



**UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

DOCTORADO EN CIENCIAS EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**“ESTUDIO DE LOS MECANISMOS DE DESGASTE POR
DESLIZAMIENTO NO-LUBRICADO DE ACEROS AUSTENÍTICOS ALTO-
MANGANESO DE PLASTICIDAD INDUCIDA POR MACLAJE (TWIP)
MICROALEADOS CON Nb, Ti, V, Mo y Ti/B”**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

DOCTOR EN CIENCIAS EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

M.C. VÍCTOR HUGO MERCADO LEMUS

ASESOR:

DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS

Departamento de Metalurgia Mecánica-IIMM

CO-ASESOR:

DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE

Departamento de Fundición-IIMM

COMITÉ TUTORIAL:

Dr. José María Cabrera Marrero (ETSEIB-UPC, España)

Dr. Cuauhtémoc Maldonado Zepeda (IIMM-UMSNH, México)

Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez (IIMM-UMSNH, México)

Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas (IIMM-UMSNH, México)

MORELIA, MICHOACÁN, FEBRERO DE 2017.



Agradecimientos.

INSTITUCIONES:

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

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

A la **Universitat Politècnica de Catalunya (UPC)**, en España, por el apoyo recibido durante mi estancia en España y por haberme permitido ampliar mis conocimientos en sus instalaciones.

Al **Instituto Tecnológico de Morelia (ITM)** por el apoyo recibido durante la realización de mi tesis doctoral.

PERSONAS:

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

A los integrantes de mi comité revisor: Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez (¡Fuerza Zacapu!), Dr. Cuauhtémoc Maldonado Zepeda, Dr. José María Cabrera Marrero y Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas, por sus consejos, críticas, comentarios y sugerencias, los cuales me alentaron para que este trabajo alcanzara su meta final. Muchas gracias por su tiempo y apoyo durante la realización de mi tesis.

Una mención especial al Dr. José María Cabrera Marrero por todo su apoyo durante mi estancia en Barcelona, España, su apoyo fue invaluable. ¡Moltes gràcies!

A mis compañeros y amigos del IIMM-UMSNH, por su ayuda y apoyo, Francisco Solorio, Sayil López, Antonio Rodríguez, Francisco Reyes, Enrique Sálas, Iván Cortés, Gladys Yvette, Humberto Belmonte, Yahir Salinas, Elvira García, Víctor García, entre muchos otros que me falta tiempo para mencionar...

A mis compañeros y amigos del grupo de investigación de la ETSEIB-UPC: Jairo Muñoz, Ana Hernández, Jessica Calvo, Tonny Benito, Issac Lopez, Mohhamad Rezayat, Tarek Khelfa, Mohan Chand, Karen García, Wang Lei, Itzel Tinoco, Jing Yang, Miguel Túron, etc., por su disposición, compañía y apoyo para sacar adelante las pruebas de laboratorio. ¡Moltes gràcies a tothom!



Con todo mi amor y cariño:

A mi esposa Yessica y mis hijos Hugo Daniel y Vanessa.

A toda mi familia, en especial a mis padres “Mary y Mayo” y hermanos “Iris y Alejandro”, por preocuparse siempre y apoyarme en este proyecto de superación personal y profesional.



ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	i
ABSTRACT	ii
INTRODUCCIÓN.....	iii
HIPÓTESIS	v
OBJETIVOS.....	vi
Objetivo general	vi
Objetivos específicos.....	vi
JUSTIFICACIÓN.....	vii
1.1 Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS).....	1
1.2 Aceros TWIP	1
1.2.1 Breve historia del acero TWIP.	2
1.2.2 Propiedades mecánicas	4
1.2.3 Aplicaciones	6
1.3 Fenómeno de plasticidad inducida por maclaje (TWIP)	6
1.3.1 Deformación por maclaje	6
1.3.2 Energía de falla de apilamiento (SFE).....	8
1.4 La importancia de la composición química en aceros TWIP	11
1.4.1 Influencia de los diferentes elementos de aleación presentes en los aceros TWIP	11
1.4.2 Influencia de los diferentes elementos microaleantes presentes en los aceros TWIP	13
1.4.3 Influencia de la precipitación en aceros TWIP.....	14
1.5 Desgaste.....	16
1.5.1 Introducción al desgaste	16
1.5.2 Mecanismos de desgaste.....	17
1.5.2.1 Desgaste abrasivo	18
1.5.2.2 Desgaste adhesivo	19
1.6 Desgaste oxidativo.....	20
1.7 Desgaste por deslizamiento en seco	21
1.8 Influencia de los parámetros de desgaste (carga, velocidad de deslizamiento, coeficiente de fricción, temperatura)	22
1.8.1 Carga.....	22
1.8.2 Velocidad de deslizamiento.....	22
1.8.3 Coeficiente de fricción	23



1.8.4 Temperatura.....	23
1.9 Influencia de la capa de óxido	24
1.10 Influencia de la capa deformada.....	24
1.11 Estado del arte sobre desgaste de aceros austeníticos alto-manganeso de plasticidad inducida por maclaje (TWIP).....	25
CAPITULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	29
2.1 Materiales y composición química.....	31
2.2 Acondicionamiento microestructural de los aceros TWIP bajo estudio.....	31
2.2.1 Tratamiento térmico de homogenización y laminación en caliente	31
2.2.2 Tratamiento térmico de solubilizado	33
2.3 Material base en condición de solubilizado.....	33
2.4 Ensayos de desgaste mediante la técnica “Probeta sobre anillo rotatorio”	37
2.4.1 Condiciones de los ensayos de desgaste.....	37
2.4.2 Medición de la pérdida en peso de las probetas desgastadas	39
2.4.3 Determinación de la tasa de desgaste	39
2.4.4 Medición del coeficiente de fricción	40
2.4.5 Medición de temperatura cercana a la superficie de desgaste.....	40
2.5 Recubrimiento Ni-P de superficies desgastadas.....	41
2.6 Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	42
2.6.1 MEB de superficies desgastadas.....	42
2.6.2 MEB de los fragmentos de desgaste (Debris)	43
2.7 Difracción de rayos-X (DRX)	43
2.7.1 DRX de las superficies desgastadas	43
2.7.2 DRX de los fragmentos de desgaste (Debris).....	43
2.8 Caracterización microestructural por difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	44
CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	46
3.1 Material base (condición de solubilizado).....	46
3.1.1 Caracterización metalográfica	46
3.1.2 Caracterización estructural y mecánica	48
3.2 Comportamiento al desgaste de los aceros TWIP bajo la técnica “Probeta sobre anillo rotatorio”	51
3.2.1 Pérdida en peso	51
3.2.2 Tasa de desgaste	53
3.2.3 Coeficiente de fricción	57



3.2.4 Temperatura promedio cercana a la superficie.....	61
3.3 Caracterización de superficies desgastadas	65
3.3.1 MEB de superficies desgastadas.....	65
3.3.2 MEB-EDS de superficies desgastadas.....	71
3.3.3 DRX de las superficies desgastadas	75
3.4 Caracterización de los fragmentos de desgaste	79
3.4.1 MEB de los fragmentos de desgaste.....	79
3.4.2 MEB-EDS de los fragmentos de desgaste.....	86
3.4.3 DRX de los fragmentos de desgaste	90
3.5 Caracterización de la capa de óxido	94
3.5.1 Recubrimiento Ni-P.....	94
3.5.2 Resultados de la medición de espesor de capa de óxido	97
3.6 Caracterización de capa deformada.....	98
3.6.1 EBSD de capa deformada.....	98
3.6.1.1 Análisis de contraste de banda (BC).....	98
3.6.1.2 Análisis de maclas (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo ($\theta < 3^\circ$)	105
3.6.1.3 Análisis de figuras de polo inversas (IPF).....	112
CAPITULO IV. CONCLUSIONES.....	121
Referencias Bibliográficas:.....	125
Recomendaciones y trabajo futuro	134
ANEXO A.	136
Difracción de electrones retro-dispersados (Electron Backscattered Diffraction, EBSD).....	136
ANEXO B.	139
Análisis de la orientación y texturas cristalinas por EBSD.....	139
ANEXO C.	141
Publicaciones en revistas con arbitraje estricto.	141
ANEXO D.	185
Presentaciones en congresos.....	185



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Clasificación aceros de alta resistencia (HSS, por sus siglas en inglés) y aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés).....	1
Figura 2.	Porcentaje de elongación en función del esfuerzo último en tracción para aceros de aplicaciones automotrices (los años corresponden al tiempo en que estos tuvieron un gran desarrollo).....	3
Figura 3.	Evolución del número de publicaciones y patentes relacionadas con aceros TWIP para aplicaciones estructurales en los últimos 13 años (Valores del 2010). Datos extraídos con Google Scholar (http://scholar.google.com/advanced-scholar-search).....	3
Figura 4.	Esquema que muestra de manera general la elongación y esfuerzos alcanzados para aceros al manganeso austeníticos, TWIP con diferentes composiciones [20].....	5
Figura 5.	Macla en la dirección [112], vista en un microscopio electrónico de transmisión (TEM) de un metal con estructura cristalina FCC [24].....	7
Figura 6.	Imagen que ilustra de manera atómica el maclado. a) Representación de una sección perpendicular a la superficie en una red cúbica con un bajo índice orientado en un cierto ángulo al plano pulido. b) La región de la derecha del plano maclado está deformada, en la región de la izquierda los planos de los átomos tienen un corte como una forma de hacer la red a una imagen especular en el plano maclado. Los círculos en blanco representan el átomo sin movimiento mientras que los círculos en tono oscuro representan los átomos con cambio de posición en la región maclada [23].....	8
Figura 7.	Esquema que muestra el empaquetamiento de una estructura cúbica centrada en las caras (FCC) [28]. Donde se observa que la segunda capa (B) se sitúa en los huecos formados por los átomos de la primera capa (A). Los átomos de la tercera hilera (C) son puestos en la misma posición de la primera capa (A) y la estructura se repite formando un empaquetamiento ABCABCABC.....	9
Figura 8.	Micrográficas en microscopía electrónica de barrido mostrando micro-mecanismos de abrasión controlados por deformación plástica: a1) microsurcado; b1) y c1) formación de acumulaciones de material sin desprender y d1) microcorte [55].....	19
Figura 9.	Etapas experimentales del proyecto de investigación doctoral.....	30
Figura 10.	Laminadora marca T. J. Pigott Engineers de 50 toneladas.....	32



