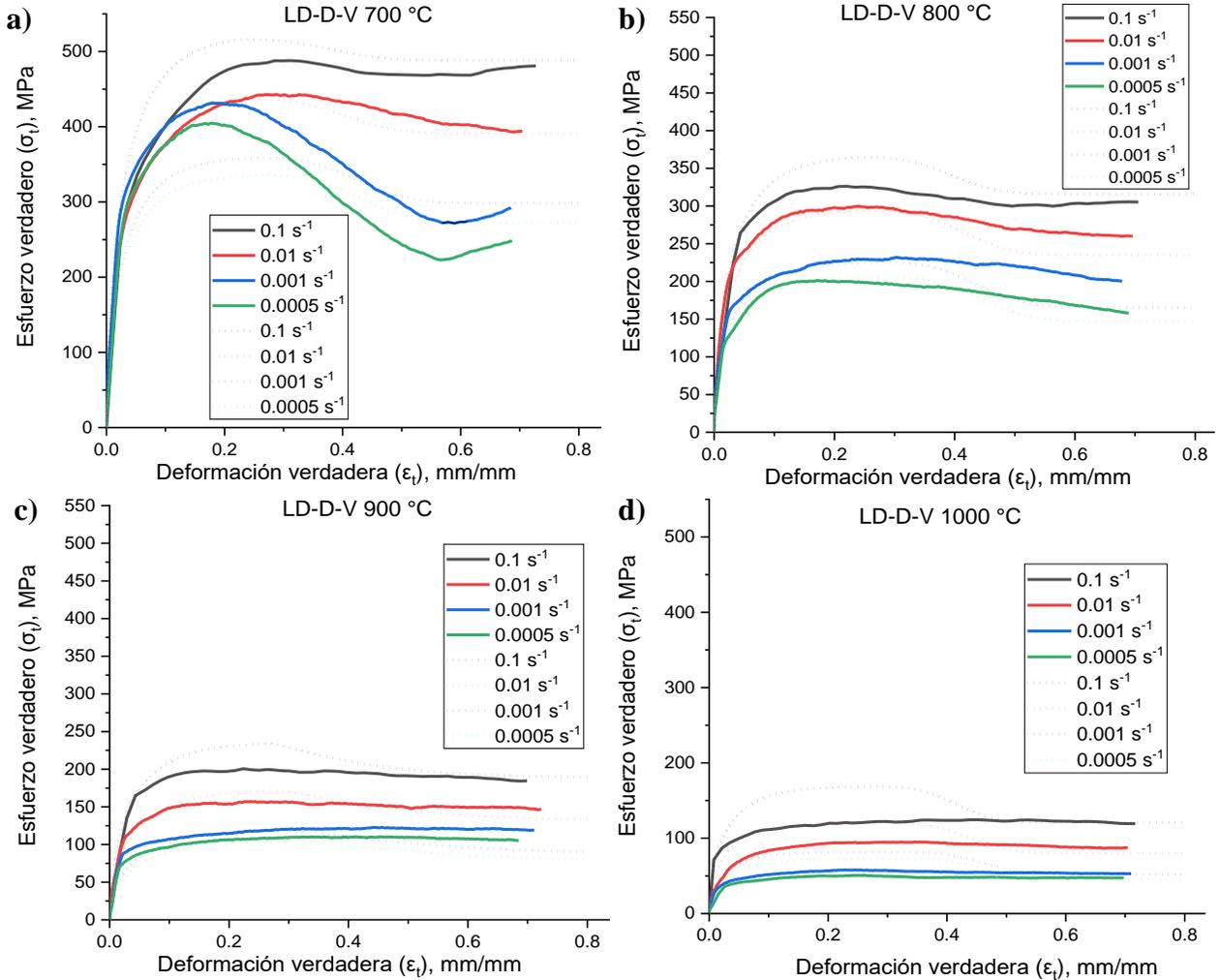
**Figura 4.24** Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-A-REF a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C (líneas continuas representan las curvas experimentales, las líneas punteadas representan las curvas calculadas).



**Figura 4.25** Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-A-V a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C (líneas continuas representan las curvas experimentales, las líneas punteadas representan las curvas calculadas).



**Figura 4.26** Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-D-REF a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C (líneas continuas representan las curvas experimentales, las líneas punteadas representan las curvas calculadas).

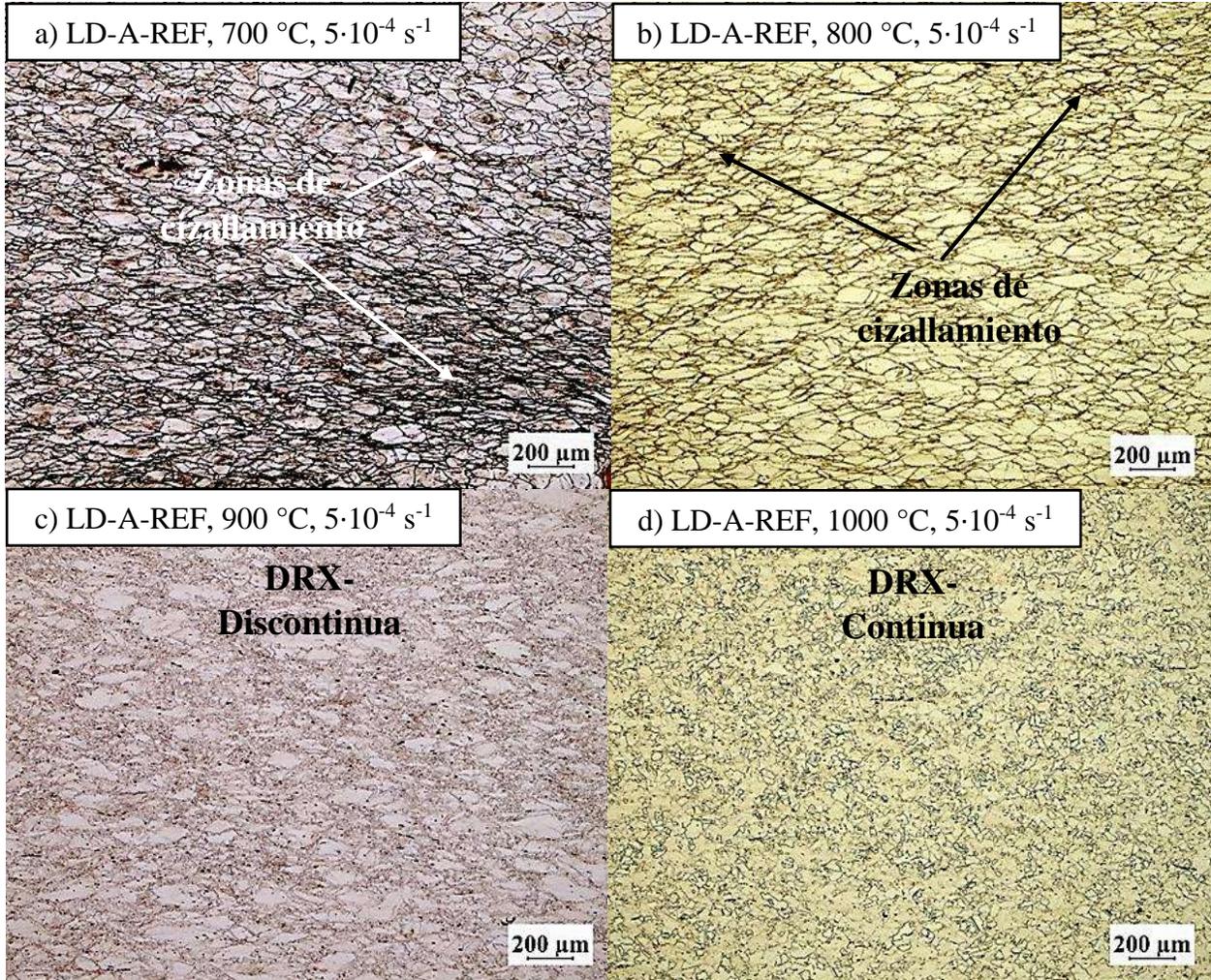


**Figura 4.27** Curvas esfuerzo-deformación experimentales versus modeladas del acero LD-D-V a diferentes temperaturas: a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C (líneas continuas representan las curvas experimentales, las líneas punteadas representan las curvas calculadas).

## 4.5. Caracterización de muestras deformadas

### 4.5.1 Microscopia óptica (LOM)

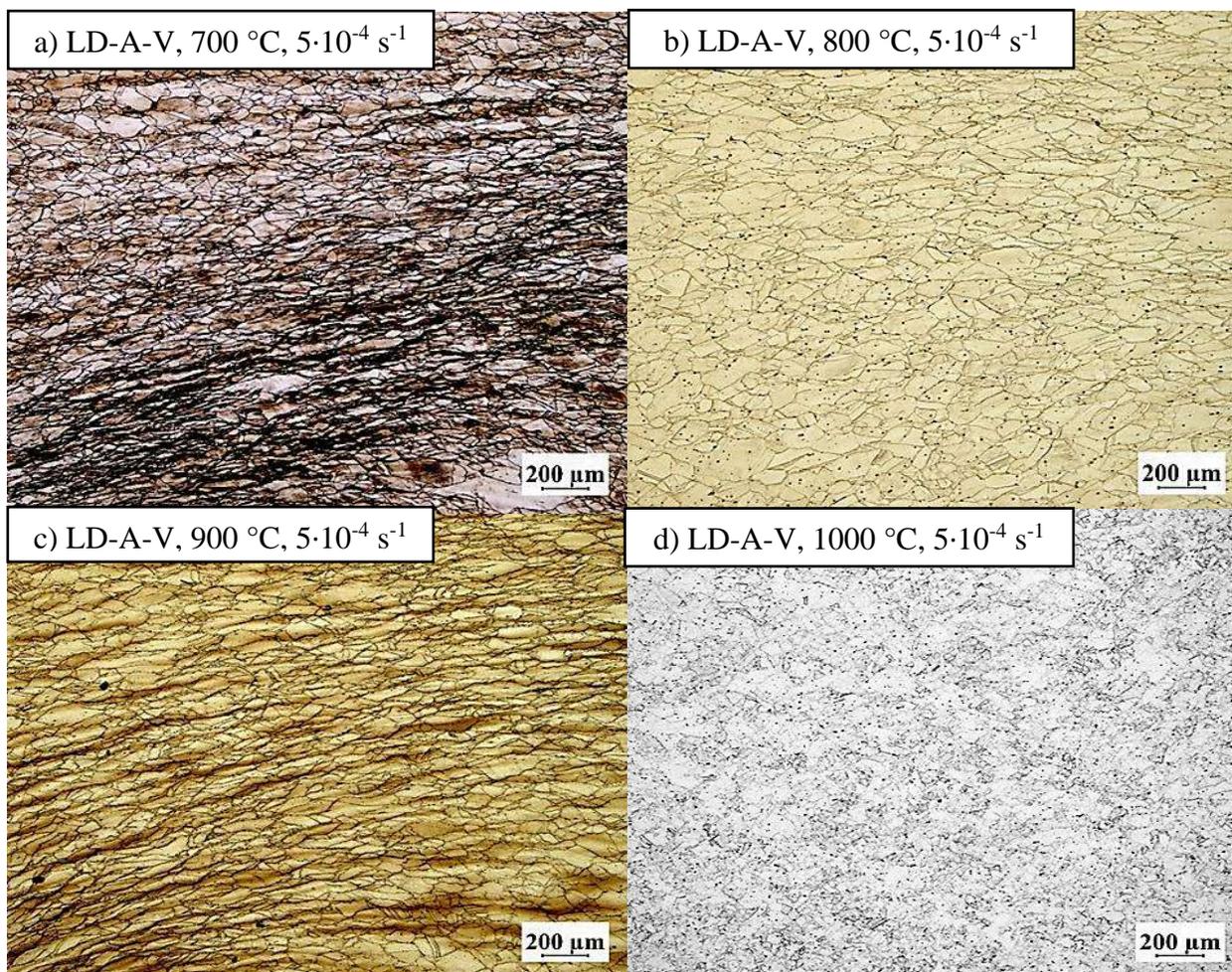
En la Figura 4.28 se presentan las micrografías del acero LD-A-REF en condición de compresión en caliente a diferentes temperaturas y velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . En la Figura 4.28 a) se muestra zonas de cizallamiento entre granos deformados sin recrystalizar, ya que a 700 °C el experimenta esfuerzos mayores que a temperaturas más elevadas, por ello, es mayor la cantidad de energía almacenada.