Figura 11.	Ciclo del tratamiento térmico de homogenización y de laminación en caliente.....	32
Figura 12.	Ciclo del tratamiento térmico de solubilizado.....	33
Figura 13.	Microscopio óptico invertido NIKON EPIPHOT 300.....	34
Figura 14.	Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400.....	35
Figura 15.	Difractómetro de rayos-X SIEMENS D5000.....	35
Figura 16.	Durómetro Nanovea series automático.....	36
Figura 17.	Máquina universal de pruebas mecánicas electromecánica ZWICK/ROELL Z100.....	36
Figura 18.	Pulidora LECO SS-1000.....	37
Figura 19.	Componentes de la máquina de desgaste “Probeta sobre anillo rotatorio”.....	38
Figura 20.	Balanza Mettler Toledo automática de alta precisión.....	39
Figura 21.	Pirómetro láser infrarrojo CEM modelo DT-8869.....	40
Figura 22.	Pulidora Labopol-5 marca STRUERS con Labodoser.....	42
Figura 23.	Microestructura correspondiente a los aceros TWIP: a) TWIP-REF (sin microalea), b) TWIP-Niobio (TWIP-Nb), c) TWIP-Titanio (TWIP-Ti), d) TWIP-Vanadio (TWIP-V), e) TWIP-Molibdeno (TWIP-Mo) y f) TWIP-Ti/B (TWIP-Ti/B), en condición de solubilizado a 1100 °C.....	46
Figura 24.	Tamaño de grano promedio en aceros TWIP microaleados.....	48
Figura 25.	Difracción de rayos X, para los diferentes aceros TWIP bajo estudio.....	49
Figura 26.	Microdureza Vickers promedio en aceros TWIP microaleados.....	50
Figura 27.	Gráficas de pérdida en peso vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	52
Figura 28.	Gráficas de tasa de desgaste vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	54
Figura 29.	Gráficas de tasa de desgaste vs carga, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	56



Figura 30.	Coefficiente de fricción (μ) vs carga, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	58
Figura 31.	Coefficiente de fricción (μ) vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	60
Figura 32.	Temperatura promedio superficial vs carga, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	63
Figura 33.	Temperatura promedio superficial vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	64
Figura 34.	Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-REF, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	65
Figura 35.	Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Nb, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	66
Figura 36.	Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	67
Figura 37.	Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-V, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	68
Figura 38.	Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Mo, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	69



Figura 39.	Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti/B, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	70
Figura 40.	Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-REF. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	72
Figura 41.	Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Nb. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	72
Figura 42.	Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Ti. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	73
Figura 43.	Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-V. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	73
Figura 44.	Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Mo. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	74
Figura 45.	Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Ti/B. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	74
Figura 46.	Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-REF, bajo deslizamiento en seco.....	76
Figura 47.	Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Nb, bajo deslizamiento en seco.....	76
Figura 48.	Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti, bajo deslizamiento en seco.....	77
Figura 49.	Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-V, bajo deslizamiento en seco.....	77
Figura 50.	Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Mo, bajo deslizamiento en seco.....	78
Figura 51.	Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti/B, bajo deslizamiento en seco.....	78
Figura 52.	Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-REF, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d)	



	103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	80
Figura 53.	Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Nb, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	81
Figura 54.	Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	82
Figura 55.	Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-V, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	83
Figura 56.	Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Mo, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	84
Figura 57.	Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.....	85
Figura 58.	Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-REF. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	86
Figura 59.	Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Nb. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	87
Figura 60.	Análisis MEB-EDS de los debris de desgaste del acero TWIP-Ti. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	87



Figura 61.	Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-V. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	88
Figura 62.	Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Mo. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	88
Figura 63.	Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Ti/B. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.....	89
Figura 64.	Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-REF, bajo deslizamiento en seco.....	90
Figura 65.	Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Nb, bajo deslizamiento en seco.....	91
Figura 66.	Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti, bajo deslizamiento en seco.....	91
Figura 67.	Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-V, bajo deslizamiento en seco.....	92
Figura 68.	Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Mo, bajo deslizamiento en seco.....	92
Figura 69.	Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, bajo deslizamiento en seco.....	93
Figura 70.	Imagen que muestra la tonalidad negruzca y características magnéticas de los fragmentos de desgaste.....	94
Figura 71.	Diferentes capas formadas para el acero TWIP-REF, (a) SEM y (b) Line-scan, a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) y carga (52.6 N) y (c) SEM y (d) Line-scan, a alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s) y carga (154.4 N).....	95
Figura 72.	Diferentes capas formadas para el acero TWIP-Ti, (a) SEM y (b) Line-scan, a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) y carga (52.6 N) y (c) SEM y (d) Line-scan, a alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s) y carga (154.4 N).....	96
Figura 73.	Espesor de óxido promedio vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).....	97
Figura 74.	Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-REF, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	99



Figura 75.	Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Nb, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	100
Figura 76.	Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Ti, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	101
Figura 77.	Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-V, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	102
Figura 78.	Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Mo, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	103
Figura 79.	Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	104
Figura 80.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-REF, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	106
Figura 81.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Nb, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	107
Figura 82.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Ti, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	108
Figura 83.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano	



	de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-V, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	109
Figura 84.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Mo, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	110
Figura 85.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	111
Figura 86.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-REF, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	113
Figura 87.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Nb, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	114
Figura 88.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Ti, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	115
Figura 89.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-V, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	116
Figura 90.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Mo, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	117
Figura 91.	Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Ti/B, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.....	118



- Figura 92. Tres planos de la familia {220} son proyectados sobre la pantalla de fósforo como pares de conos casi planos (solo una pequeña parte del cono se muestra). Los conos interceptan como hipérbolas y definen las esquinas de las bandas de Kikuchi [107].....136
- Figura 93. a) Vista lateral del detector de EBSD, la muestra de análisis, la pantalla de fósforo y el diodo detector de dispersión, b) Primeros patrones de electrones retro-dispersados (EBSP) indexados por Venables [106].....137
- Figura 94. a) Ejemplo de un modelo estadístico representativo de la microestructura real, b) mapa de EBSD de la microestructura de un acero TWIP [108].....139



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Valores de los parámetros correspondientes al cálculo de la energía de falla de apilamiento en aceros auténticos con alto contenido de manganeso [29-32].....	11
Tabla 2.	Composición química de aceros avanzados de nueva generación austeníticos alto-manganeso (HMS) Fe-Mn-C-Al-Si de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados con Nb, V, Ti, Ti/B y Mo (% en peso).....	31
Tabla 3.	Formulación de la solución de niquelado químico [72, 73].....	41
Tabla 4.	Tamaño de grano promedio en condición de solubilizado, para los diferentes aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.....	47
Tabla 5.	Microdureza promedio en condición de solubilizado, para los diferentes aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.....	49
Tabla 6.	Pérdida en peso (g), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.....	51
Tabla 7.	Tasa de desgaste (mm ³ /m), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.....	53
Tabla 8.	Coefficiente de fricción promedio (μ), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.....	57
Tabla 9.	Temperatura promedio medida cerca de la superficie (°C), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.....	61
Tabla 10.	Índices de Miller y ángulos de Euler de las orientaciones con texturas para materiales FCC [109, 110].....	140



RESUMEN

Los aceros austeníticos TWIP (Twinning Induced Plasticity) hacen parte de los Aceros Avanzados de Alta Resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés), los cuales han probado ser materiales que alcanzan propiedades mecánicas de resistencia y ductilidad superiores a los aceros convencionales. En este trabajo se determinó la influencia de la adición de diferentes elementos microaleantes (Ti, V, Nb, Mo y Ti/B) sobre la resistencia al desgaste por deslizamiento no-lubricado de aceros TWIP, así como también los mecanismos de desgaste presentes durante este proceso. Para esto se realizaron ensayos de desgaste por deslizamiento no-lubricado mediante la técnica “probeta sobre anillo rotatorio” a diferentes niveles de carga y velocidades de deslizamiento. Además, se planteó determinar la naturaleza de los mecanismos de desgaste por deslizamiento no-lubricado presentes mediante el estudio a profundidad de la superficie desgastada, fragmentos de desgaste, coeficiente de fricción y temperatura medida cerca de la superficie de los aceros TWIP bajo estudio, así como su interrelación. Este estudio contempló diferentes técnicas de caracterización metalográfica, estructural y mecánica, entre la cuales se encuentran microscopía óptica (LOM), microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos-X (XRD), difracción de electrones retrodispersión (EBSD) y microdureza Vickers, entre las más importantes. En general, los resultados indican que la mejora en la resistencia al desgaste para todos los aceros TWIP bajo estudio, se presentó al aumentar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), debido a la formación de una película protectora (óxidos de diferentes estequiometrías) contra el desgaste, que actuó como un lubricante, protegiendo la superficie del contacto directo metal-metal, reduciendo la pérdida en peso y mejorando la resistencia al desgaste, donde el principal mecanismo actuante fue por desgaste oxidativo. Por otro lado, se observó que los elementos microaleantes tuvieron muy poca influencia sobre la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio, debido al predominio de la capa de óxido, que tendió a igualar el comportamiento al desgaste de todos los aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

Palabras Clave: Aceros TWIP, elementos microaleantes, desgaste por deslizamiento, desgaste oxidativo, capa de óxido.



ABSTRACT

High-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steels are part of the advanced high-strength steels (AHSS). Nowadays, these steels are very attractive materials by their excellent mechanical properties of ductility and strength compared to conventional steels. In this research work, the main aim is to study the influence of the addition of different microalloying elements such as Ti, V, Nb, Mo and Ti/B on the wear behavior of TWIP steels, as well as the wear mechanism present during this process. For this purpose, dry-sliding wear tests by the "Pin-on-Ring" technique at different levels of load and sliding rates were carry out. In addition, a depth study of the worn surface, wear debris, friction coefficient and temperature measured near the contact surface was carry out in order to clarify the nature of the wear mechanisms, and the relationship between wear parameters. The results were evaluated by different metallographic, structural and mechanical techniques, such as optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), electron backscattering diffraction (EBSD) and Vickers microhardness. In general, wear resistance of the studied TWIP steels increases as the sliding speed increases (0219 – 0868 m/s) due to the formation of a protective film (oxides of different stoichiometries), which acted as a lubricant against wear, protecting the surface from direct metal-metal contact, minimizing the lost weight and improving the wear resistance of TWIP steels, where the main wear mechanism is oxidative. On the other hand, results shown that microalloying elements just had a little influence in the wear behavior, due to the predominance of the oxide layer, which tends to equalize the wear response of all TWIP steels.

Keywords: TWIP steels, microalloying elements, sliding wear, oxidative wear, oxide layer.



INTRODUCCIÓN

Las industrias que hoy en día se relacionan con la Ingeniería Metalúrgica y de Materiales, como son: la industria automotriz, la ferroviaria, la aeronáutica, las que se dedican a la generación y distribución de electricidad, la petrolera, las de aparatos eléctricos y electrónicos, entre muchas otras, han mejorado su ingeniería gracias al desarrollo continuo de nuevos materiales y a las mejoras de las propiedades mecánicas y físicas de los mismos. Es importante señalar que dichos elementos estructurales o sistemas a menudo están sometidos a diferentes tipos de contacto, ya sea en seco o con lubricación, lo cual genera condiciones de desgaste severo.

Para aplicaciones automotrices, los aceros TWIP, que poseen un alto contenido en Mn (15 a 30 %) son muy atractivos, debido a su alta capacidad para absorber los impactos, la cual se cuantifica en valores de más de tres o cuatro veces la energía que puede absorber un acero convencional (acero al carbono sin alear), además de proporcionar una buena tenacidad que le confiere propiedades de seguridad en estas aplicaciones. La deformación plástica por maclado es una propiedad que raramente se explota del material en aplicaciones ingenieriles. La mayoría de las deformaciones plásticas de las aleaciones de hierro, hacen uso de los mecanismos de deslizamiento a nivel límite de grano a valores de velocidad de deformación y temperatura comunes para los estudios de laboratorio. Con la consigna tradicional de que un aumento en la resistencia a la fluencia, provoca un detrimento en la ductilidad. A fin de contribuir a resolver esta contradicción metalúrgica, se desarrollan estos grados de aceros para combinar esos requerimientos y contribuir a resolver la disyuntiva.

Entonces, es de particular importancia obtener resultados experimentales de desgaste en aceros TWIP microaleados, para contar con mayor información sobre la naturaleza del comportamiento al desgaste y proponer modelos de predicción de vida en estos materiales.

Es importante señalar que hasta ahora no existe información reportada en literatura abierta sobre el comportamiento a desgaste por deslizamiento no-lubricado de aceros TWIP, ni del



efecto de la presencia de elementos microaleantes. En este sentido el presente grupo de investigación es pionero en esta línea de investigación y ha empezado a generar resultados importantes.



HIPÓTESIS

La adición controlada de elementos microaleantes (**Ti, V, Nb, Mo y Ti/B**), a los aceros **TWIP**, se refleja en el endurecimiento y refinamiento de grano, por la formación de carburos, nitruros e inclusive carbonitruros en la matriz y el límite de grano austenítico característico de este tipo de aceros, confiriéndole así una elevada resistencia. Por lo cual, se espera que la resistencia al desgaste de aceros TWIP microaleados sea mayor que en aceros TWIP sin microalea, debido a un incremento de la dureza.

De acuerdo con investigaciones previas sobre el desgaste por deslizamiento en seco de aceros TWIP microaleados, se establece que el principal mecanismo que controla el proceso de desgaste por deslizamiento en seco es del tipo oxidativo, y que a altas velocidades de deslizamiento en seco esta capa se incrementa actuando como una película protectora contra el desgaste. Por lo tanto, se espera que esta capa de óxido generada durante el deslizamiento no-lubricado a altas velocidades disminuya el coeficiente de fricción y mejore la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio.

Por otro lado, debido a la formación de la capa de óxido que se genera durante los diferentes ensayos, se espera que la deformación plástica por debajo de la superficie, tienda a disminuir conforme esta capa de óxido se incremente, y que el grado de maclaje por deformación por debajo de la superficie deformada tenga una influencia significativa sobre el volumen desgastado, así como en el coeficiente de endurecimiento, ya que este fenómeno incrementa sensiblemente la capacidad de endurecimiento del material.



OBJETIVOS

Objetivo general

El objetivo principal de este proyecto de investigación doctoral es determinar el efecto de los elementos microaleantes (Ti, V, Nb, Mo y Ti/B) sobre la resistencia y mecanismos de desgaste por deslizamiento no-lubricado de aceros TWIP.

Objetivos específicos

- a) Determinar el efecto de los elementos microaleantes (Ti, V, Nb, Mo y Ti/B) sobre la resistencia al desgaste por deslizamiento no-lubricado mediante la técnica “probeta sobre anillo rotatorio” de los aceros TWIP bajo diferentes condiciones de carga y velocidad de deslizamiento.
- b) Determinar el coeficiente de fricción de aceros TWIP microaleados bajo diferentes condiciones de carga y velocidad de deslizamiento.
- c) Determinar los principales mecanismos de desgaste por deslizamiento no-lubricado de aceros TWIP microaleados.
- d) Determinar la naturaleza de la superficie desgastada, capa de óxido superficial y fragmentos de desgaste generados durante el desgaste por deslizamiento no-lubricado de aceros TWIP bajo estudio, así como su relación con los mecanismos de desgaste.
- e) Determinar el efecto de la deformación plástica sobre la superficie de desgaste de los aceros TWIP bajo estudio, así como su relación con los mecanismos de desgaste.



JUSTIFICACIÓN

La investigación metalúrgica de hoy en día se centra en la búsqueda de aceros que combinen alta resistencia y tenacidad, para tener aceros con propiedades mejores a los usados convencionalmente, que permitan una reducción en la sección transversal de los componentes utilizados en las industrias de hoy en día (particularmente en el sector automotriz, generación de energía, minero y de la construcción).

El desarrollo de aceros de alta resistencia y tenacidad, permite diseñar componentes estructurales de menor sección transversal, lo que aligera el peso y mejora la eficiencia específica de los motores, y por ende, la disminución del consumo de los combustibles fósiles y emisiones de gases contaminantes (impacto ecológico), además de absorber mayor energía durante una colisión (seguridad).

Por otro lado, se han desarrollado una gran variedad de aceros para la industria automotriz en las últimas décadas, lo que ha permitido conseguir muchas mejoras en seguridad, rendimiento de combustible, absorción de impactos y comodidad. Sin embargo, estas mejoras, pueden estar en contradicción con la búsqueda del aligeramiento del vehículo. Por tal motivo, es necesaria la investigación para encontrar materiales y aleaciones que permitan combinar ambas características de resistencia y ligereza.

Al momento se han desarrollado algunas investigaciones con la intención de mejorar los aceros TWIP. ARCELOR-MITTAL y TKS (ThyssenKrupp Steel Company) han desarrollado el acero TWIP (X-IP 1000) [1] para reducción de peso en los productos y mejora en su capacidad de absorción de impactos. El X-IP 1000, es un acero austenítico, basado en una aleación con muy altos contenidos de Mn, el cual proporciona una resistencia a la tensión por arriba de los 1000 MPa y una elongación total superior al 80%. Las características mecánicas de este producto han sido adaptadas a las necesidades de la industria automotriz.



En lo referente a la resistencia al desgaste de aceros TWIP, se cuenta aún con muy poca información, aunque estudios recientes [2] demuestran que las aplicaciones pudieran estar enfocadas hacia condiciones donde se apliquen altas velocidades de deslizamiento en seco en combinación con alta absorción de impacto, como por ejemplo, en cribas vibratorias que son ampliamente utilizadas en la industria minera, así como también en barras de refuerzo en zonas altamente sísmicas para la industria de la construcción.



CAPÍTULO I

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

CAPITULO I. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS)

Se consideran aceros avanzados de alta resistencia (AHSS-Advanced High Strength Steel) a aquellos que registran un límite elástico (σ_y) entre 210 y 550 MPa y que forman parte de los grupos TRIP, DP-CP y MS, dentro de los cuales el acero TWIP (Twinning Induced Plasticity) forma parte (ver Figura 1). Un acero de alta resistencia proporciona mucha más ligereza que un acero convencional, ya que para soportar una misma carga requieren de menor sección transversal. Los aceros AHSS de segunda generación (TWIP) poseen una gran capacidad de endurecimiento por deformación, lo que produce un balance de resistencia–ductilidad superior a los aceros convencionales [3].

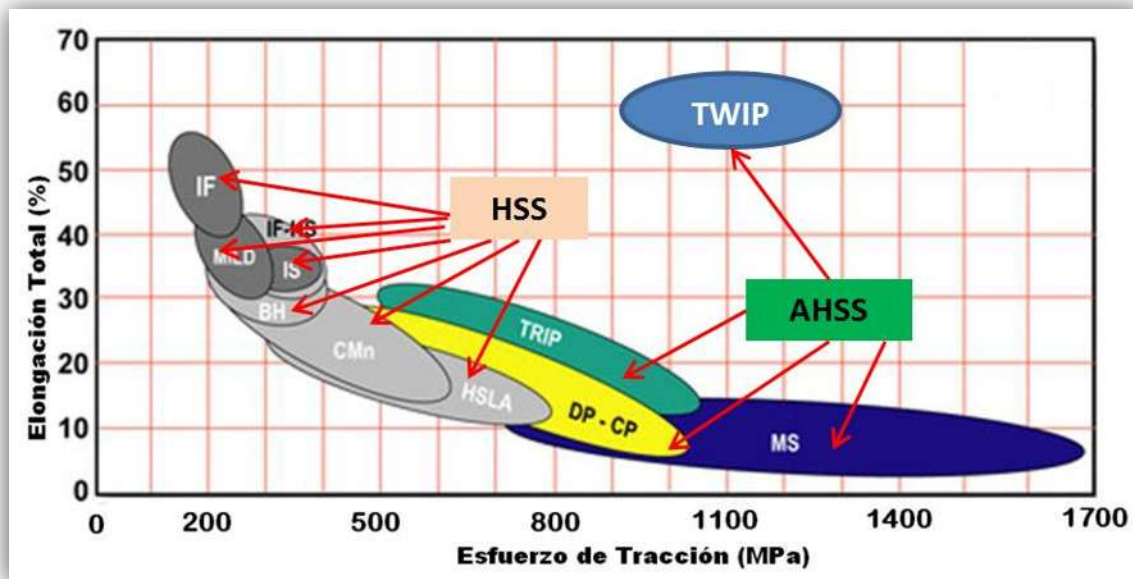


Figura 1. Clasificación aceros de alta resistencia (HSS, por sus siglas en inglés) y aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés).

1.2 Aceros TWIP

El acero TWIP es una aleación de Fe con alto contenido de Mn (15-30%) y adiciones de C, Si y Al que en los últimos años ha probado ser un material que alcanza propiedades



mecánicas de resistencia y ductilidad superiores en comparación con los aceros convencionales [3].

El acero TWIP es también una aleación austenítica estable a temperatura ambiente que presenta el mecanismo de deformación por maclaje, donde la temperatura y los elementos de aleación tienen un fuerte efecto en la activación de dicho mecanismo. A través de la relativa baja energía de falla de apilamiento SFE (Stacking Fault Energy) que presenta (15-25 mJ/m^2), se controla el deslizamiento cruzado de las dislocaciones y se favorece la deformación por maclado [3]. La formación de maclas se refleja en nuevos obstáculos para el movimiento de las dislocaciones, promoviéndose así el endurecimiento del acero, lo que se conoce como efecto TWIP [3]. Una de las características más importantes de los aceros TWIP es que pueden alcanzar valores de resistencia a la tracción superior a los 1000 MPa con elongación de más del 80%, lo que los hace especialmente atractivos para la industria automotriz [4].

1.2.1 Breve historia del acero TWIP.

Los aceros TWIP evolucionaron de los aceros Hadfield alto-manganeso [5]. El profesor Georg Frommeyer publicó los primeros reportes sobre las características especiales de los aceros TWIP en el año 2000 [3]. Estos aceros de alto contenido de manganeso de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) son actualmente uno de los materiales más atractivos para aplicaciones estructurales en la industria automotriz, debido a su singular combinación de resistencia y alargamiento, tal y como se puede observar en la Figura 2. Es importante resaltar que en los últimos años, se ha producido un incremento significativo en el número de investigaciones dedicadas al estudio de estos aceros austeníticos, así como también un incremento en el número de publicaciones y patentes debido al interés que estos aceros presentan para la comunidad científica (Figura 3).