**Figura 4.28** Micrografías del acero LD-A-REF deformado a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.

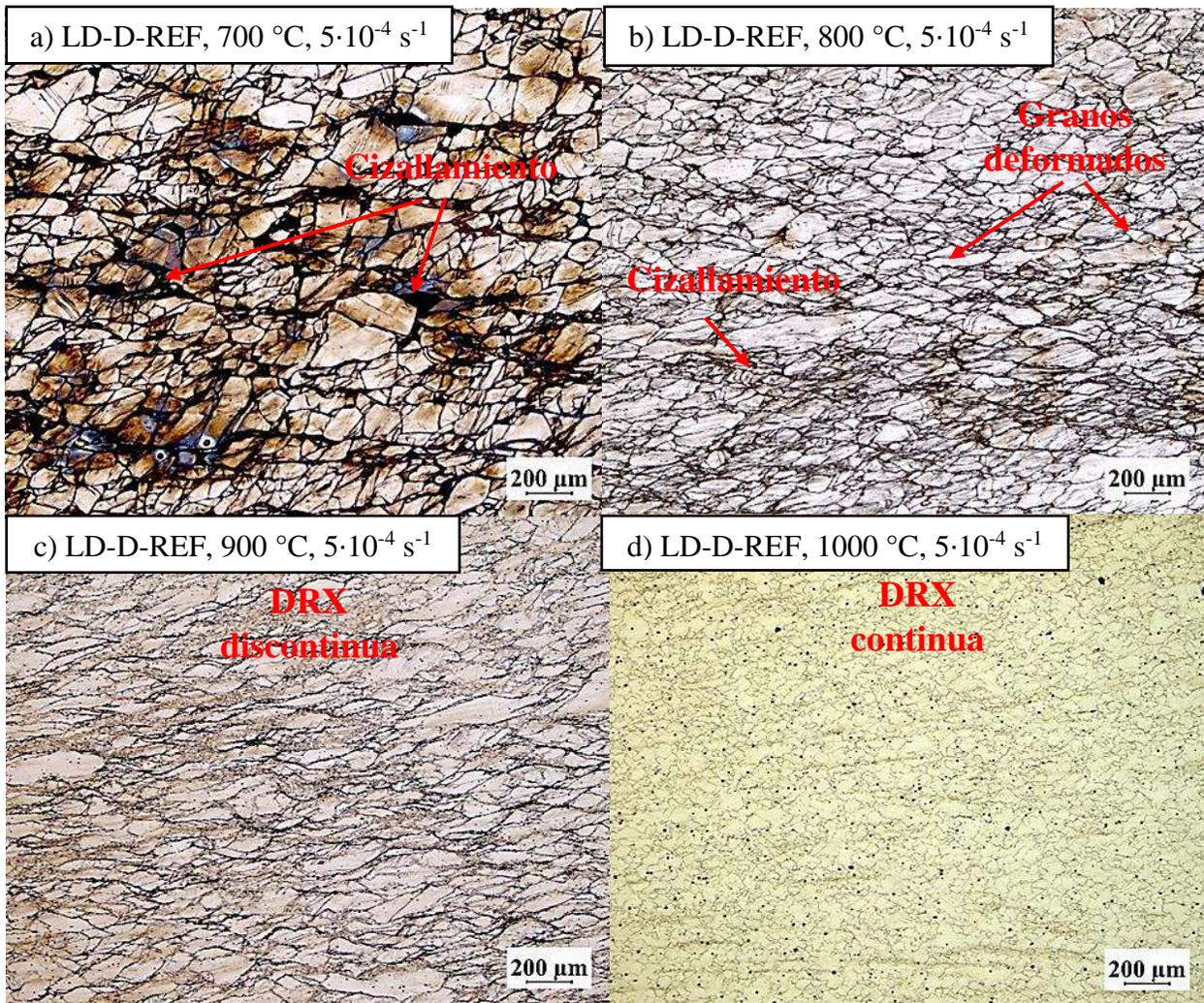
En la Figura 4.28c) se observa una gran cantidad de granos recristalizados (estructuras de collar), esto se debe principalmente a que a altas temperaturas comienza a activarse con mayor facilidad el mecanismo de recristalización dinámica (DRX), donde comienza la nucleación y crecimiento de granos recristalizados, mientras que la Figura 4.28d) se observa un tamaño de grano recristalizado prácticamente total, la alta temperatura promueve que la velocidad de crecimiento aumente. En general, se observa que la fracción recristalizada aumenta con la temperatura, desde prácticamente 0 % a 700 °C, hasta un 100 % a 1000 °C.

En la Figura 4.29 se muestran las micrografías del acero austenítico microaleado con vanadio (LD-A-V) a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  en un rango de temperaturas de 700 a 1000 °C. El agrietamiento persiste sobre la muestra deformada a la temperatura más baja. Sin embargo, en la Figura 4.29c) se presenta una diferencia notable respecto a la recrystalización con el acero de referencia a la misma temperatura (Figura 4.28c), en donde las estructuras de collar no son tan frecuentes en el acero microaleado, lo cual confirma el efecto del vanadio sobre el retardo en la cinética de recrystalización dinámica. Asimismo, en la Figura 4.29d) muestra una microestructura de granos recrystalizados en proceso de nucleación y crecimiento, a diferencia del acero de referencia donde la cinética de recrystalización se activó antes y los granos recrystalizados prevalecen.



**Figura 4.29** Micrografías del acero LD-A-V a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4}$  y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000°C.

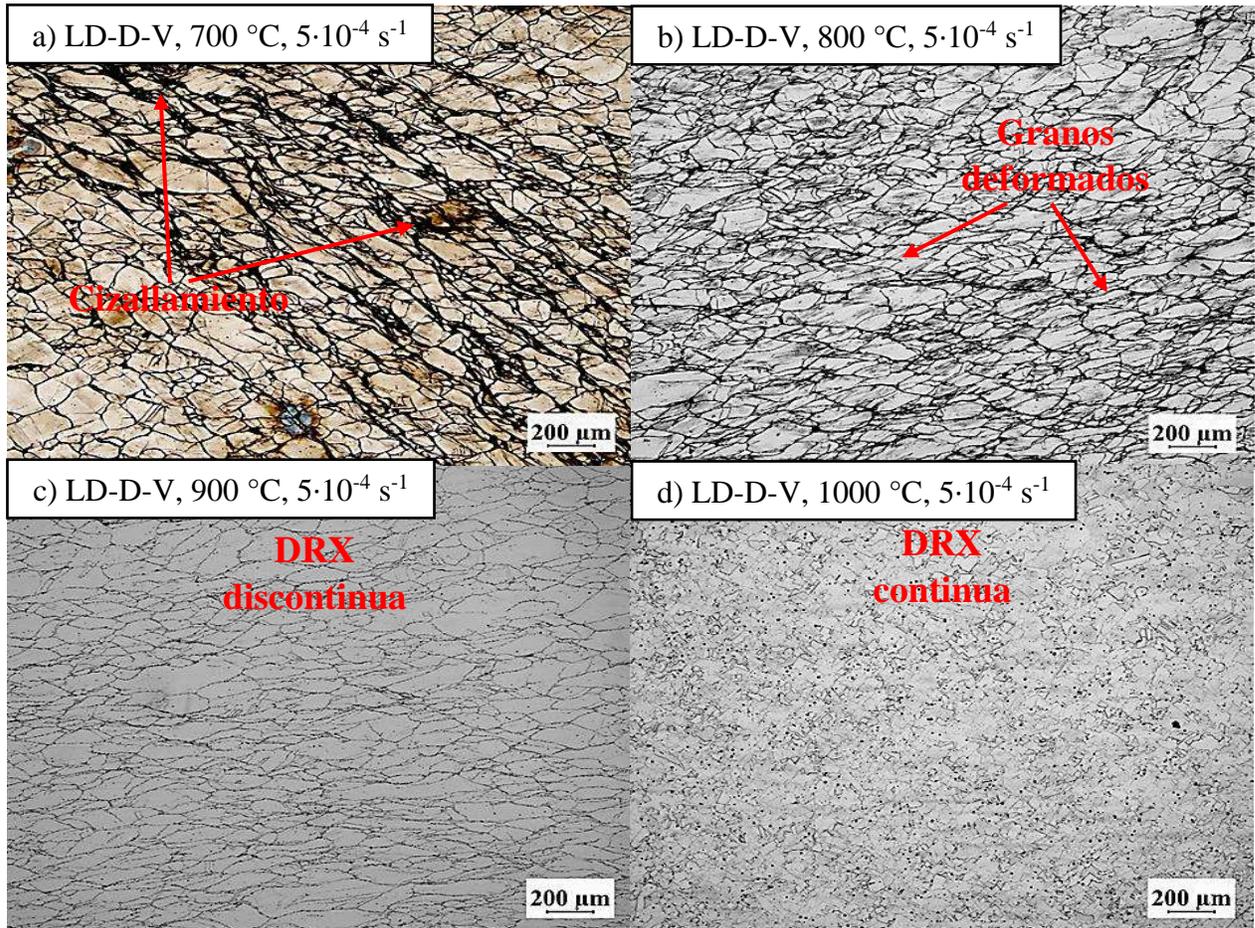
La Figura 4.30 muestra las micrografías del acero dúplex de referencia (LD-D-REF) bajo condición de deformación en caliente en un rango de temperaturas de 700 a 1000 °C a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . En la Figura 4.30a) se observa una zona de agrietamiento (cizalladura), la zona más afectada durante la deformación plástica. Los altos esfuerzos y la presencia de ferrita y de partículas precipitadas de segundas fases como los carburos- $\kappa$  o algunos intermetálicos que son muy comunes en estos aceros (AlN, MnS o VC) generan alta inestabilidad de la fluencia plástica a temperaturas  $\leq$  a 900 °C, las cuales producen este agrietamiento [88].



**Figura 4.30** Micrografías del acero LD-D-REF a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4}$  y a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000°C.

En la Figura 4.30b), se presenta una distribución de granos deformados más uniforme y presencia de estructuras de collar. En la Figura 4.30c), se observan estructuras de collar alrededor de los granos más burdos y en la Figura 4.30d) se presenta una microestructura recrystalizada más uniforme debido a la alta temperatura y relajación de esfuerzos, en donde la inestabilidad de la fluencia plástica tiende a disminuir considerablemente.

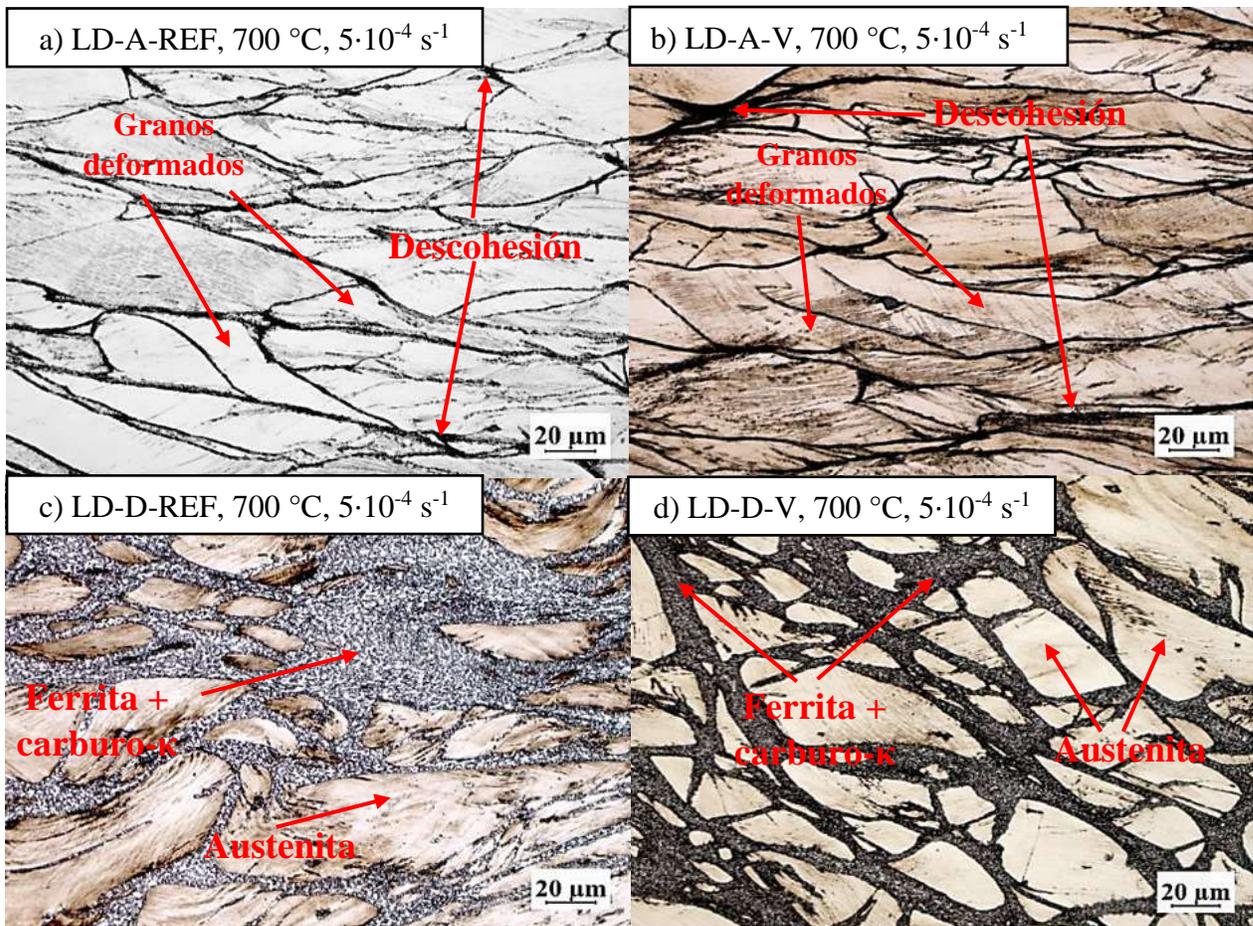
La Figura 4.31 muestra las micrografías para el acero dúplex microaleado con vanadio (LD-D-V), en donde se observa nuevamente el efecto del microaleante sobre el retraso de la cinética de recrystalización respecto al acero dúplex de referencia, en donde el mecanismo de recrystalización se activó previamente. Además de que en ambos aceros hay indicios de la presencia de ferrita que se generó a través de la descomposición de la austenita.



**Figura 4.31** Micrografías del acero LD-D-V a velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a diferentes temperaturas en condición de compresión en caliente. a) 700, b) 800, c) 900 y d) 1000 °C.

Es importante mencionar que los diagramas de equilibrio presentados en el apartado 4.2.1 predicen la precipitación de fase kappa a temperaturas de 700 °C para aceros LD austeníticos, y a 850 °C para los aceros LD dúplex, y la formación de ferrita para los aceros LD dúplex a temperaturas  $\leq$  800 °C, lo cual se corrobora en las micrografías mostradas en las Figuras 4.31e) y f).

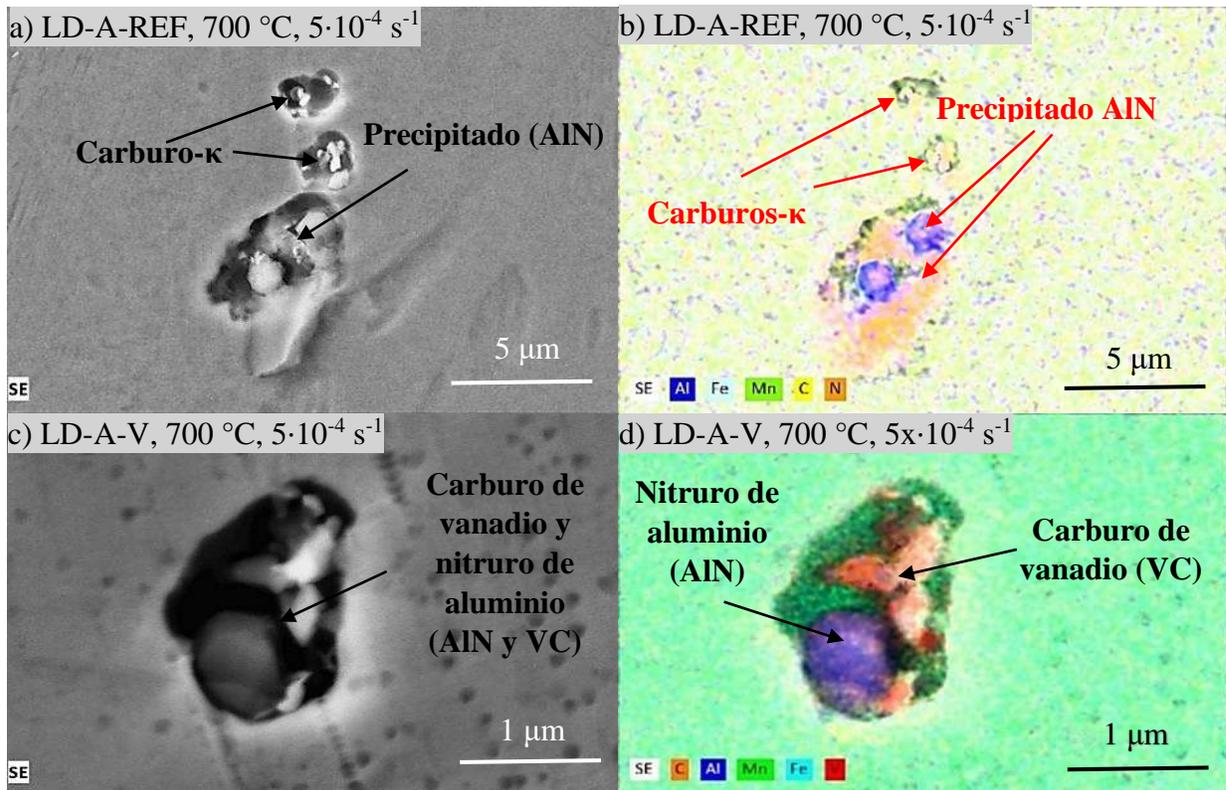
En la Figura 4.32 se muestran las micrografías de los aceros LD bajo condición de compresión en caliente a 700 °C y velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Las micrografías muestran la zona de cizallamiento, se presenta el fenómeno de descohesión en el caso de los aceros LD austeníticos (Figuras 4.32a) y b), y para el caso de los aceros LD dúplex (Figuras 4.32 a) y b) se presenta la descomposición de austenita en ferrita + carburo- $\kappa$ .



**Figura 4.32** a) Micrografía de granos deformados en zona de cizallamiento del acero LD-A-REF. b) Micrografía de granos deformados en zona de cizallamiento del acero LD-A-V. c) Formación de ferrita en acero LD-D-REF a 700 °C y velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y d) Micrografía de granos deformados y formación de ferrita en acero LD-D-V a 700 °C y velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

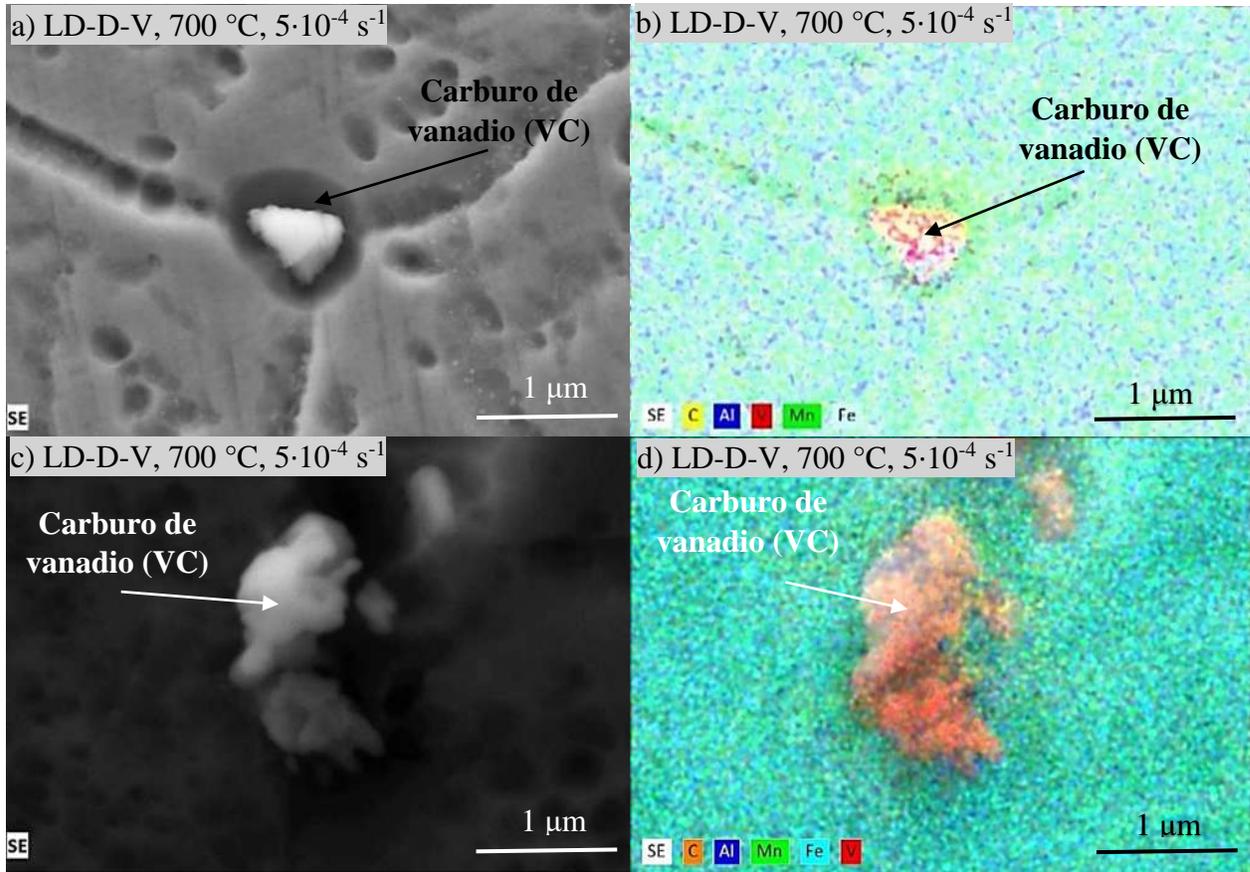
#### 4.5.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)

En la Figura 4.33 se muestran las micrográficas obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido del acero LD-A-V deformado en caliente a una temperatura de 700 °C y una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . En las Figuras 4.33a y b) se observan partículas precipitadas de fase kappa y nitruros de aluminio con su respectivo mapeo químico. En las Figuras 4.33c y d) se muestra un carburo de vanadio y Al (VC) con su respectivo mapeo químico.



**Figura 4.33** Micrográficas de los aceros LD-A-REF y LD-A-V con su respectivo mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), bajo condición de compresión en caliente a 700 °C con velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . a) Partícula precipitada (AlN y carburo-κ), b) mapeo químico de la partícula AlN y carburo-κ, c) Carburo de vanadio y aluminio (VC), d) mapeo químico de la partícula VC.

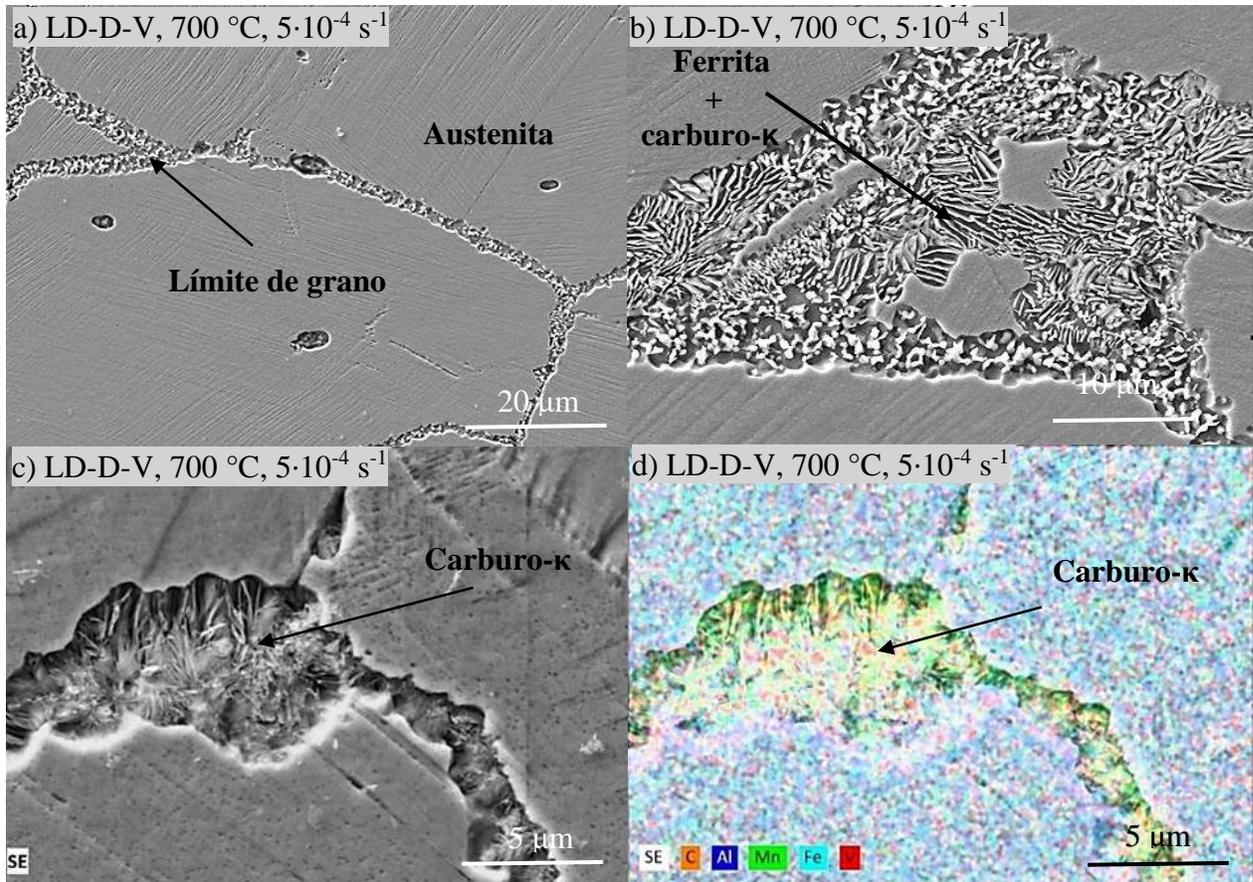
En la Figura 4.34 se muestran las micrográficas mediante SEM de las partículas precipitadas de V en el acero LD-D-V bajo condición de deformación en caliente a una temperatura de 700 °C y una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .