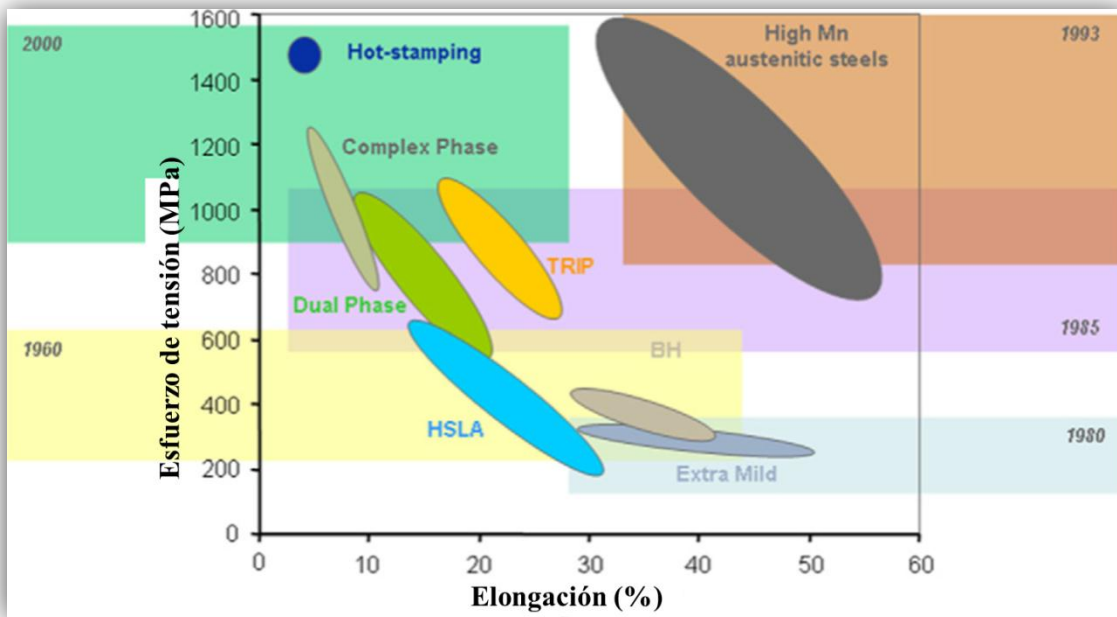


Figura 2. Porcentaje de elongación en función del esfuerzo de tensión para aceros de aplicaciones automotrices (los años corresponden al tiempo en que estos tuvieron un gran desarrollo).

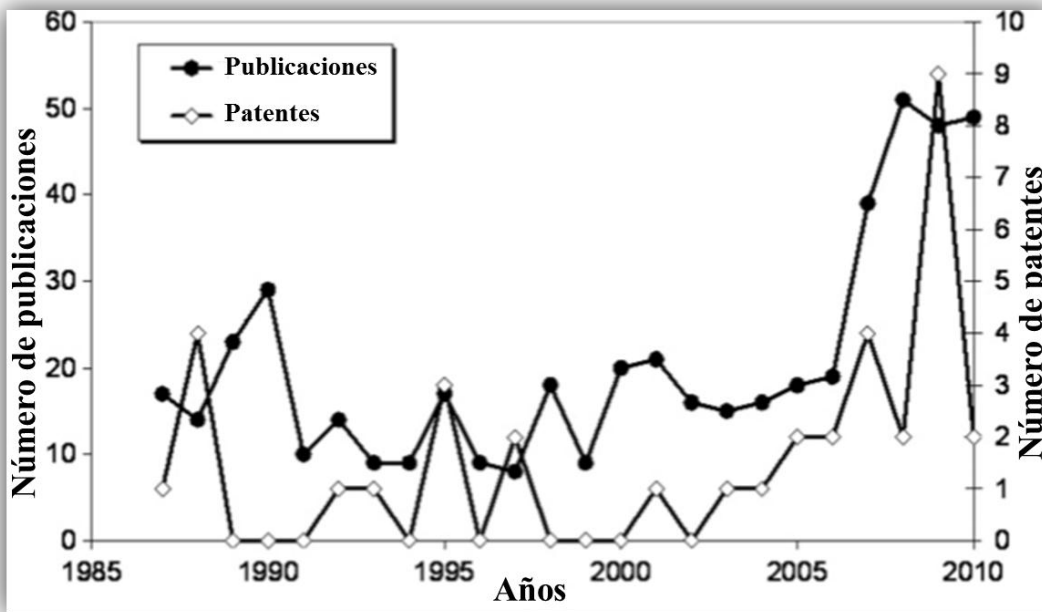


Figura 3. Evolución del número de publicaciones y patentes relacionadas con aceros TWIP para aplicaciones estructurales en los últimos 13 años (Valores del 2010). Datos extraídos con Google Scholar (<http://scholar.google.com/advanced-scholar-search>).



En 1929, Hall [6] y Krivobok [7] describieron en detalle la microestructura de los aceros descubiertos por Hadfield, los cuales mostraban una estructura completamente austenítica cuando el material era calentado a más de 500 °C y luego enfriado rápidamente. Tofaute y Linden [8] mostraron en 1936 que el carbón y el manganeso requeridos para estabilizar la fase austenita van de acuerdo a la siguiente regla:

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

donde C y Mn son el carbono y manganeso contenidos en peso (%).

En lo concerniente a la evolución de la microestructura y la deformación plástica a temperatura ambiente, Chevenard [9] fue el primero en asumir en 1935 la formación de una fase dura durante el proceso de deformación. Algunos años después Troiano, McGuire y Schmidt [10-11] concluyeron que esta fase dura presente en el sistema binario Fe-Mn era el cambio de austenita a martensita- ϵ , y se formaba con porcentajes de manganeso de entre 12 y 29 %.

En los años 1950s varios investigadores observaron la alta dureza y plasticidad que presentaban los aceros descubiertos por Hadfield, cuyas fases presentes fueron confirmadas mediante difracción de rayos-X. También se descubrió la presencia de defectos planares mostrados en el microscopio óptico y característicos del mecanismo de maclaje [12-14]. Unos pocos años después la presencia de maclaje fue formalmente confirmada mediante TEM [15-17].

Fue hasta la década de los 90s que las siderúrgicas japonesas Sumitomo y Nippon propusieron a la compañía coreana Posco modificar la composición del acero TWIP para aplicaciones de estampado automotriz [18].

1.2.2 Propiedades mecánicas

La elevada plasticidad de estos aceros se debe al maclado de la fase austenita. Internamente los granos de austenita son progresivamente subdivididos por el proceso de maclado y el

límite de macla conlleva a un incremento en el endurecimiento por deformación del material, por lo cual los valores de resistencia son elevados.

Cuando estos aceros son sometidos a diferentes procesos de deformación, ya sea, tensión, compresión, laminación, etc., a distintos parámetros de temperatura y velocidades de deformación, los valores de porcentaje de elongación y resistencia a la tensión que han reportado diferentes investigadores, están entre 60-90% y 600-1100 MPa, respectivamente [19]. La Figura 4 muestra la comparación de resistencias y de porcentajes de elongación de aceros al manganeso con diferentes composiciones.

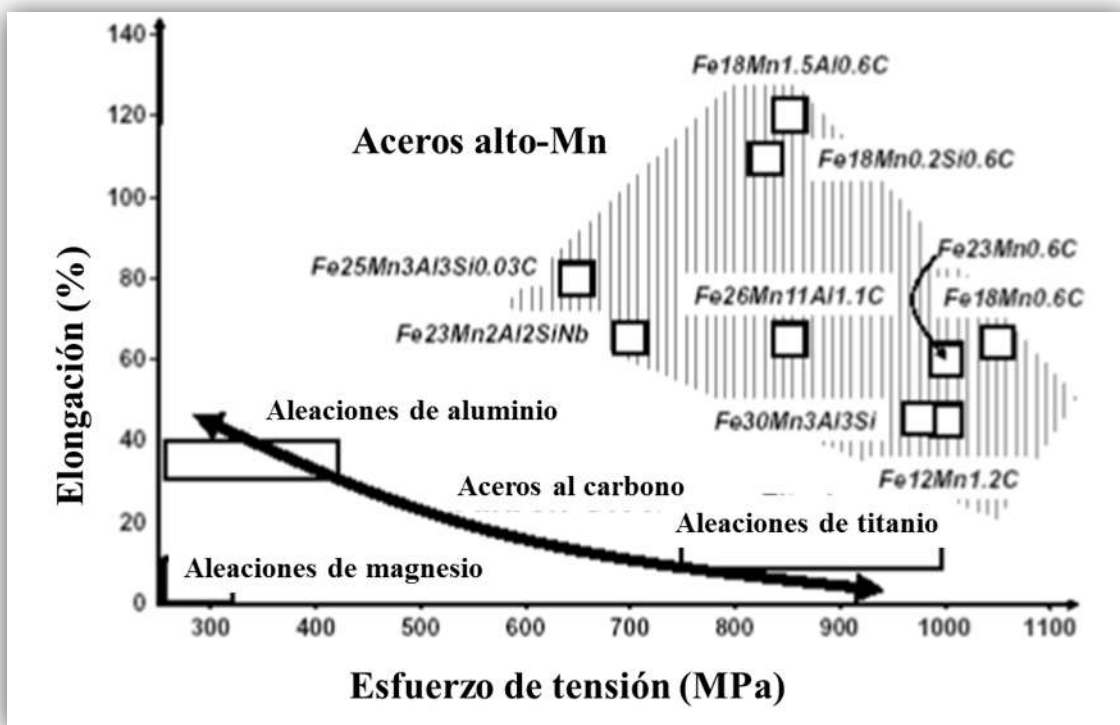


Figura 4. Esquema que muestra de manera general la elongación y esfuerzos alcanzados por aceros al manganeso austeníticos, TWIP con diferentes composiciones [20].

A temperatura ambiente la resistencia a la tracción de estos aceros llega a valores cercanos a los 1100 MPa y la deformación hasta llegar a la fractura puede alcanzar valores de aproximadamente 90% para un acero con una composición Fe-25%Mn-3%Si-3%Al [21].