**Figura 4.34** Micrografías de aceros LD-D-V con su respectivo mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). a) Carburo de vanadio (VC), b) mapeo químico del (VC), c) y d) Carburo de vanadio (VC) intragranular en austenita con su respectivo mapeo químico.

En la Figura 4.35 se presentan las micrografías para el acero LD-D-V deformado en caliente a una temperatura de 700 °C y una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . En las Figuras 4.35a), se observa una región de ferrita, y dentro de esta, la presencia de carburos- $\kappa$ . James y col. [12] reportaron que, durante el enfriamiento de un acero Fe-18Mn-7Al-0.85C, se pueden formar carburos- $\kappa$  gruesos a lo largo de los límites del grano de la ferrita siempre y cuando la velocidad de enfriamiento sea lenta. Los carburos- $\kappa$  en la matriz ferrítica son semi-coherentes y tienen forma de láminas gruesas y alargadas. En la Figura 4.35a) y b) se observa que la precipitación de los carburos- $\kappa$  se presentan de acuerdo con lo establecido por estos autores, ya que en esta zona comienza la descomposición de austenita en ferrita y posteriormente por descomposición espinodal al ordenamiento tipo  $L1_2$  para la formación de carburos- $\kappa$  con una estructura cubica centrada en

las caras (FCC). En las Figuras 4.35a y b) se muestra una isla de ferrita + carburo- $\kappa$  con su respectivo mapeo químico.



**Figura 4.35** Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido del acero LD-D-V bajo condición de compresión en caliente a 700 °C, con una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . a)

Descomposición de austenita en ferrita con precipitación de carburos- $\kappa$ , b) Ferrita con precipitación de carburos- $\kappa'$  (intragranulares). c) y d) Ferrita en límite de grano de austenita con precipitación de carburos- $\kappa$  con su respectivo mapeo químico.

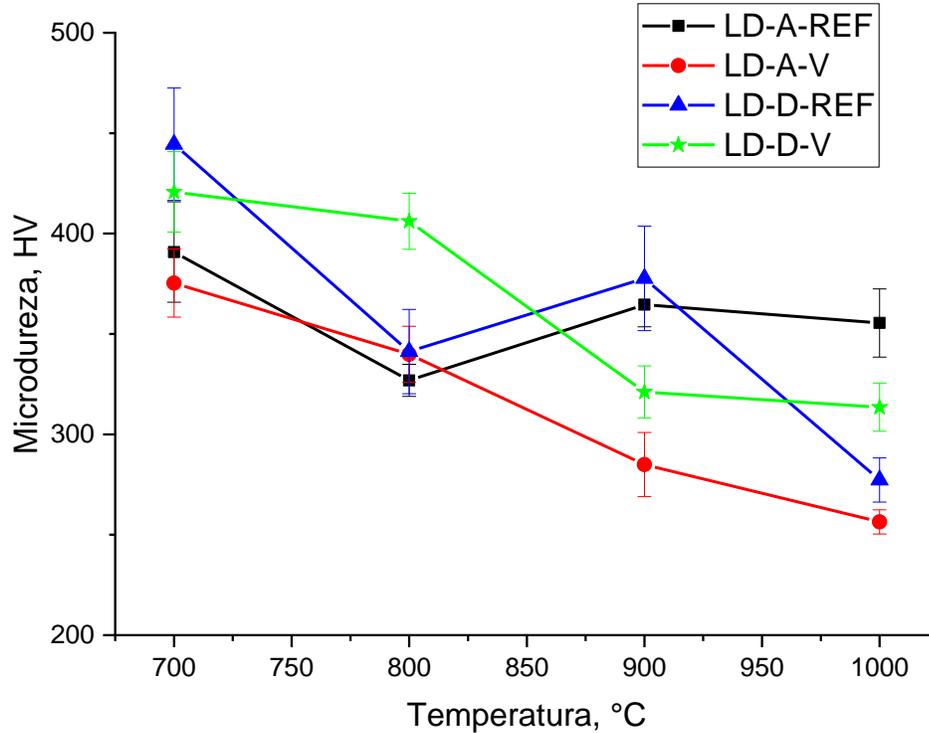
#### 4.5.3 Ensayos de microdureza Vickers

En la Tabla 4.7 se presentan los valores de microdureza Vickers de los diferentes aceros en condición de deformación en caliente a diferentes temperaturas 700, 800, 900 y 1000 °C a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . El valor más alto es de  $444.5 \pm 28$  y se presenta para el acero dúplex de referencia (LD-D-REF) a la temperatura más baja (700 °C), lo cual se asocia a un alto grado de endurecimiento por deformación y mayor densidad de dislocaciones.

**Tabla 4.7** Valores de microdureza de los aceros LD obtenidos en un rango de temperaturas de 700 a 1000 °C y una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

<b>Temperatura de deformación</b>	<b>LD-A-REF</b>	<b>LD-A-V</b>	<b>LD-D-REF</b>	<b>LD-D-V</b>
<b>700 °C</b>	390.79 ± 25	375.34 ± 17	444.5 ± 28	420.76 ± 20
<b>800 °C</b>	326.88 ± 8	339.87 ± 14	341.25 ± 21	406.15 ± 14
<b>900 °C</b>	364.56 ± 11	284.96 ± 16	377.67 ± 26	321.38 ± 13
<b>1000 °C</b>	355.47 ± 17	256.4 ± 6	277.24 ± 11	313.51 ± 12

En la Figura 4.36 se muestra la gráfica de microdureza HV versus temperatura de los aceros LD en condición de compresión en caliente a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Se observa que el valor más alto obtenido es a la temperatura más baja (700 °C) y el valor promedio más bajo es para la temperatura máxima (1000 °C), esto se debe a que la microestructura deformada presenta un fenómeno de relajamiento o liberación de energía al incrementar la temperatura, por ello, se genera mayor ablandamiento a temperaturas más elevadas. El valor máximo promedio para el acero austenítico de referencia (LD-A-REF) se presenta de igual manera a la temperatura de deformación más baja 700 °C, pero se observa un incremento de dureza para la condición de temperatura de 900 °C respecto al de 800 °C, esto puede atribuirse a la precipitación de los carburos- $\kappa$  intragranulares ( $\kappa'$ ) e intergranulares ( $\kappa^*$ ), ya que de acuerdo con el diagrama de precipitación de fase kappa (Figura 2.9) a temperaturas superiores a 800 °C se encuentra el área 3, lo cual asocia un incremento en las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión e incremento en la dureza del acero [24].



**Figura 4.36** Gráfica microdureza HV versus temperatura de los aceros LD en condición de compresión en caliente a una velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

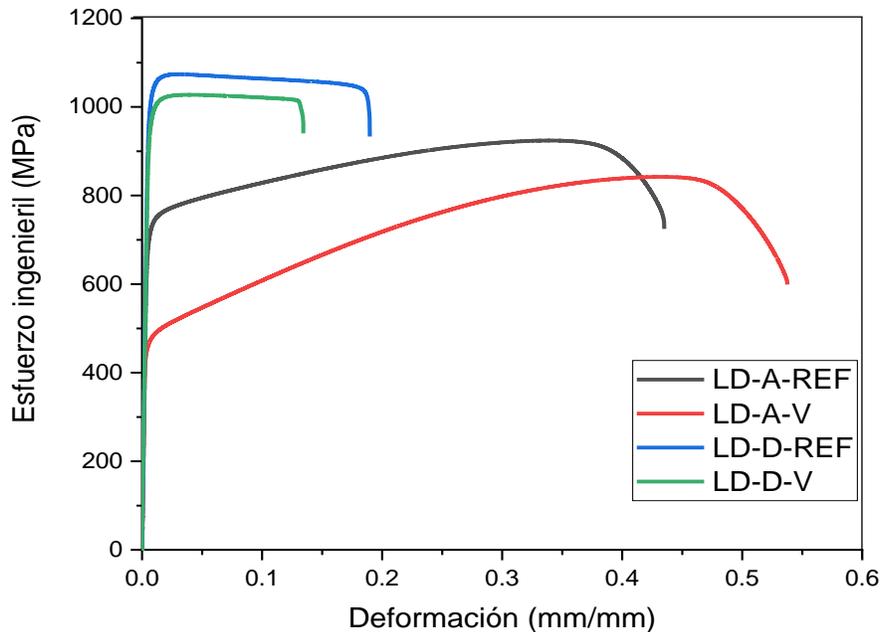
En general, los valores de microdureza presentan un decremento cuando el material es sometido a deformación a altas temperaturas, esto se debe principalmente a la microestructura obtenida después de cada temperatura y posteriormente templada y posteriormente por la composición química de cada uno de los cuatro diferentes aceros LD, además se puede apreciar que el efecto del vanadio presenta mayor estabilidad en la caída de la pendiente, además de que los valores de microdureza del acero LD-A-V presenta un comportamiento similar a los valores del acero LD-D-V pero con menor dureza, esto podría asociarse a la inhibición a la formación de carburos- $\kappa$  por efecto del V, ya que se observó mediante microscopía electrónica de barrido que el V tiene mucha afinidad con el C y tiende a formar muchos carburos de vanadio (VC) en límites de grano y al interior de los mismos. Por otro lado, Wang y col. [95] realizaron ensayos de microdureza HV en un acero austenítico microaleado con V y Nb Fe-30Mn-11Al-1C-0.1V-0.1Nb en condición de deformación en caliente, y reportaron que a mayores temperaturas de deformación la microdureza disminuye, para temperaturas de 850, 950, 1050 y 1150 °C obtuvieron valores de 391, 321, 302 y 280 HV respectivamente. Los valores de microdureza reportados por estos autores son más bajos

que los obtenidos en el presente proyecto de investigación para temperaturas similares de deformación.

#### 4.7 Ensayos de tracción uniaxial en condición de tratamiento térmico de envejecimiento

##### 4.7.1 Curvas esfuerzo-deformación de ingeniería

En la Figura 4.37 se muestran las curvas ingenieriles esfuerzo-deformación obtenidas de los ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h. Todos los ensayos presentan un comportamiento similar, característico de las etapas de deformación plástica a bajas temperaturas, a medida que el esfuerzo incrementa, la cantidad de dislocaciones también incrementa, esto genera un endurecimiento cuando el material comienza a deformar plásticamente, es decir, el esfuerzo de cedencia es superado y el endurecimiento incrementa. El material requiere mayor esfuerzo para continuar deformando, hasta que el material alcanza su resistencia máxima, se genera el esfuerzo máximo, posteriormente, comienza a caer la curva, debido a la deformación plástica localizada (encuellamiento) hasta llegar a la fractura. Este comportamiento se muestra tanto en aceros austeníticos como en aceros dúplex.



**Figura 4.37** Curvas esfuerzo-deformación ingenieril, resultantes de los ensayos de tensión uniaxial a temperatura ambiente de los aceros avanzados LD.