1.2.3 Aplicaciones

Los aceros TWIP son vistos como buenos candidatos a aplicaciones de nuevos conceptos de diseño tecnológico para la construcción de sistemas avanzados de transporte de peso ligero, como lo son los automóviles, camiones de carga pesada, trenes eléctricos y barcos de carga, los cuales son orientados básicamente a requerimientos ecológicos y económicos. El uso de estos aceros conlleva a una reducción considerable en peso, en consumo de combustible y en la menor emisión de gases a la atmósfera. Otro aspecto importante es el incremento de la eficiencia específica; la potencia del motor por unidad de masa de un vehículo [22]. Estas aleaciones muestran prometedoras propiedades físicas, mecánicas y tecnológicas, como es alta rigidez y resistencia, excelente ductilidad y formabilidad, peso específico reducido, y una resistencia mejorada a la corrosión [22].

Tomando en cuenta estas propiedades, dos principales áreas de aplicación están siendo consideradas: una es el uso en la manufactura de la carrocería de los autos; usándose en los procesos de embutido profundo, así como en el conformado de chapa y la producción de vigas y barras de refuerzo. La otra son construcciones de ingeniería civil, tales como puentes, túneles, y edificios incluyendo fachadas [22].

1.3 Fenómeno de plasticidad inducida por maclaje (TWIP)

1.3.1 Deformación por maclaje

El mecanismo de deformación por maclaje sucede en un plano a través del cual hay una desorientación especial de la imagen especular de la estructura cristalina. Las maclas pueden producirse cuando una fuerza cortante, que actúa a lo largo del límite de macla, hace que los átomos se desplacen de su posición. El maclaje sucede durante la deformación o el tratamiento térmico de ciertos materiales [23].

Una macla es la región del material entre dos límites de macla, esto es, un tipo especial de límite de grano a través del cual existe una simetría de red especular, es decir, los átomos

de un lado del límite son como imágenes especulares de los átomos del otro lado (Figura 5) [24].

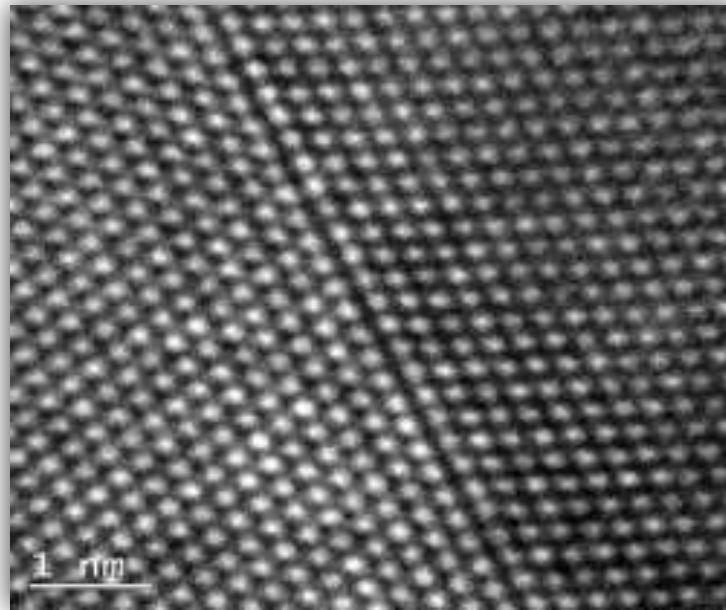


Figura 5. Macla en la dirección [112], vista desde un microscopio electrónico de transmisión (TEM) de un metal con estructura cristalina FCC [24].

Existen dos tipos de maclas:

- a) **Maclas de deformación.** Son finas y numerosas, resultan de la deformación plástica del material, especialmente a bajas temperaturas.
- b) **Maclas de recocido.** Son gruesas y poco numerosas (1 ó 2 por grano) y aparecen en la mayoría de metales con moderada SFE después de una gran deformación plástica. Son producto del reacomodo y aniquilación de dislocaciones [25].

Los límites de macla interfieren con el proceso de deslizamiento y aumentan la resistencia del metal. El movimiento de los límites de macla también puede causar la deformación del metal.

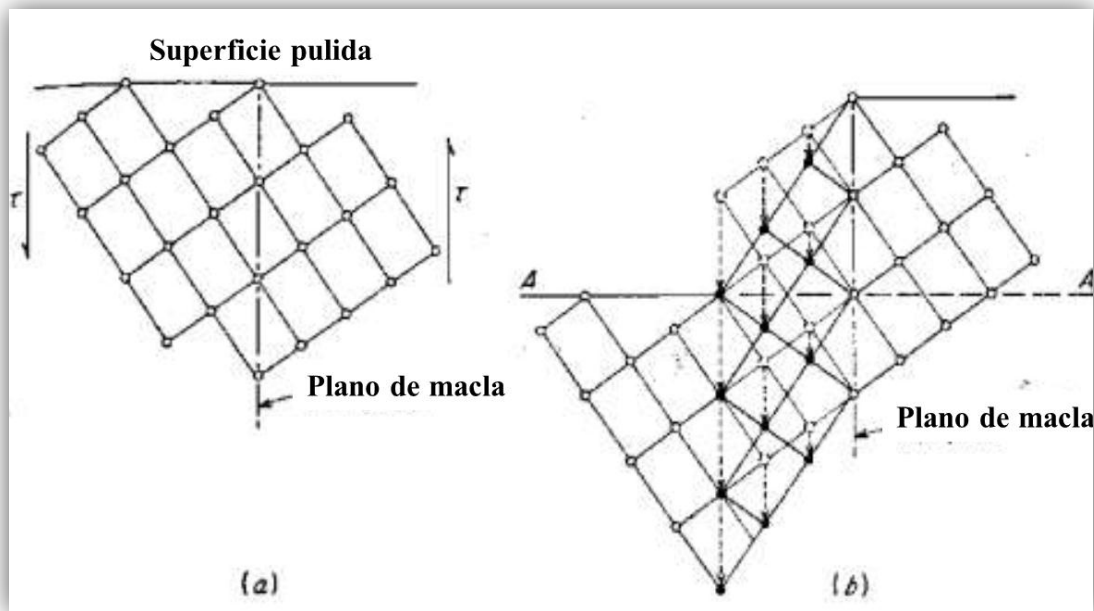


Figura 6. Imagen que ilustra de manera atómica el maclado. a) Representación de una sección perpendicular a la superficie en una red cúbica con un bajo índice orientado en un cierto ángulo al plano pulido. b) La región de la derecha del plano maclado está deformada, en la región de la izquierda los planos de los átomos tienen un corte como una forma de hacer la red a una imagen especular en el plano maclado. Los círculos en blanco representan el átomo sin movimiento mientras que los círculos en tono oscuro representan los átomos con cambio de posición en la región maclada [23].

1.3.2 Energía de falla de apilamiento (SFE)

La energía de falla de apilamiento (por sus siglas en inglés SFE, Stacking Fault Energy) puede ser utilizada para controlar algunas características mecánicas del acero como por ejemplo, la resistencia, ductilidad y fractura, debido a que la SFE ejerce una influencia directamente sobre los mecanismos de deformación como el de deslizamiento, deformación por maclado y la transformación martensítica.

Previamente una falla de apilamiento está definida como un error en la secuencia de apilamiento de los átomos que definen una estructura; por ejemplo, la falla de apilamiento en los materiales con una estructura FCC (típica de los aceros TWIP) se da debido a una alteración que existe en la secuencia de apilamiento de los planos con empaquetamiento

compacto, normalmente estos materiales tienen una secuencia ABC ABC ABC como se muestra en la Figura 7. Sin embargo cuando se presenta una falla de apilamiento la secuencia cambia a ABC ABABC ABC donde un plano tipo A ocupa un plano donde estaría localizado uno tipo C.

La acción de maclaje se produce únicamente cuando la energía de falla de apilamiento se sitúa entre 12 y 35 mJ/m² [26], para valores inferiores a estos, se produce la transformación de la austenita en martensita (típica de los aceros TRIP, (plasticidad inducida por transformación)), en tanto que si la energía de falla de apilamiento supera el máximo de ese intervalo, el único mecanismo operante es el deslizamiento de dislocaciones [21].

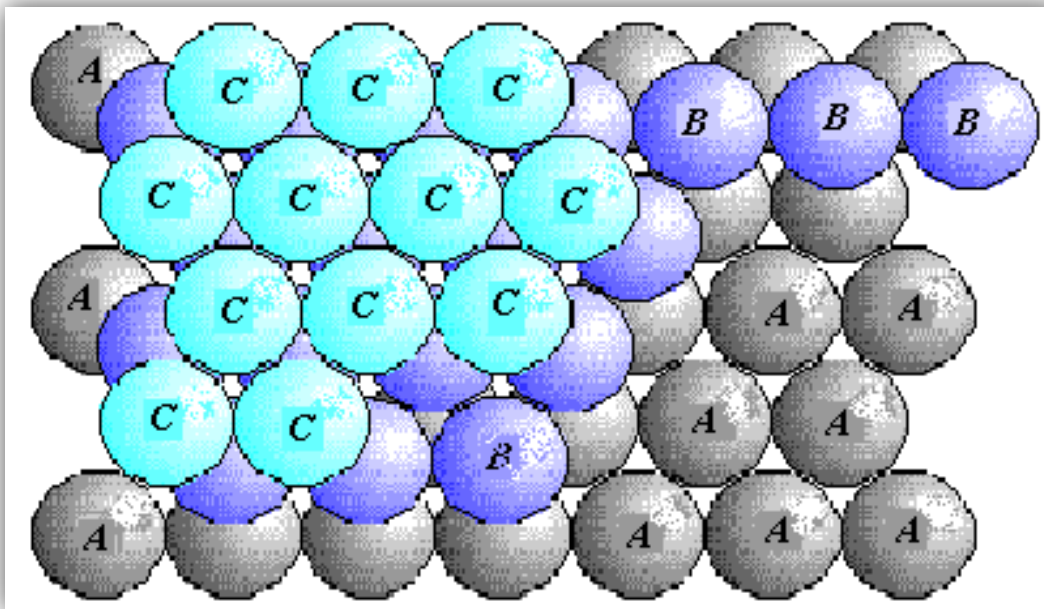


Figura 7. Esquema que muestra el empaquetamiento de una estructura cúbica centrada en las caras (FCC) [28]. Donde se observa que la segunda capa (B) se sitúa en los huecos formados por los átomos de la primera capa (A). Los átomos de la tercera hilera (C) son puestos en la misma posición de la primera capa (A) y la estructura se repite formando un empaquetamiento ABCABCABC.

En la mayoría de los metales los defectos o fallas de apilamiento pueden producirse por deformación plástica.



La SFE está definida como la diferencia entre la energía por unidad de área distorsionada y la estructura perfecta. La SFE de la austenita (γ) necesaria para crear una placa de dos capas atómicas puede ser calculada usando la siguiente ecuación [28]:

$$SFE = 2\rho\Delta G^{\gamma-\varepsilon} + 2\sigma^{\gamma/\varepsilon} \quad (2)$$

dónde ρ es la densidad de los átomos en un plano compacto, $\Delta G^{\gamma-\varepsilon}$ es la energía libre molar de la transformación $\gamma \rightarrow \varepsilon$, y σ es energía de superficie entre la fase γ y martensita- ε .