Las curvas ingenieriles esfuerzo-deformación para el acero austenítico de referencia y microaleado (LD-A-REF y LD-A-V) muestran mayor alargamiento, superando el 50 % de deformación, pero alcanzando un menor esfuerzo comparados con los aceros dúplex de referencia y microaleados (LD-D-REF y LD-D-V). Shun y col. [84] realizaron ensayos de tensión uniaxial a diferentes temperaturas para aceros austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C con composición similar, pero bajo contenido de Al (2.7 % en masa) microaleados con Nb. A temperatura ambiente reportan un esfuerzo máximo cercano a 850 MPa y una elongación aproximada de 60 %, muy similar a los valores del acero austenítico microaleado con V. Por otro lado, Kaltzakorta y col. [82] realizaron ensayos de tensión en aceros avanzados LD dúplex de composición 11.4Mn-9.9Al-0.66C, después de realizar tratamientos térmicos de envejecimiento, ellos reportan valores de 709 MPa para el esfuerzo de fluencia, 878 MPa para el esfuerzo máximo y 4.28 % de deformación, por debajo de los resultados de los aceros avanzados LD dúplex estudiados en el presente proyecto, esto podría atribuirse a que sus aceros presentan la presencia de la fase Mn- $\beta$  la cual deteriora notablemente las propiedades mecánicas de estos aceros, particularmente el % de alargamiento y tenacidad. Los valores obtenidos en las curvas ingenieriles esfuerzo-deformación se presentan en la Tabla 4.8.

**Tabla 4.8** Propiedades mecánicas de los aceros LD obtenidas a partir de los ensayos de tensión uniaxial.

Acero	Esfuerzo de cedencia (MPa)	Esfuerzo máximo (MPa)	% Elongación	% RA
LD-A-REF	705 ± 9	924 ± 9	56 ± 3	43.6 ± 2
LD-A-V	458 ± 21	842 ± 17	62 ± 3	53.9 ± 1
LD-D-REF	1010 ± 31	1070 ± 30	35 ± 4	19.0 ± 2
LD-D-V	953 ± 16	1030 ± 15	21 ± 1	13.5 ± 2

Como se ha presentado previamente, las propiedades mecánicas de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex son muy diferentes, donde los aceros LD dúplex presentan valores de esfuerzo máximo más elevados de hasta 1070 MPa, mientras que los aceros LD austeníticos presentaron valores de 924 MPa. Esto podría atribuirse a la cantidad de carburos- $\kappa$  que se presenta en los aceros LD dúplex, que es mayor y que se presenta dentro de los granos de ferrita. En el caso de los aceros LD austeníticos presentan mayor elongación con valores de hasta 62 %, mientras que

los aceros LD dúplex presentan valores del 35 %. La mayor elongación de los aceros austeníticos se relaciona con la mayor cantidad de austenita, que es la fase predominante.

Song y col [80] realizaron tratamientos térmicos de envejecimiento a un grupo de aceros de baja densidad austeníticos con composición Fe-30Mn-8Al-1.2C a 600 °C. El tratamiento térmico de envejecimiento se realizó a diferentes tiempos de permanencia (15 min a 100 h), en donde se presentan las mejores propiedades mecánicas, con una combinación excelente de resistencia y ductilidad para un tiempo de 3 a 15 h. Asimismo, aumentando el tiempo de permanencia después de las 15 h, se obtiene un incremento en el tamaño de grano, lo que afecta en las propiedades mecánicas. Han y col. [81] investigaron aceros dúplex del sistema Fe-Mn-Al-C y aplicaron tratamientos térmicos y termo-mecánicos, entre ellos un tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante varios tiempos de permanencia (15, 30, 60, 120 y 660 min), demostraron que el contenido de Mn influye en el tiempo de formación de carburos- $\kappa$  durante el tratamiento térmico de envejecimiento, y que con un menor % en masa se genera la precipitación de carburos- $\kappa$  intragranulares a partir de los 15 minutos del tratamiento térmico de envejecimiento. Por otro lado, Kaltzakorta y col. [82] realizaron ensayos de tracción uniaxial a un acero LD dúplex Fe-13Mn-9Al-0.7C, en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 650 °C por un tiempo de permanencia de 5 h, obtuvieron valores de resistencia máxima de 1001 MPa y elongación de 22.1%. Los cuales están ligeramente por debajo de los resultados obtenidos para los aceros dúplex microaleado y de referencia estudiados en el presente proyecto de investigación. A temperaturas superiores a los 650 °C por tiempos superiores a 5 horas comienzan a precipitar fases como la Mn- $\beta$  y DO<sub>3</sub>. Para los aceros LD dúplex, temperaturas de entre 450 y 550 °C por tiempos de permanencia desde 15 minutos hasta las 3 horas forman carburos- $\kappa$  intragranulares y superiores a las 3 horas generan carburos- $\kappa$  intergranulares.

#### ***4.7.2 Microscopia óptica de muestras deformadas en condición de tracción uniaxial***

En la Figura 4.38 se muestran las micrografías obtenidas mediante microscopía óptica de las probetas deformadas hasta la fractura mediante ensayos de tracción uniaxial. Se muestra la microestructura en la zona de fractura, la zona deformada y en la zona no afectada por la deformación.

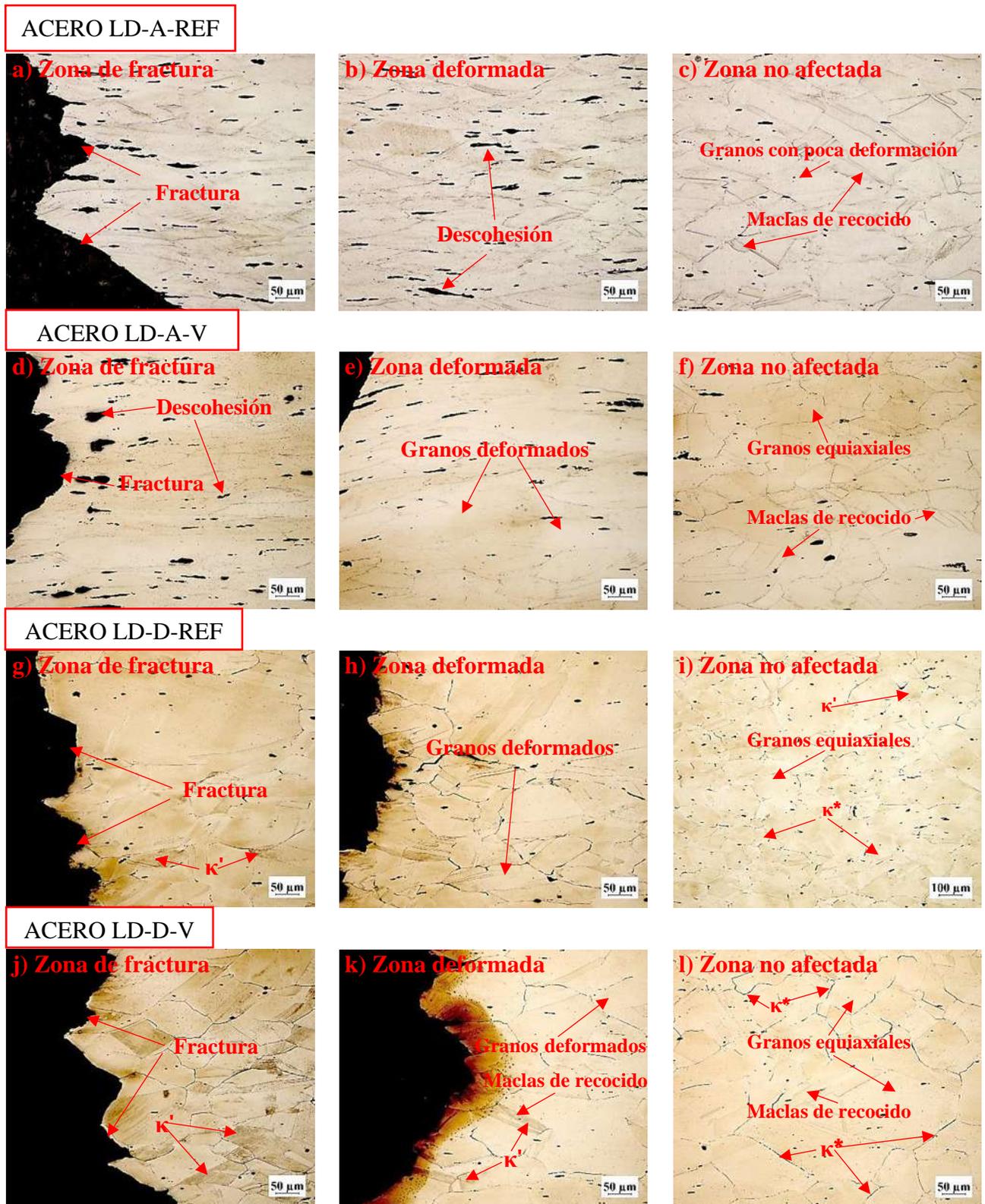


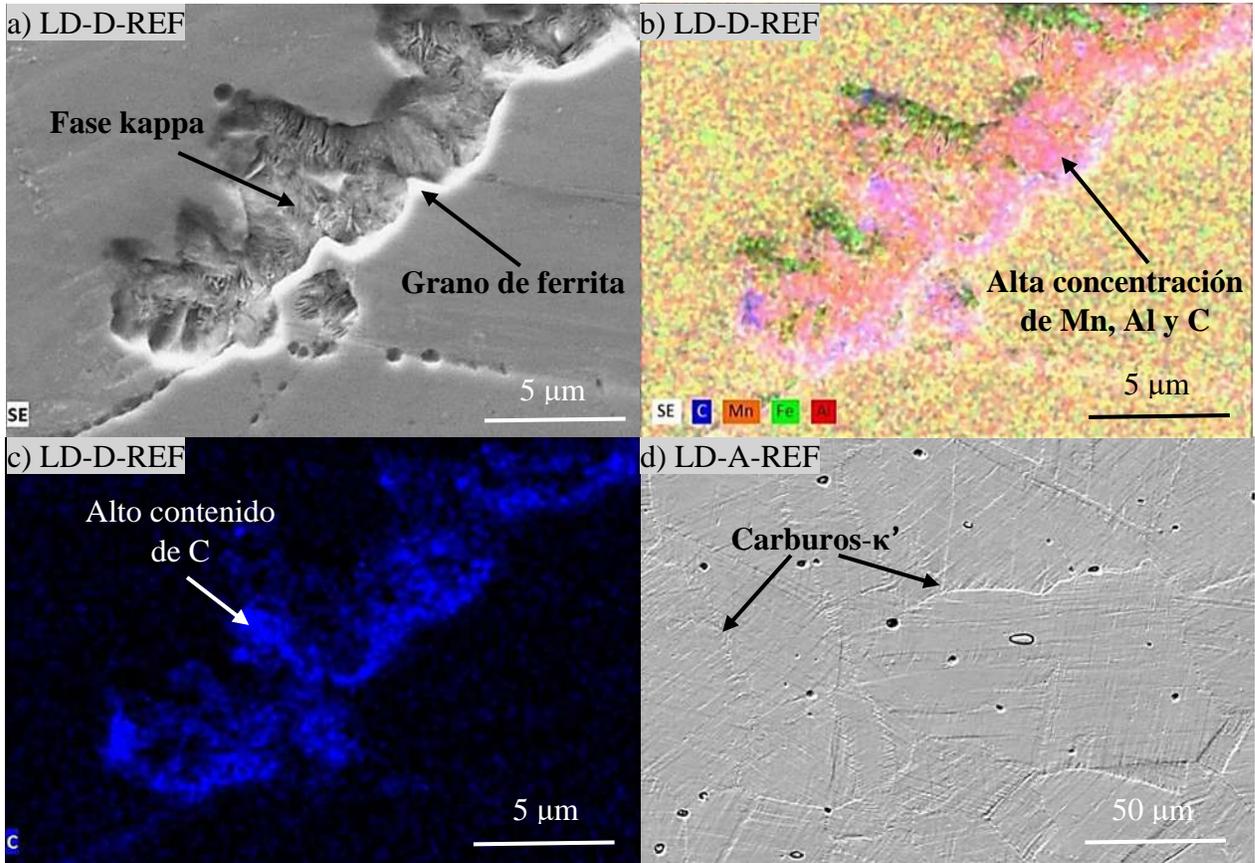
Figura 4.38 Micrografías de probetas de tracción uniaxial en la zona de fractura. a-c) Acero LD-A-REF. d-f) Acero LD-A-V. g-i) Acero LD-D-REF. j-l) Acero LD-D-V.