Los valores de σ están entre $10 \pm 5 \text{ mJ/m}^2$ para metales de transición. El $\Delta G^{\gamma-\varepsilon}$ del sistema Fe-Mn-C, puede representarse de la siguiente forma:

$$\begin{aligned} \Delta G^{\gamma-\varepsilon} = & X_{Fe}\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{Fe} + X_{Mn}\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{Mn} + X_C\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_C + X_{Fe}X_{Mn}\Omega_{FeMn\gamma-\varepsilon} + X_{Fe}X_C\Omega_{FeC\gamma-\varepsilon} \\ & + X_{Mn}X_C\Omega_{MnC\gamma-\varepsilon} \end{aligned} \quad (3)$$

dónde X_{Fe} , X_{Mn} y X_C son la fracción molar de Fe, Mn y C, respectivamente, $\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{Fe}$, $\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_{Mn}$ y $\Delta G^{\gamma-\varepsilon}_C$ es el cambio en la energía libre de Fe, Mn y C, entre las fases γ y ε , respectivamente, y, $\Omega_{FeMn\gamma-\varepsilon}$, $\Omega_{FeC\gamma-\varepsilon}$, $\Omega_{MnC\gamma-\varepsilon}$ son las diferencias entre los parámetros de iteración entre el Fe y Mn, Fe y C y Mn y C en las fases γ y ε , respectivamente.

En la Tabla 1, se muestran los valores de los parámetros utilizados para hacer el cálculo de la SFE en aceros austeníticos de alto contenido de manganeso.



Tabla 1. Valores de los parámetros correspondientes al cálculo de la energía de falla de apilamiento en aceros auténticos con alto contenido de manganeso [29-32].

Parámetros	Funciones (unidades)
$\Delta G^{Y-\varepsilon}_{Fe}$	$-821.85 + 1.685T + 0.00222T^2$ (J/mol)
$\Delta G^{Y-\varepsilon}_{Mn}$	$3925 + 2.7T + 0.00455T^2$ (J/mol)
$\Delta G^{C^{Y-\varepsilon}}$	-24630 (J/mol)
$\Omega_{FeMn}^{Y-\varepsilon}$	-9135.5 (J/mol)
$\Omega_{FeC}^{Y-\varepsilon}$	42500 (J/mol)
$\Omega_{MnC}^{Y-\varepsilon}$	26910 (J/mol)
σ	0.010 (J/m ²)
ρ	2.94×10^{-5} (mol/ m ²)

Así, bajo ciertas condiciones un metal fuertemente maclado es más difícil deformar que uno libre de maclas [33]. En general, la composición química busca controlar la energía de falla de apilamiento en valores que permitan activar el maclado (entre 12 y 35 mJ/m²) como mecanismo de deformación.

1.4 La importancia de la composición química en aceros TWIP

1.4.1 Influencia de los diferentes elementos de aleación presentes en los aceros TWIP

Los elementos de aleación se añaden al acero para:

- Estabilizar la fase austenítica.
- Proporcionar un endurecimiento por solución sólida.
- Controlar la energía de falla de apilamiento (SFE).
- Precipitar carburos de aleación en lugar de la formación habitual de cementita.
- Mejorar la resistencia a la corrosión por la formación de capas superficiales protectoras.



La composición química de partida determina las propiedades mecánicas finales del acero fabricado, así como el modo en que los elementos se distribuyen en él, ya que cada elemento tiende a formar carburos u otros compuestos.

Manganeso.- Es el principal elemento de aleación del acero TWIP, el cual se emplea para conservar la estructura austenítica del acero. Su función principal es controlar la energía en las fallas de apilamiento [34]. Investigaciones demuestran que al aumentar los niveles de Mn, la SFE disminuye hasta un valor mínimo y posteriormente aumenta [35]. Aumentando el contenido de Mn, el modo de deformación cambia de TRIP a TWIP, debido al aumento en la SFE por arriba de 20 mJ/m^2 .

Aluminio.- La adición de Al a las aleaciones con alto contenido de Mn (TWIP), tiene varias funciones: aumenta la SFE significativamente, y por tal motivo estabiliza la austenita durante una transformación inducida por esfuerzo (γ - ϵ - α) ocurrida durante la deformación, además refuerza la austenita por endurecimiento por solución sólida. El aluminio incrementa el límite elástico y la resistencia máxima debido al efecto de endurecimiento por solución sólida [22].

Silicio.- En los aceros TWIP, contrario al Al, el Si reduce la cantidad de fase FCC formada (austenita) y mantiene la transformación γ - ϵ durante el enfriamiento y/o la deformación. La adición del 2% de Si a un acero Fe-27Mn baja la SFE de la austenita, aumentando las fallas de apilamiento, lo cual genera sitios de nucleación para la martensita ϵ . Por otro lado, la adición de Si endurece la fase austenítica debido al endurecimiento por solución sólida, del orden de 50 MPa por cada 1% de Si.

Carbono.- El C se considera un buen estabilizador de la austenita, y se llega a adicionar en los aceros TWIP hasta un 0.6% en peso. Es bien sabido que la solubilidad del C en la austenita es muy alta, por lo tanto sirve para estabilizarla.



1.4.2 Influencia de los diferentes elementos microaleantes presentes en los aceros TWIP

Los elementos de microaleación son aquellos elementos que se adicionan en pequeñas cantidades, generalmente menores al 0.20% en peso, que son fuertes formadores de carburos, nitruros y carbonitruros.

Boro.- El efecto del B en aceros TWIP aún no está muy claro. Se sabe que puede formar precipitados de C y N, que podrían generar endurecimiento por precipitación y solución sólida, pero también se ha reportado la formación de boruros de hierro eutécticos que fragilizan el material, principalmente a elevadas temperaturas [36].

Titanio.- Se emplea como un desoxidante y para inhibir el crecimiento granular. Forma un nitruro a muy alta temperatura con lo que aumenta también la resistencia a altas temperaturas. Causa que las inclusiones de sulfuros de manganeso globulicen, mejorando la resistencia y ductilidad del acero. También produce efectos de endurecimiento por precipitación a bajas temperaturas, formando compuestos intermetálicos, que aumentan la estabilidad del carbono, lo cual mejora la resistencia del acero [37].

Vanadio.- Forma carburos muy resistentes dispersos en la matriz de los aceros. Forma nitruros a más baja temperatura que el Ti y Nb. La adición de pequeñas cantidades de V puede aumentar significativamente la resistencia. Es uno de los contribuyentes primarios al fortalecimiento por precipitación en aceros microaleados. Cuando en un tratamiento termomecánico se controla adecuadamente, el tamaño de grano se refina y hay un aumento correspondiente de dureza. La temperatura de transición de impacto también aumenta cuando se agrega V. Retarda el crecimiento de grano incluso después de las exposiciones largas a altas temperaturas e inhibe el crecimiento de grano. Muchas aleaciones poseen una mejor capacidad de absorción de impactos cuando tienen V a cuando no lo tienen [38].

Niobio.- Tiende a aumentar significativamente la resistencia a la cedencia. Tiene un efecto moderado en el endurecimiento por precipitación. Forma precipitados por encima de su



temperatura de transformación. Retarda la recristalización de la austenita. Promueve la formación de una estructura de grano fino. Es un formador de carburos y de ferrita [39].

Molibdeno.- Este elemento se usa de manera eficiente y económica en aleaciones ferrosas para mejorar la templabilidad, reduce la temperatura de fragilización, promueve la resistencia a la corrosión (agrietamiento por hidrógeno y sulfuros de manganeso), incrementa la resistencia a alta temperatura. En general, el contenido de Mo en los diferentes grados de acero oscila entre 0.2 a 0.5% en peso y, rara vez excede el 1% [40].

1.4.3 Influencia de la precipitación en aceros TWIP

Es bien conocido que la adición de elementos formadores de carburos tales como el Ti, Nb o V al acero tiene un efecto significativo sobre la resistencia y tenacidad si precipitan en la austenita con un tamaño específico. Estos elementos combinados con el carbono y el nitrógeno pueden precipitar como carburos o carbonitruros y, dependiendo del procesamiento termo-mecánico, pueden ser controlados hasta cierto límite basado en sus diferentes solubilidades en la austenita. Además, es claro que los carburos tienen substancialmente más solubilidad que los nitruros. Un factor importante que afecta el grado de precipitación es la relación estequiométrica entre los carburos/nitruros. La composición estequiométrica permite la máxima cantidad de precipitación que ocurre en cualquier temperatura debajo de la temperatura de solubilidad. Además, está bien documentado que la solubilidad de los carburos/nitruros en la austenita es dependiente de la temperatura y el grado de precipitación aumenta en tanto la razón de los elementos microaleantes con el carbono o nitrógeno se aproxima al valor estequiométrico [41-43].

Se ha mostrado que la composición de los precipitados cambia dependiendo de la composición química del acero, así la presencia de los elementos de aleación y microaleación como Al y Ti, son fuertes formadores de carbonitruros.

Por otro lado, la composición de los carbonitruros también depende de las condiciones térmicas bajo las cuales se formaron. Nordberg y colaboradores [44] han indicado que en tanto la temperatura se incrementa, los carbonitruros llegan a tener mayor contenido de



nitrógeno, tal y como se esperaría debido a las relativas estabildades de los carburos y nitruros, por lo que en una temperatura en particular, en tanto el contenido de nitrógeno se incrementa en los carbonitruros, su solubilidad en la austenita disminuye, en otras palabras, la solubilidad de los carburos en la austenita es más baja que la de los nitruros. También se ha revelado que los carburos y nitruros que no se disuelven durante el solubilizado, pueden restringir el crecimiento de grano cuando la fracción volumétrica y el tamaño de partícula alcanzan las condiciones críticas para anclarse en los límites de grano [45]. Sin embargo, una baja fracción volumétrica de precipitados no solubles antes de la deformación tienen poco efecto sobre la recristalización dinámica o estática [46-47].