En las micrografías de los aceros LD austeníticos se presentan zonas de descohesión más notorias que en las micrografías de los aceros LD dúplex. La descohesión es la desunión de los granos que se presenta cuando estos son sometidos a esfuerzos de tensión. Además, se observa la presencia de carburos- $\kappa^*$  (intergranulares) y carburos- $\kappa'$  (intragranulares). Los carburos- $\kappa^*$  solo se encontraron en los aceros dúplex y también mayor cantidad de carburos- $\kappa'$  a lo cual se atribuye la elevada dureza y resistencia de los aceros LD dúplex, pero también la baja elongación comparados con los aceros LD austeníticos. En los aceros LD austeníticos se presentan granos deformados y se encuentra la presencia de maclas de recocido mayor cantidad en los aceros LD austeníticos que en los dúplex, las cuales son provenientes del tratamiento térmico de envejecimiento. Kimura y col. [91] realizaron ensayos de tensión uniaxial a temperatura ambiente en condición de envejecimiento a 800 °C y 0.6, 6 y 120 h a aceros LD de distintas composiciones, entre ellos a un Fe-26Mn-13Al-0.8C, en donde encontraron la presencia de carburos- $\kappa$  en los límites de grano de la austenita (carburos- $\kappa^*$ ) de los granos fracturados y también dentro de los granos de austenita como partículas precipitadas muy finas. Lo cual afirma la presencia de fase kappa de forma intergranular e intragranular en la fase austenita, además de reportar valores de resistencia de hasta 1600 MPa, pero mala elongación ~5%. En los aceros LD estudiados en este presente trabajo de investigación no se presentaron los carburos- $\kappa^*$ , a diferencia de lo reportado con los autores mencionados anteriormente, ya que el tiempo y temperatura de envejecimiento fueron menores, dando como resultado la presencia de carburos- $\kappa'$  para evitar el deterioro de las propiedades mecánicas en los aceros estudiados en el presente proyecto de investigación obteniendo valores de resistencia máxima de hasta 1070 MPa y elongación de hasta 62%.

#### **4.8 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)**

En la Figura 4.39 se muestran las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido de los aceros avanzados LD austeníticos y dúplex base austenita de referencia, bajo condición de tratamiento térmico de envejecimiento. En las imágenes se aprecia la morfología de los granos y de precipitados, además de mapeos elementales de composición química. En la imagen de la Figura 4.39a) se observa la presencia de los carburos- $\kappa'$  en el interior de los granos de ferrita, se puede apreciar en la Figura 4.39b) el mapeo químico general, y en la Figura 4.39c) el mapeo químico elemental de C, donde se aprecia una mayor concentración de este elemento al interior de la ferrita,

se realizó análisis químico puntual en esa zona y resultó alta en C (2.7 % en masa) lo cual afirma la presencia de la fase kappa. También en la Figura 4.39d) se muestra una micrografía general de la microestructura del acero LD-A-REF, donde se observan pequeñas partículas de carburos- $\kappa'$ .

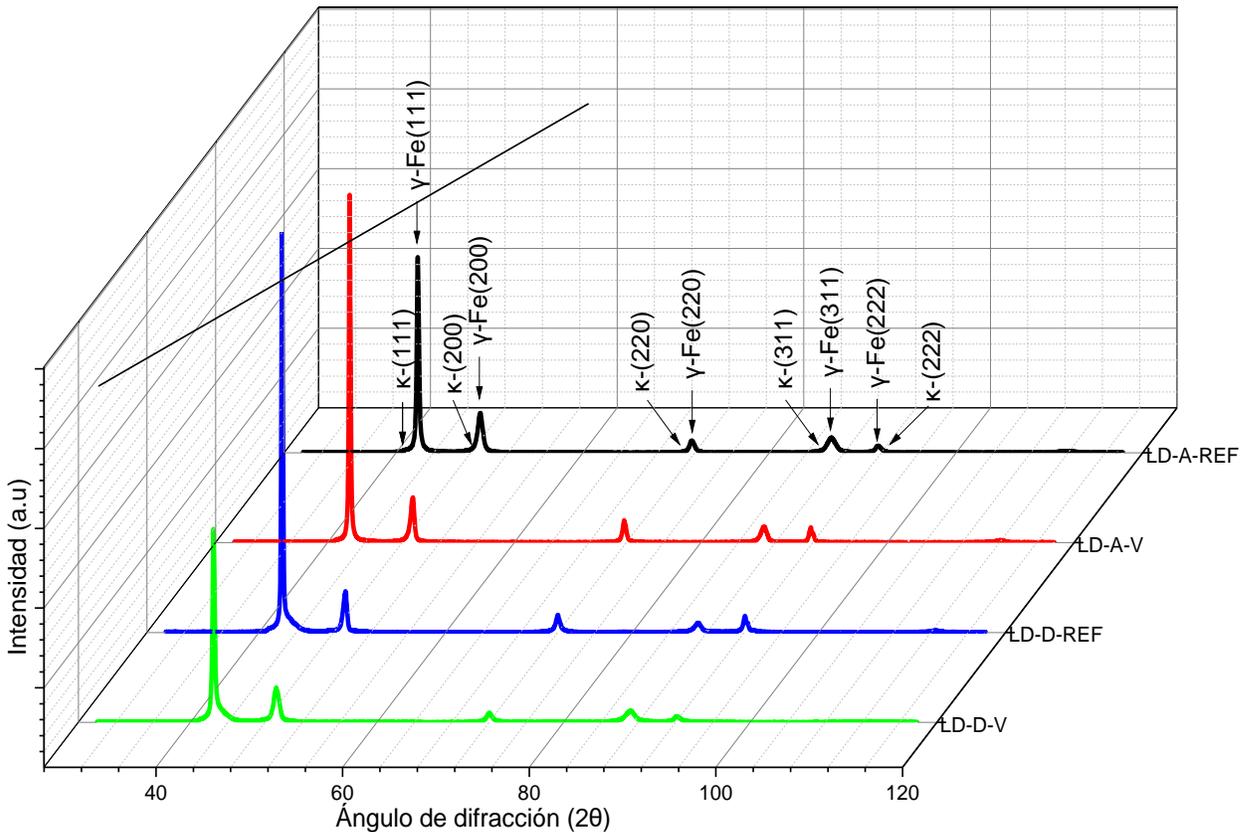


**Figura 4.39** Micrografías mediante FEG-SEM de los aceros avanzados LD-A-V y LD-D-V en condición de ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente.

Dey y col. [86] reportaron morfología similar de los carburos- $\kappa^*$  a los detectados en los aceros LD-D-REF y LD-D-V, estos los denominan como precipitados dentro de los granos de ferrita, tal como se presentaron en la presente investigación (ver Figura 4.39a). Además, obtuvieron carburos- $\kappa'$  después del tratamiento térmico de envejecimiento, los cuales se presentan como partículas nanométricas en el interior de los granos de austenita en las direcciones cristalográficas  $\langle 100 \rangle$ , los cuales son similares a los obtenidos en la presente investigación, como se muestran en la Figura 4.39d). También, reportan nitruros de aluminio (AlN) que se encuentran distribuidos al interior de los granos de austenita.

## 4.9 Difracción de rayos-X

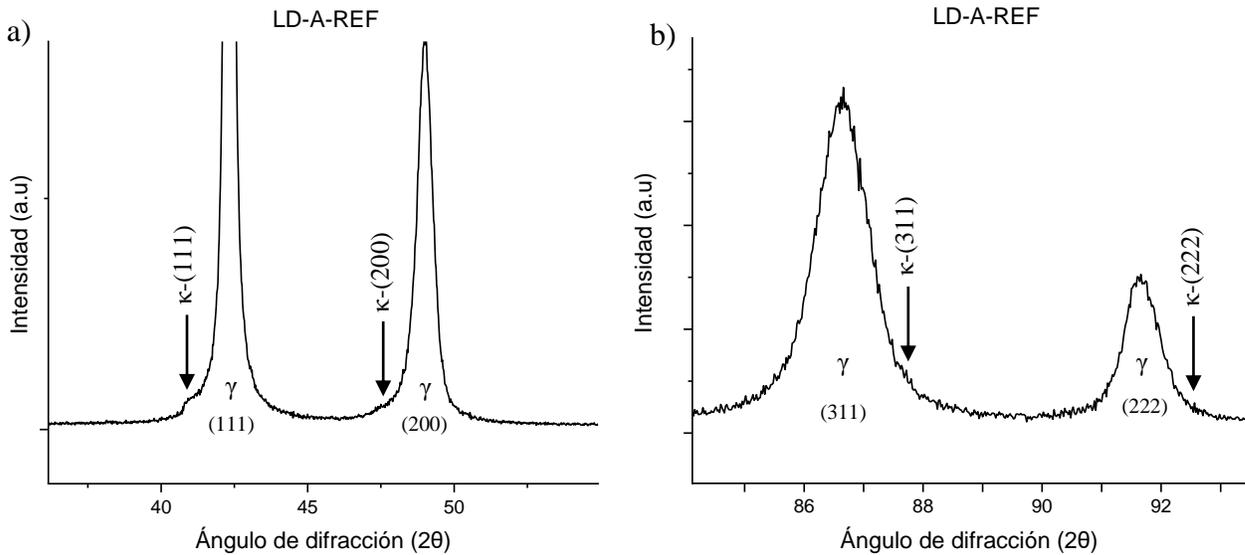
En la Figura 4.40 se muestran los patrones de difracción de rayos-X (DRX) de los distintos aceros avanzados LD austeníticos y dúplex, de referencia y microaleados en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h. De acuerdo con los picos indexados, se muestra que la fase predominante es la austenita- $\gamma$  FCC (111), (200) y (220). También se observa la presencia de algunos picos de muy baja intensidad que se atribuyen a la presencia de la fase kappa  $\kappa$ -(111), (200), (220), (311) y (222).



**Figura 4.40** Patrones de difracción de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h.

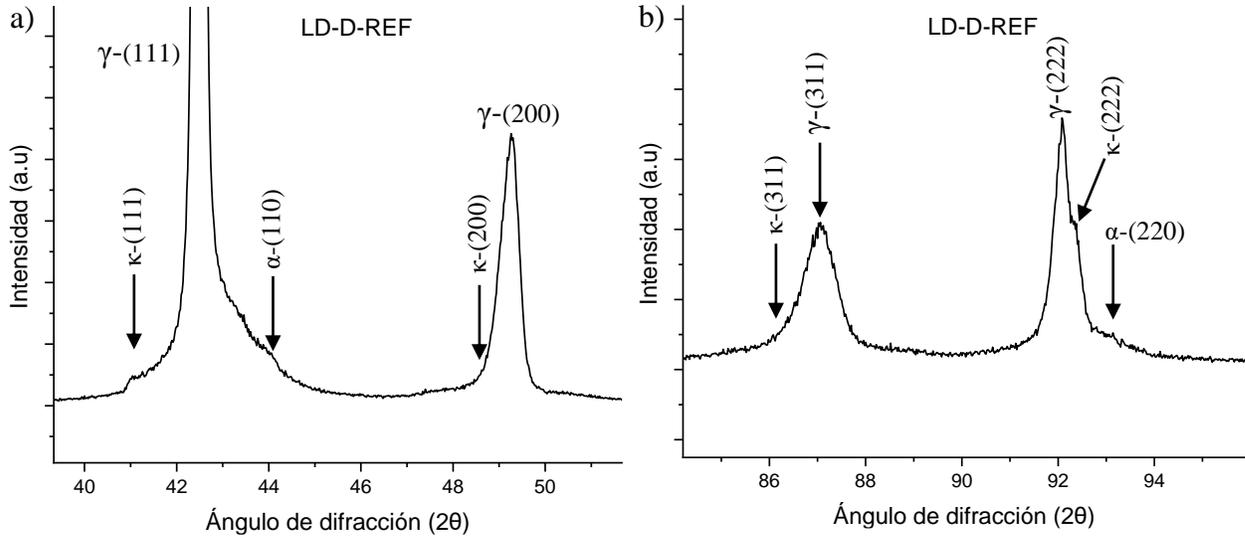
En la Figura 4.41 se muestra un acercamiento los patrones de difracción para los picos  $\gamma$ -(111) y  $\kappa$ -(111),  $\gamma$ -(200) y  $\kappa$ -(200),  $\gamma$ -(220) y  $\kappa$ -(220) y  $\gamma$ -(311) y  $\kappa$ -(311),  $\gamma$ -(222) y  $\kappa$ -(222) del acero LD austenítico de referencia en condición del tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h. Se observa en las Figuras 4.41a) y b) los picos de difracción de la fase kappa a un costado de los

picos de la fase austenita- $\gamma$ . Estos picos son de muy baja intensidad debido a la baja proporción en la que se presenta esta fase en los cuatro aceros avanzados LD estudiados en la presente investigación, sin embargo, alcanzan a apreciarse como pequeñas variaciones en el perfil de los picos de austenita.



**Figura 4.41** Patrones de difracción del acero LD austenítico de referencia (LD-A-REF) de los picos: a)  $\gamma$ -(111) y  $\kappa$ -(111),  $\gamma$ -(200) y  $\kappa$ -(200), b)  $\gamma$ -(311) y  $\kappa$ -(311),  $\gamma$ -(222) y  $\kappa$ -(222), bajo tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h.