En relación al efecto de los elementos microaleantes sobre la formación de precipitados y mecanismos de endurecimiento en los aceros TWIP, Chateau y colaboradores [48] demostraron que la precipitación de carburos de Vanadio en un acero TWIP (Fe22Mn0.6C) incrementa la resistencia a la cedencia por alrededor de 140 MPa. En este mismo contexto, Li y colaboradores [49] realizaron estudios de la influencia del Nb como microaleante (0.35 % en peso) y cómo afecta las propiedades mecánicas y microestructurales. Ellos encontraron un incremento de la resistencia a la cedencia de 320 MPa a 445 MPa debido a la formación de carburos de Nb. También, bajo esta misma temática, Mejía y colaboradores [50] encontraron una mejoría de las propiedades de ductilidad en caliente (principalmente a temperaturas entre 800 y 900° C) debido a la formación de carburos de Niobio y el endurecimiento por solución sólida que generan los microaleantes Nb (0.083 % en peso) y Mo (0.298 % en peso), en un acero TWIP (Fe21Mn1.3Al1.5Si0.5C). Otra investigación de Mejía y colaboradores [51] sobre la ductilidad en caliente de un acero TWIP (23Mn1.5Al1.3Si0.5C) microaleado con Ti y B demuestra que al combinarlos se obtienen buenas características de fluencia en caliente debido a la formación de Ti(C, N) que disminuyen la formación de B(N) que suelen ser perjudiciales bajo estas condiciones. Continuando en la temática Razavi y colaboradores [52] determinaron que la adición de Mo (1.3 % en peso) mejora el esfuerzo de tensión y además disminuye en tamaño de grano, debido a la formación del carburos de Molibdeno (Fe, Mo)₃C. Por otro lado, Scott y colaboradores [53] determinaron que la adición de diversos microaleantes (Nb, Ti y V), mejoran la característica de endurecimiento por deformación en un acero TWIP, debido a la



formación de precipitados, dificultando el libre movimiento de las dislocaciones. Finalmente, Zhao y colaboradores [54] encontraron que las tierras raras en aceros TWIP también tienen propiedades benéficas que ayudan a mejorar las características de resistencia y ductilidad debido a sus interacciones en solución sólida.

1.5 Desgaste

1.5.1 Introducción al desgaste

El desgaste es conocido desde que el ser humano comenzó a utilizar elementos naturales que le servían como utensilios domésticos. Este fenómeno al igual que la corrosión y la fatiga, es una de las formas más importantes de degradación de piezas, elementos mecánicos y equipos industriales [55].

El desgaste puede ser definido como el daño superficial sufrido por los materiales después de determinadas condiciones de trabajo a los que son sometidos. Este fenómeno se manifiesta por lo general en las superficies de los materiales, llegando a afectar la sub-superficie. El resultado del desgaste es la pérdida de material y la subsiguiente disminución de las dimensiones y, por lo tanto, la pérdida de tolerancias.

El desgaste se presenta en diferentes situaciones, como son: en equipos en movimiento, maquinaria agrícola, bombas de pulpa, trituradoras, baleros, cojinetes planos, anillos de pistones, engranes, embragues, etc. En todos estos casos, la causa del desgaste es debido a diversos factores y la solución para cada condición, depende de la identificación exacta del problema [55]. El análisis exhaustivo de cada situación es necesario para identificar los parámetros del sistema tribológico, y dependiendo de los parámetros del tribosistema pueden ocurrir diferentes mecanismos de desgaste. Para la realización de ensayos de desgaste se pueden utilizar muchas técnicas, donde a diferencia de otros tipos de ensayo mecánico, no existen especificaciones estándar para la realización del ensayo [55].



1.5.2 Mecanismos de desgaste

Los mecanismos de daño en los materiales se deben principalmente a deformación plástica, formación y propagación de grietas, corrosión y/o desgaste.

Desde que el desgaste comenzó a ser un tópico importante para los criterios de diseño, surgieron las siguientes ideas de cómo prevenirlo:

1. Mantener baja la presión de contacto.
2. Mantener baja la velocidad de deslizamiento.
3. Mantener lisas las superficies de rodamientos.
4. Usar materiales duros.
5. Asegurar bajos coeficientes de fricción.
6. Usar lubricantes.

El desgaste puede presentarse como pérdidas de material y/o daño superficial, pero el gran número de términos utilizados para describir los procesos de desgaste frecuentemente complican la discusión de los problemas de desgaste. Estos son términos que relacionan las características de las superficies desgastadas con los modos o mecanismos de desgaste.

Muchos autores reportan una serie de mecanismos que ocurren en el proceso del desgaste, los cuales muchas veces son redundantes. DIN en su norma 50320 resume cuatro mecanismos de desgaste (adhesión, abrasión, fatiga superficial y reacción triboquímica) que son considerados principales. En sistemas tribológicos complejos más de un mecanismo determina el comportamiento al desgaste, por lo que la selección de los materiales en aplicaciones industriales juega un papel crucial [55].

- a) Adhesión.- Se caracteriza por la formación y rompimiento de enlaces adhesivos en la interfaz.
- b) Abrasión.- Se caracteriza por remoción de material debido a las ralladuras.



- c) Fatiga superficial.- Se caracteriza por la formación de grietas en regiones superficiales debido a ciclos de esfuerzo que producen separación de partículas del material.
- d) Reacción triboquímica.- Se caracteriza por la formación de productos de una reacción química como resultado de las interacciones químicas entre los elementos del tribosistema.

Entre los mecanismos de desgaste más importantes encontrados en aceros TWIP microaleados se encuentran la abrasión, adhesión y oxidación [2].

1.5.2.1 Desgaste abrasivo

La norma ASTM G40-92 define el desgaste abrasivo como la pérdida de masa resultante de la interacción entre partículas o asperezas duras que son forzadas contra una superficie y se mueven a lo largo de ella. La diferencia entre desgaste abrasivo y desgaste por deslizamiento es el grado de desgaste entre los cuerpos involucrados (mayor en el desgaste abrasivo), ya sea por la naturaleza, tipo de material, composición química, o por la configuración geométrica [55].

El mecanismo más efectivo de remoción de material durante el desgaste abrasivo para materiales dúctiles es el corte. Aunque en función de determinados parámetros de desgaste y propiedades de los materiales involucrados, la eficiencia en la remoción de material disminuye. Cuando esto ocurre, se dice que está presente el mecanismo de microsurchado, donde la remoción de material solamente se dará por acción de los abrasivos, llevando a un proceso de fatiga de bajos ciclos. La Figura 8 muestra diferentes apariencias de la superficie desgastada en función de la carga aplicada, provocadas por un penetrador esférico de diamante sobre un material dúctil, en las cuales se pasa de microsurchado a microcorte. Estas micrografías fueron obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido, donde además, se puede observar la proporción de volumen desplazado a los lados del surco durante el proceso de abrasión del material dúctil, es decir la relación entre microsurchado y microcorte, la cual depende del ángulo de ataque del penetrador esférico.

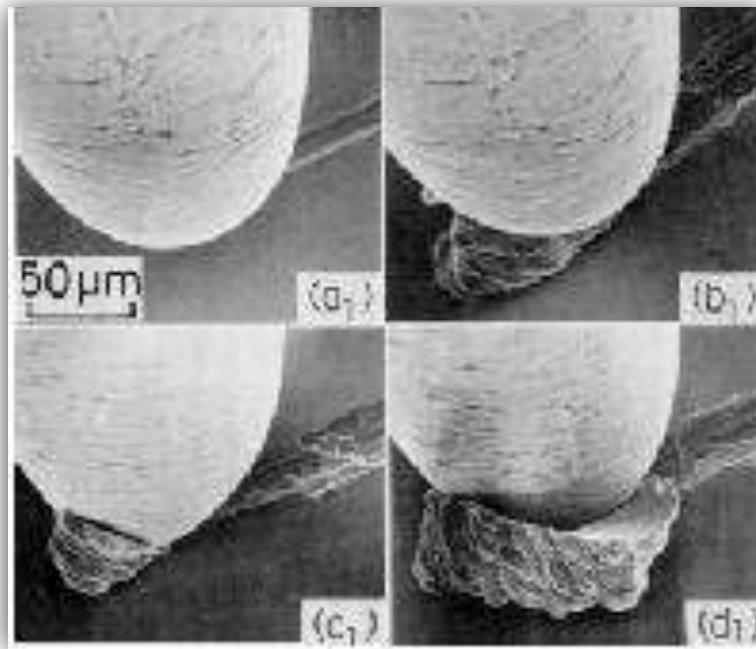


Figura 8. Micrografías en microscopía electrónica de barrido mostrando micro-mecanismos de abrasión controlados por deformación plástica: a₁) microsurcado; b₁) y c₁) formación de acumulaciones de material sin desprender y d₁) microcorte [55].

1.5.2.2 Desgaste adhesivo

La adhesión está asociada con la formación y posterior rompimiento de enlaces adhesivos entre las interfaces, cuando dos superficies son colocadas en contacto íntimo, además, la adhesión conlleva al soldado en frío de las superficies [55].

Con respecto al desgaste adhesivo, el papel principal lo juega la interacción entre las superficies y su grado de limpieza, es decir, cuando el acercamiento entre los cuerpos es tal, que no se presenta ningún tipo de impurezas, capas de óxido o suciedades, se permite que el área de contacto sea aumentada, pudiéndose formar uniones adhesivas más resistentes.

El desgaste adhesivo es propiciado por la presencia de altas presiones localizadas en las asperezas en contacto. Estas asperezas son deformadas plásticamente, permitiendo la formación de regiones soldadas localizadas. El desgaste adhesivo ocurre como resultado de



la destrucción de los enlaces entre las superficies unidas, permitiendo que parte del material arrancado se transfiera a la superficie del otro. Así, la superficie que gana material aumenta su rugosidad con el agravante de que cuando el movimiento continúa, se genera desgaste abrasivo.

Piezas de maquinaria donde está normalmente involucrado el desgaste adhesivo son sistemas: biela-seguidor, dados de extrusión-alambre, cola de milano-apoyo, engranajes, rodamiento-apoyo y herramientas de corte.

La tendencia a formar regiones adheridas, depende de las propiedades físicas y químicas de los materiales en contacto, al igual que de los valores de carga aplicados y las propiedades de los materiales que están sobre las superficies, y finalmente de la rugosidad. Generalmente el contacto entre metales es no metálico debido a la presencia de capas de óxidos. La adhesión en este caso se da por medio de enlaces débiles o fuerzas de Van der Waals. Sin embargo, la deformación elástica o plástica de las asperezas puede provocar rompimiento de estas capas, por lo que la unión de la interface se da por medio de enlaces covalentes y metálicos, siendo los enlaces iónicos insignificantes en los metales.

Mientras la fuerza de adhesión dependa del área real de contacto, esta será influenciada por la resistencia de los materiales a la deformación plástica, por el tipo de estructura cristalina y por el número de sistemas de deslizamiento.

1.6 Desgaste oxidativo

La oxidación de superficies en contacto es un proceso típico bajo condiciones de desgaste moderado, ya que, muchos de los sistemas tribológicos en deslizamiento no-lubricado bajo atmósfera oxidante hace que el desgaste oxidativo moderado sea el mecanismo más importante. Es bien conocido que los óxidos formados durante el proceso de fricción previenen el contacto metal-metal, sirviendo como un suplemento de lubricante adicional según lo reportado por Kato [56] en estudios de transición de desgaste oxidativo moderado a severo. En caso de desgaste oxidativo moderado de superficies ferrosas, la temperatura de



contacto es suficientemente alta, lo que causa oxidación localizada “hot-spot”. La película de óxido formada es delgada, irregular, y presenta desprendimiento a un cierto espesor crítico de acuerdo con lo reportado por Inman et al. [57].