En la Figura 4.42 se muestra un acercamiento de los patrones de difracción para el acero LD dúplex de referencia  $\gamma$ -(111),  $\kappa$ -(111) y  $\alpha$ -(110),  $\gamma$ -(200) y  $\kappa$ -(200),  $\gamma$ -(220) y  $\kappa$ -(220) y  $\gamma$ -(311) y  $\kappa$ -(311),  $\gamma$ -(222),  $\kappa$ -(222),  $\alpha$ -(220). En donde se observa la presencia no solo de fase kappa, sino también de ferrita con picos de muy baja intensidad, debido a la baja fracción volumétrica presente, tales como  $\kappa$ -(111) y  $\alpha$ -(110),  $\kappa$ -(200),  $\kappa$ -(220),  $\kappa$ -(311) y  $\alpha$ -(220). En este caso, los dos picos de la fase ferrita que pueden apreciarse mejor son  $\alpha$ -(110) y  $\alpha$ -(220).



**Figura 4.42** Patrones de difracción del acero LD dúplex de referencia (LD-D-REF) de los picos: a)  $\gamma$ -(111)  $\kappa$ -(111) y  $\alpha$ -(110),  $\gamma$ -(200) y  $\kappa$ -(200), b)  $\gamma$ -(311) y  $\kappa$ -(311),  $\gamma$ -(222),  $\kappa$ -(222) y  $\alpha$ -(220), bajo tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C y 2 h.

Feng y col. [85] realizaron DRX a aceros avanzados LD austeníticos con composición similar (Fe-31.6Mn-8.8Al-1.38C) después de realizar un tratamiento térmico de envejecimiento a diferentes tiempos y temperaturas, ellos reportan para el tiempo de 1.5 horas y a una temperatura de 550 °C, la presencia de fase kappa en los patrones de difracción a un costado de los picos de austenita  $\gamma$ -(111), (200), (220), (311) y (222), como picos de muy baja intensidad, ya que para el equipo es difícil detectar esta fase, debido a la baja cantidad presente, y a que es de tamaño nanométrico. Por otro lado, Liu y col. [88] realizaron difracción de rayos-X a un acero LD dúplex Fe-11Mn-10Al-0.9C y reportaron picos tenues de ferrita y fase kappa, los picos de ferrita presentados por estos autores presentan mayor intensidad que los presentados en este proyecto de investigación, esto se atribuye a la composición química, ya que, al contener menor Mn y C y mayor contenido de Al, se estabiliza la ferrita. Asimismo, los picos de fase kappa  $\kappa$ -(111), (200), (220), (311) y (222) se presentan por un lado de los picos de austenita  $\gamma$ -(111), (200), (220), (311) y (222) como un pico pequeño creciente, de igual manera como se presenta en el presente proyecto de investigación.

## CAPITULO 5. CONCLUSIONES

1. De acuerdo con las predicciones de los diagramas de transformación isotérmica (TTT) y enfriamiento continuo (CCT), los aceros LD dúplex presentan un adelanto significativo de la transformación de la austenita bajo condición isotérmica y enfriamiento continuo respecto a los aceros LD austeníticos. Las propiedades físicas, térmicas y termodinámicas en ambos aceros varían mínimamente con la adición de vanadio.
2. Mediante el tratamiento de acondicionamiento microestructural (homogenización-laminación en caliente-solubilizado) se logró transformar la estructura de solidificación dendrítica y segregada, a una estructura austenítica equiaxial más uniforme y fina.
3. Ambos aceros presentan la austenita como fase principal, además de partículas de AlN y MnS. Los aceros microaleados con vanadio además presentan precipitados de vanadio (VC).
4. La adición de vanadio tiende a inhibir el crecimiento de grano y retrasar la recristalización durante los tratamientos de acondicionamiento microestructural, particularmente durante la homogenización y laminación en caliente, donde el tamaño de grano presenta los valores mínimos ( $\approx 22 \mu\text{m}$ ), y la dureza los valores más altos (hasta 466 HV).
5. Las curvas de fluencia de compresión en caliente de ambos aceros presentan un comportamiento generalizado de altos esfuerzos a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación, y bajos esfuerzos a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación.
6. Los aceros LD dúplex presentan una caída abrupta de la curva de fluencia después de alcanzar el esfuerzo pico. Este fenómeno se presenta particularmente a bajas temperaturas ( $700 \text{ }^\circ\text{C}$ ) y bajas velocidades de deformación ( $0.001$  y  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), lo cual se asocia a una inestabilidad de la fluencia plástica asociada con la presencia de ferrita y carburos- $\kappa$ .
7. En la modelación de la fluencia en caliente de la etapa I, los parámetros de ablandamiento y endurecimiento ( $\Omega$  y  $U$ ) son mayores para los aceros austeníticos respecto a los dúplex, además de que el parámetro  $\Omega$  disminuye conforme aumenta el parámetro de Zener-Hollomon, caso contrario con el parámetro  $U$ . Por otro lado, el parámetro de ablandamiento ( $\Omega$ ) es mayor para los aceros microaleados con V.

8. En la modelación de la fluencia en caliente de la etapa II, la energía de activación para la recristalización dinámica es más elevada para los aceros austeníticos que para los dúplex, lo cual demuestra que para los aceros dúplex la barrera energética es menor, y es más fácil activar el mecanismo de recristalización dinámica a temperaturas elevadas  $> 700$  °C. En este caso el alto contenido de Al y el bajo contenido de Mn incrementan la energía de falla de apilamiento (SFE) lo que facilita la cinética de recristalización a temperaturas elevadas y bajas velocidades de deformación.

10. En la modelación de la fluencia en caliente de la etapa III, se presenta un efecto significativo del V como elemento microaleante, ya que tanto el esfuerzo pico como de estado estable presentan una disminución respecto a los aceros no microaleados.

11. Los parámetros de modelación de las ecuaciones constitutivas de base física obtenidas a partir de las curvas de compresión en caliente experimentales, permiten predecir con buena exactitud las curvas de fluencia a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, particularmente en los aceros LD austeníticos. La modelación de los aceros dúplex debe realizarse en rangos de temperaturas bajas y altas para mejorar el ajuste, debido a la presencia de ferrita y fase kappa.

12. El análisis metalográfico de las muestras deformadas bajo compresión muestra que la fracción recristalizada aumenta con la temperatura. Además, se corrobora el retraso de la recristalización dinámica en los aceros LD microaleados con vanadio.

13. Se corrobora la presencia de ferrita y fase kappa en los límites de grano de la austenita en las muestras deformadas a  $700$  °C y velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  del acero LD dúplex, lo cual explica la caída abrupta de la curva de fluencia después del esfuerzo pico y genera inestabilidad de la fluencia plástica.

14. Bajo condición de tratamiento térmico de envejecimiento, los aceros LD microaleados con V presentaron menor resistencia, lo cual se asocia con el retraso de la precipitación de carburos- $\kappa$ . 17. Además, los aceros avanzados LD dúplex presentan mayor resistencia a la tracción y mayor dureza (resistencia a la tracción  $> 1000$  MPa y dureza  $> 400$  HV) que los aceros austeníticos, sin embargo, los aceros austeníticos presentan mayor elongación (hasta 65 %).

15. Se corrobora la presencia de carburos- $\kappa'$  (intragranulares) en ambos aceros, además de carburos- $\kappa^*$  (intergranulares) y ferrita en los aceros dúplex después del tratamiento térmico de envejecimiento.

## **TRABAJO FUTURO**

1. Ensayos de compresión en caliente a temperaturas en un rango más estrecho donde se presenta inestabilidad de la fluencia plástica, debido a la presencia de carburos- $\kappa$  y ferrita.
2. Ensayos de EBSD para determinar la orientación preferencial de la microestructura, así como la evolución de texturas cristalográficas durante la deformación plástica en caliente y envejecimiento por precipitación.
3. Ensayos de dilatometría para determinar la cinética de precipitación tanto de la fase kappa como de precipitados de V.
4. Ensayos de microscopía electrónica de transmisión (TEM) para determinar la naturaleza de la fase kappa y precipitados de V, así como clarificar el efecto de V sobre el retraso/supresión de la cinética de formación de la fase kappa.

## CAPITULO 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Keeler S, Kimchi M. *Advanced high strength steels Application Guidelines*. **World auto steel**. World Steel Association, Brussels, 5, 2014.
- [2] You R K, Kao P W, Gan D. *Mechanical properties of Fe-30Mn-10Al-1C-1Si alloy*. **Materials Science Engineering: A**. 141–148, 1989.
- [3] 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*. **The Minerals, Metals and Materials Society**. 48a, 4500-4510, 2017.
- [4] Choo W K, Kim J H, Yoon J C. *Microstructural change in austenitic Fe-30.0wt%Mn7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical Properties*. **Acta Materialia** 45 (12), 4877-4885, 1997.
- [5] Rana R, Lahaye C, Kumar R. *Overview of lightweight ferrous materials: strategies and promises*. **The Minerals, Metals & Materials Society**. 66(9), 1734-1746, 2014.
- [6] Altstetter C J, Bentley A P, Fourie J W, Kirkbride A N. *Processing and properties of Fe-Mn-Al Alloys*. **Materials Science Engineering**. 82, 13–25, 1986
- [7] Garcia J C, Rosas N, Rioja R J. *Development of oxidation resistant Fe-Mn-Al alloys*. **Metal Progress**. 122(3), 47–50, 1982.
- [8] Etienne A, Mássardier-Jourdan V, Cazottes S, Garat X, Soler M, Zuazo I, et al. *Ferrite effects in Fe-Mn-Al-C triplex steels*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 45, 324–334, 2014.
- [9] Zargarán A, Kim H, Kwak J H, Kim N J. *Effects of Nb and C additions on the microstructure and tensile properties of lightweight ferritic Fe–8Al–5Mn alloy*. **Scripta Materials**. 89, 37-40, 2014.
- [10] Seol J B, Raabe D, Park C G. *Direct evidence for the formation of ordered carbides in a ferrite-based low-density Fe–Mn–Al–C alloy studied by transmission electron microscopy and atom probe tomography*. **Scripta Materials**. 68(6), 348-53, 2013.
- [11] Alekseenko M F, Krivonogov G S, Kozyreva L G. *Phase composition, structure, and properties of low-density steel*. **Metal Science and Heat Treatment**. 14, 187-189, 1972.
- [12] James P J. *Precipitation of the carbide (Fe,Mn)<sub>3</sub>AlC in an Fe-Al Alloy*. **Journal of Iron and Steel Institute**. 50, 54-57, 1969.

- [13] Cheng W C, Cheng C Y. *Phase transformation of the  $L1_2$  phase to kappa-carbide after spinodal decomposition and ordering in a Fe–C–Mn–Al austenitic Steel*. **Materials Science Engineering A**. 64, 128-135, 2015.
- [14] Howell R A, Van Aken D C. *A literature review of age hardening Fe-Mn-Al-C alloys*. **Iron Steel Technology**. 6, 193-212, 2009.
- [15] Kalashnikov I S, Acselrad O, Pereira L C. *Chemical composition optimization for austenitic steels of the Fe-Mn-Al-C system*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 9(6), 597-602, 2000.
- [16] Kim S H, Kim H, Kim N J. *Brittle intermetallic compound makes ultrastrong low-density steel with large ductility*. **Nature**. 518, 77-80, 2015.
- [17] Liu T F, Chou J S, Wu C C. *Effect of Si addition on the microstructure of an Fe–8.0Al–29.0Mn–0.90C alloy*. **Metal Materials Transactions**. 21(7), 1891-1899, 1990.
- [18] Sato K, Tagawa K, Inoue Y. *Spinodal decomposition and mechanical properties of an austenitic Fe-30wt.%Mn-9wt.%Al-0.9wt.%C alloy*. **Materials Science Engineering A**. 111, 45-50, 1989.
- [19] Kim C W, Kwon S I, Lee B E. *Investigation of the aging behavior and orientation relationships in Fe–31.4 Mn–11.4 Al–0.89 C low-density Steel*. **Journal of Alloys and Compounds**. 723, 146-156, 2017.
- [20] Frommeyer G, Brück G. *Microstructure and mechanical properties of high-strength FeMn-Al-C TRIPLEX steels*. **Steel Research International**. 77(9), 627-633, 2006.
- [21] 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.
- [23] Koster W, Tonn W. *The iron corner of the iron-manganese-aluminum system*. **Arch Eisenhüttenwes**. 7, 6-365, 1933.
- [24] Chen S, Rana R, Haldar A, Ray R K. *Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels*. **Progress in Materials Science**. 89, 345-391, 2017.
- [25] Ishida K, Ohtani H, Satoh N, Kainuma R, Nishizawa T. *Phase equilibria in Fe-Mn-Al-C alloys*. **ISIJ International**. 30, 680–6, 1990.
- [26] Buckholz S A, Van Aken D C, Bartlett L N. *On the influence of aluminum and carbon on abrasion resistance of high manganese steels*. **AFS Transactions**. 121, 495–510, 2013.

- [27] Cheng W C, Song Y S, Lin Y S, Chen K F, Pistorius P C. On the eutectoid reaction in a quaternary Fe-C-Mn-Al alloy: austenite  $\rightarrow$  ferrite + kappa-carbide +  $M_{23}C_6$  carbide. **Metallurgical and Materials Transactions: A**. 45A, 1199–216, 2014.
- [28] Cheng W C. Phase transformations of an Fe-17.9Mn-7.1Al-0.85C austenitic steel after quenching and annealing. **Journal of Materials**. 66, 1809–1820, 2014.
- [29] Bartlett L, Van Aken D. High manganese and aluminum steels for the military and transportation industry. **Journal of Materials**. 66, 1765-1770, 2014.
- [30] Chao C Y, Hwang L K, Liu T F. Spinodal decomposition in Fe-9.0Al-30.5Mn-xC alloys. **Scripta Metallurgica**. 29, 647–650, 1993.
- [31] 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.
- [32] 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.
- [33] Wray P J. Effect of carbon content on the plastic flow of plain carbon steels at elevated temperatures. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 13, 125-134, 1982.
- [34] Wray P J. Effect of composition and initial grain size on the dynamic recrystallization of austenite in plain carbon steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 15, 2009-2019, 1984.
- [35] Gourdet S, Montheillet F. A model of continuous dynamic recrystallization. **Acta Materialia**. 51(9), 2685-2699, 2003.
- [36] Jonas J J, Sellars C M, McG W J. Tegart, Recrystallization of metals during hot deformation. **Metallurgica Rev**. 14, 1-12. 1969.
- [37] Jonas J J, Mcqueen H J. Recovery and recrystallization during high temperature deformation. **Mise en forme de métaux et alliages**, Chapter VII, Ed. CNRS Paris, 99-143, 1976.
- [38] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier. 605, 2004.
- [39] Sakai T, Jonas J J. Dynamic recrystallization, Mechanical and microstructural considerations. **Acta Metallurgica**. 32, 189-209, 1984.
- [40] Zapata O J. Simulación de la evolución microestructural de aceros al silicio durante su deformación en caliente. **Tesis Doctoral**, Universidad Autónoma de Nuevo León. México. 2012.

- [41] Castan C, Montheillet F, Perlade A. *Dynamic recrystallization mechanisms in an Fe-8% Al low density steel under hot rolling conditions*. **Scripta Materialia**. 68, 360-364, 2013.
- [42] Abedi H R, Zarei A, Liub Z, Xinb R. *Continuous dynamic recrystallization in low density Steel*. **Materials and Design**. 114, 55-64, 2017.
- [43] Wilson P. *Recent developments in the study of recrystallization*. **InTech**. Rijeka, Croatia, 12(2), 64-81, 2013.
- [44] Yamamoto S, Ouchi C, Osuka T. *Proceedings of Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*. **Metallurgical Society of AIME**, 23, 613-682, 1982.
- [45] Yang F, Song R, Zhang L, Zhao C. *Hot deformation behavior of Fe-Mn-Al light-weight steel*. **Procedia Engineering**. 81, 456-461, 2014.
- [46] Zambrano O A, Valdés J, Aguilar Y, Coronado J J, Rodríguez S A, Logé R E. *Hot deformation of a Fe-Mn-Al-C Steel susceptible of  $\kappa$ -carbide*. **Materials Science and Engineering: A**. 689, 269-285, 2017.
- [47] Roberts W. *Deformation, Processing and Structure*. G. Krauss, ed., ASM, Metals Park, OH, , pp. 109-184. 1982
- [48] Blum W, Cahn R W, Haasen P, Kramer E J. *Materials Science and Technology*. eds., VCH, Weinheim, vol. 6, pp. 363-405. 1991
- [49] U.F. Kocks *Laws for work-hardening and low temperature creep*. **Engineering Materials Technology**. Trans., ASME, 98, 76-85, 1976.
- [50] 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.
- [51] Bergström Y. *A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha$ -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations*. **Materials Science Engineering**. 5, 193-200, 1969–1970.
- [52] Bergström Y, & 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.
- [53] Avrami M. *Kinetics of phase change. I General theory*. **Journal of Chemical Physics**. 7, 1103-1112, 1939.
- [54] Avrami M. *Kinetics of phase change. II, Transformation-time relations for random distribution of nuclei*. **Journal of Chemical Physics**. 8, 212-224, 1940.

- [55] Avrami M. *Kinetics of phase change. III, Granulation, phase change, and microstructure*. **Journal of Chemical Physics**. 9, 177-184, 1940.
- [56] Ashby M F. *A first report on deformation-mechanism maps*. **Acta Metallurgica**. 20(7), 887-897, 1972.
- [57] 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.
- [58] Taylor G I. *Plastic strain in metals*. **Journal of Institutional Metals**. 62, 307-324, 1938.
- [59] Laasraoui A, Jonas J J. *Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rate*. **Metallurgical and Materials Transactions**. vol. 22, 1545-1558, 1991.
- [60] 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*. **Metall. Mater. Trans.** 28A, 2233-2244, 1997.
- [61] Luton M J, Sellars C M. *Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation*. **Acta Metallurgica**. 17, 1033-1043, 1969.
- [62] Sellars C M. *Modelling microstructural development during hot rolling*. **Materials Science and Technology**. 6, 1072-1081, 1990.
- [63] Frost H J, Ashby M F. *Deformation-mechanism Maps. The plasticity and creep of metals and ceramics*. Chapters 1-5, Ed. Pergamon Press, Oxford, 1982.
- [64] Garofalo F. *An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metals*. **Transactions of AIME**. 227, 351-356, 1963.
- [65] 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.
- [66] Sellars C M, McTegart W J. *On the mechanism of hot deformation*. **Acta Metallurgica**. 14 1136-1138, 1966.
- [67] Liu D, Ding H, Hu X, Han D, Cai M. *Dynamic recrystallization, and precipitation behaviors during hot deformation of a  $\kappa$ -carbide-bearing multiphase Fe-11Mn-10Al-0.9 C lightweight steel*. **Materials Science and Engineering**. A 772, 138682, 2020.
- [68] Mozumder Y H, Babu K A, Saha R, Sarma V S, Mandal S. *Dynamic microstructural evolution and recrystallization mechanism during hot deformation of intermetallic-hardened duplex lightweight steel*. **Materials Science and Engineering**. A 788, 139613, 2020.

- [69] Renault C, Churyumov A Y, Pozdnyakov A V, Churyumova T A. *Microstructure and hot deformation behavior of FeMnAlCMo steel*. **Journal of Materials Research and Technology**. 9(3), 4440-4449, 2020.
- [70] Anonym. *Software for Materials Properties*. [en línea].  
Disponibile en:  
<URL: <https://www.sentesoftware.co.uk/jmatpro>> [Consultado 15 de marzo de 2020].
- [71] 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](http://www.astm.org), 43, 2011.
- [72] Li Y, Song R, Wen E, Yang F. *Hot Deformation and Dynamic Recrystallization Behavior of Austenite-Based Low-Density Fe-Mn-Al-C Steel*. **Acta Metallurgica Sinica**. Sin. 29(5) 441-449 2016.
- [73] Rana R. *Low-Density Steels*. **Journal of Materials**. Vol. 66, No 9, 2014.
- [74] Ishida K, Ohtani H, Satoh N, Kainuma R, Nishizawa T. *Phase equilibria in Fe-Mn-Al-C Alloys*. **ISIJ International**. vol 30, 680-688, 1990.
- [75] Huang Z, Jiang Y, Hou A, Wang P, Shi Q, Hou Q, Liu Xianghua. *Rietveld refinement, microstructure and high-temperature oxidation characteristics of low-density high manganese steels*. **Journal of Materials Science & Technology**. 1057, 3-9, 2017.
- [76] Mapelli C, Barella S, Gruttadauriaa A, Mombelli D, Bizzozero M, Veys X.  *$\gamma$  Decomposition in Fe-Mn-Al-C lightweight steels*. **Journal of Materials Research and Technology**. 9(3), 4604-4616, 2020.
- [77] Zuazo I, Hallstendt B, Lindahl B, Sellebi M, Soler M, Etienne A, Perlade . *Low density steels; Complex Metallurgy for Automotive Applications*. **Journal of Materials**, vol, 66, No.9, 2014.
- [78] Aperador W, Caicedo J C, Vera R. *Assessment of Corrosion Resistance of Fermanal Steel Coated Whith TiC(N)/TiNb(CN) Heterostructures for Use As a Biomaterial*. **International Journal of electrochemical science**. 8, 2778-2790, 2013.
- [79] Mazancova E, Jonšta Z, K. *Structural Metallurgy Properties of High Manganese Fe–Mn–Al–C Alloy*, **Trends in the Development of Machinery and Associated Technology**. TMT pp. 221 2008.: Proceedings: 12th international research/expert conference, Istanbul, Turkey 26-30 August 2008.

- [80] Song W, Zhang W, Appen J, Dronskowski R, Bleck W.  *$\kappa$ -Phase Formation in Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels*. **Steel Research Int.** 86, 2015.
- [81] Han D, Ding H, Liu D. *The microstructures and tensile properties of aged Fe-xMn-8Al-0.8C low-density steels*. **Materials Science and Technology**. 36:6, 681-689. 2020.
- [82] Kaltzakorta I, Gutierrez T, Elvira R, Jimbert P, Guraya T. *Evolution of Microstructure during Isothermal Treatments of a Duplex-Austenitic 0.66C11.4Mn.9.9Al Low-Density Forging Steel and Effect on the Mechanical Properties*. **Metals**. 214 (11). 2021.
- [83] Anonym. *Full Mechanical*. [En línea]  
Disponble en:  
<http://www.fullmecnica.com/definiciones/d/1031-dureza-vickers> [consultado el 21 de octubre de 2021]
- [84] Shun T, Wan C, Byrne J. *Study of work hardening in austenitic Fe-Mn-C and Fe-Mn-Al-C alloys*. **Acta Metalurgicall Mater**. Vol. 40, 3407-34011. 1992.
- [85] Feng Y, Song R, Wang Y, Liu H, Li H, Liu X. *Aging hardening and precipitation behavior of Fe-31.6Mn-8.8Al-1.38C austenitic cast steel*. **Vacuum**. 181. 2020.
- [86] Dey P, Nazarov R, Dutta B, Yao M, Herbig M, Friák M, Hickel T, Raabe D, Neugebauer J. *Ab initio explanation of disorder and off-stoichiometry in Fe-Mn-Al-C  $\kappa$  carbides*. **Physical Review**. B 95. 104108-1, - 104108-14. 2017.
- [87] 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**. 2021.
- [88] 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  $\kappa$ -carbides*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. Vol. 28(8), 1516-1526. 2019.
- [89] Wan P, Kang T, Li F, Gao P, Zhang L, Zhao Z. *Dynamic recrystallization behavior and microstructure evolution of low-density high-strength Fe-Mn-Al-C steel*. **Journal of Materials Research and Technology**. 15, 1059-1068, 2021.
- [90] Reyes-Calderón F, Mejía I, Boulaajaj A, Cabrera J.M. *Effect of microalloying elements (Nb, V and Ti) on the hot flow behavior of high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel*. **Materials Science and Engineering**. A 560, 552-560, 2013.

- [91] Kimura Y, Handa K, Hayashi K, Mishima Y. *Microstructure control and ductility improvement of the two phase  $\gamma$ Fe/ $\kappa$ -(Fe,Mn)<sub>3</sub>AlC alloys in the Fe-Mn-Al-C quaternary system.* **Intermetallics**. 12, 607-617, 2004.
- [92] Sarkar A, Sanyal S, Bandyopadhyay T, Mandal S. *Influence of annealing parameters on phase evolution and recrystallization kinetics of a Mn-Al-Si alloyed duplex steel.* **Materials Characterization**. 134, 213-224, 2017.
- [93] *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.* **ASTM E8/E8M-16a** (West Conshohocken, PA: ASTM International, approved August 1, 2016).
- [94] *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.* **ASTM E112-96** (West Conshohocken, PA: ASTM International, approved April, 2000).
- [95] 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 Fe<sub>30</sub>Mn<sub>11</sub>Al<sub>1</sub>C Micro-Alloyed with Nb and V.* **Materials**. 14, 6555, 2021.