El desgaste oxidativo leve es observado en un amplio rango de temperaturas, debido a la transferencia de óxidos contenidos en la tribocapa, los cuales actúan sobre los cuerpos. A temperatura ambiente estos fragmentos de desgaste permanecen en forma de partículas, mientras que a 500°C las partículas comienzan a compactarse y sinterizarse conjuntamente, formando una capa protectora contra el desgaste. La interrelación e interdependencia de la tribo-oxidación y fragmentación o delaminación de la capa superficial de los metales son la base de las condiciones de operación del desgaste leve [58].

El desgaste oxidativo leve ocurre cuando los óxidos son capaces de proteger los materiales que comienzan el contacto entre sí. En cambio ocurriría desgaste oxidativo severo cuando la velocidad de remoción de óxidos excede su velocidad de formación [49].

1.7 Desgaste por deslizamiento en seco

Es bien conocido que el desgaste por deslizamiento en seco puede reducir la resistencia al desgaste en diversas formas. Puede revenir estructuras endurecidas, producir cambios de fase que incrementan la dureza y la fragilidad y disminuir las propiedades mecánicas, y acelerar las reacciones de corrosión.

El factor dominante producido por fricción en los materiales metálicos se cree que es la unión de las superficies en contacto. Los átomos de metales iguales o cristalográficamente similares tienen fuerza de cohesión muy intensa. Cuando dos superficies limpias del mismo metal se tocan efectivamente entre sí, se unirán debido a la atracción atómica. Si, por fricción, se aplica suficiente presión para romper a través de cualquier material residual de separación, tal como aceite, polvo o humedad adsorbida, y las superficies estén en contacto suficiente para que tenga lugar una deformación elástica o plástica, estas superficies se unirán. La unión de dos superficies puede causar que el movimiento se detenga por completo o, si no se evita el movimiento relativo, por lo que pueden arrancarse algunos



pedazos de la cara opuesta. Las protuberancias resultantes pueden producir rasguñado, dañado y excesivo desgaste local [59].

1.8 Influencia de los parámetros de desgaste (carga, velocidad de deslizamiento, coeficiente de fricción, temperatura)

1.8.1 Carga

Se sabe muy bien que uno de los principales parámetros que influyen en la tasa de desgaste es la carga, tal y como lo menciona Archard [60], en donde propone que la tasa de desgaste es directamente proporcional a la carga aplicada e inversamente proporcional a la dureza. Sin embargo, un punto muy importante a considerar y que no fue tomado en cuenta por Archard es el fenómeno de oxidación (oxidación debido al contacto friccionante) y que en el presente trabajo de investigación será discutido más ampliamente, en donde se podrá observar que la carga para los materiales estudiados y bajo las condiciones planteadas no tiene una influencia tan marcada como se mencionaba.

1.8.2 Velocidad de deslizamiento

La velocidad de deslizamiento es otro de los parámetros importantes en la resistencia al desgaste, tal y como lo mencionó Bahrami [61] en su estudio en aceros AISI H-13 tratados térmicamente, donde analiza la importancia que tiene la velocidad de deslizamiento para disminuir el coeficiente de fricción, y que como se verá más adelante, la velocidad de deslizamiento es un parámetro fundamental en el desgaste de los aceros TWIP.



1.8.3 Coeficiente de fricción

La importancia del coeficiente de fricción sobre la resistencia al desgaste en aceros alto manganeso (Hadfield) fue reportado por Battacharya [62], donde se concluye que a bajas velocidades de deslizamiento la tasa de desgaste y el coeficiente de fricción son grandes. Además se concluyó que la disminución observada del coeficiente de fricción μ con el aumento de la velocidad de deslizamiento sigue el comportamiento establecido de los materiales metálicos endurecidos.

Otros investigadores como Hanlon y Rainforth [63] reportaron que el coeficiente de fricción en fundiciones convencionales y fundiciones hechas por el método de “spray” de aleaciones HSS, muestran variaciones significativas durante las primeras etapas del ensayo, llegando después de un periodo de tiempo a un estado estable. Dichas variaciones se atribuyeron a las altas temperaturas generadas durante los ensayos (arriba de 300 °C).

1.8.4 Temperatura

Durante el contacto por deslizamiento de dos superficies sólidas, se debe suministrar energía para mantener el movimiento durante el proceso. Cerca del 90% de la energía gastada para la deformación de las superficies en contacto es disipada como calor. Es muy importante estimar la temperatura en el área de contacto, ya que esta altera las propiedades mecánicas de los sólidos. Así, es bien conocido que los procesos térmicamente activados, tales como recristalización, transformación, precipitación o reacciones químicas, pueden cambiar substancialmente las condiciones de contacto y con ello la fricción y el desgaste.

Durante el contacto de asperezas individuales, la energía está siendo disipada tan rápidamente que no hay tiempo para que el calor fluya hacia las regiones del material fuera de la zona del contacto. Por lo tanto, altas temperaturas son inducidas localmente, lo cual contribuye a incrementar considerablemente la temperatura en la zona de contacto, conocida como temperatura flash [23]. Cuando las asperezas están fuera de contacto, la



temperatura disminuye a una temperatura promedio debido a la conducción de calor hacia el material, esta temperatura promedio puede ser llamada temperatura superficial en un estado de equilibrio.

En contraste, la recristalización o la precipitación depende de la temperatura y el tiempo; esto significa que la temperatura promedio de la superficie es la más importante, ya que es la que prevalece por un tiempo suficientemente largo. Los cambios microestructurales en asperezas superficiales causados por la temperatura de contacto son efectivos solo hasta que la zona más superficial es desgastada. La influencia de la temperatura de la superficie es entonces un factor muy importante a considerar en los procesos de fricción y desgaste [40].

1.9 Influencia de la capa de óxido

La formación de una capa de óxido protectora contra el desgaste, ha sido el tema de discusión de varios investigadores alrededor del mundo [64-66]. Todos ellos concuerdan en que es posible una transición en el mecanismo de desgaste predominante durante un contacto tribológico, en donde se puede pasar de ser mecanismo de desgaste severo (abrasión, adhesión) a un desgaste moderado (oxidación) con la sola formación de una película protectora al desgaste. La influencia de esta capa será retomada más adelante para analizar la importancia que tiene en los aceros TWIP bajo estudio.

1.10 Influencia de la capa deformada

La disminución de la pérdida en peso se relaciona con el endurecimiento por debajo de la superficie desgastada, tal y como lo reporta Battacharya [62], donde además concluye que la profundidad de endurecimiento por deformación, bajo deslizamiento en seco es mayor a velocidades de deslizamiento bajas, todo ello en sus estudios sobre aleaciones Hadfield. La extremadamente rápida capacidad de endurecimiento por deformación de los aceros austeníticos al manganeso fue reflejada en un incremento rápido en la dureza superficial, y consecuentemente, una disminución de la intensidad de desgaste. Un número considerable de líneas de deslizamiento y marcas de deformación fueron observadas en la



microestructura, muy extendidas debajo de la superficie. Las velocidades lentas de deslizamiento producen relativamente mayores profundidades de endurecimiento por deformación. La profundidad de endurecimiento por deformación también fue encontrada con el aumento de la distancia de deslizamiento [62].

1.11 Estado del arte sobre desgaste de aceros austeníticos alto-manganeso de plasticidad inducida por maclaje (TWIP)

Diversos estudios de desgaste en aceros, aleaciones metálicas y no metálicas han sido llevados a cabo por diversos investigadores alrededor del mundo, pero ninguno de ellos los ha realizado en aceros TWIP y mucho menos en aceros TWIP microaleados (Ti, V, Nb, Mo y Ti/B), como lo que se analiza en la presente tesis doctoral. Sin embargo, para poder tener una idea del comportamiento en desgaste de estos aceros (TWIP microaleados) es necesario tener conocimiento de los estudios llevados a cabo en los diferentes trabajos de investigación, lo más próximos al acero TWIP (en este caso aceros alto manganeso Hadfield, % de Mn entre 10-12). A continuación se hará mención a los estudios ya realizados.

Bhattacharya [62] demostró en sus investigaciones sobre aceros Hadfield al manganeso que el grado de desgaste y fricción se incrementa a bajas velocidades de deslizamiento en seco, lo que sugiere mayor contacto metal-metal, y por ende, menor resistencia al desgaste, y que con lubricación dichos fenómenos de desgaste y fricción no son apreciables. También reportó que el deslizamiento en seco produce más endurecimiento en la superficie que el obtenido en condiciones de lubricación, debido a un contacto directo metal-metal que se logró apreciar a bajas velocidades de deslizamiento en seco y que en condiciones de lubricación no es apreciable. También se observó que el deslizamiento en seco produce óxidos de hierro.

Zhang y colaboradores [67] realizaron un estudio sobre cómo la fricción induce transformación martensítica en aceros austeníticos al manganeso, la cual fue más visible en aceros con bajo contenido de manganeso que para los de alto contenido de manganeso. En



este estudio se concluyó que el manganeso juega un papel importante en la estabilización de la fase austenita y así evitar el cambio a martensita.

Hsu y colaboradores [68] encontraron algunas relaciones sobre la predicción del tipo de desgaste en metales dúctiles a partir de diferentes parámetros como el coeficiente de fricción y encontraron que en estos metales existe una fuerte tendencia de que a partir de coeficientes de fricción menores a 0.4 existe primordialmente desgaste oxidativo y para coeficientes de fricción mayores predomina un desgaste abrasivo y adhesivo.

Ilo y colaboradores [64] demostraron en sus estudios sobre la cinética de oxidación en aceros no lubricados, que la capa de óxido generada durante la fricción de dos superficies en contacto sin lubricación puede ser benéfica para evitar el proceso de desgaste en metales.

Los estudios más recientes llevados a cabo sobre desgaste de aceros TWIP microaleados [2, 69], fueron realizados por integrantes del grupo de investigación de Metalurgia Mecánica del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, entre los resultados más importantes obtenidos en dichas investigaciones se mencionan los siguientes:

- a) La mejor resistencia al desgaste se presenta a altas velocidades de deslizamiento, y el principal mecanismos de desgaste es oxidativo.
- b) El acero TWIP microaleado con niobio presenta la menor pérdida en peso, y por lo tanto el mejor comportamiento al desgaste, en relación al no microaleado, lo cual se asocia a efectos de endurecimiento por solución sólida y precipitación.
- c) La diferencia en el comportamiento al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio, está fuertemente influenciada por la temperatura y la velocidad de deslizamiento generada durante el contacto deslizante en seco, los cuales son factores que afectan directamente en el modo de deformación plástica (deslizamiento de dislocaciones o maclaje mecánico) que podría presentarse en la superficie desgastada.



- d) Los óxidos más importantes que constituyen los debris de desgaste son la magnetita (Fe_3O_4), y hematita (Fe_2O_3) principalmente. Sin embargo se reporta la presencia de compuestos formados a partir de la composición base de los aceros TWIP (FeMnAlSi).



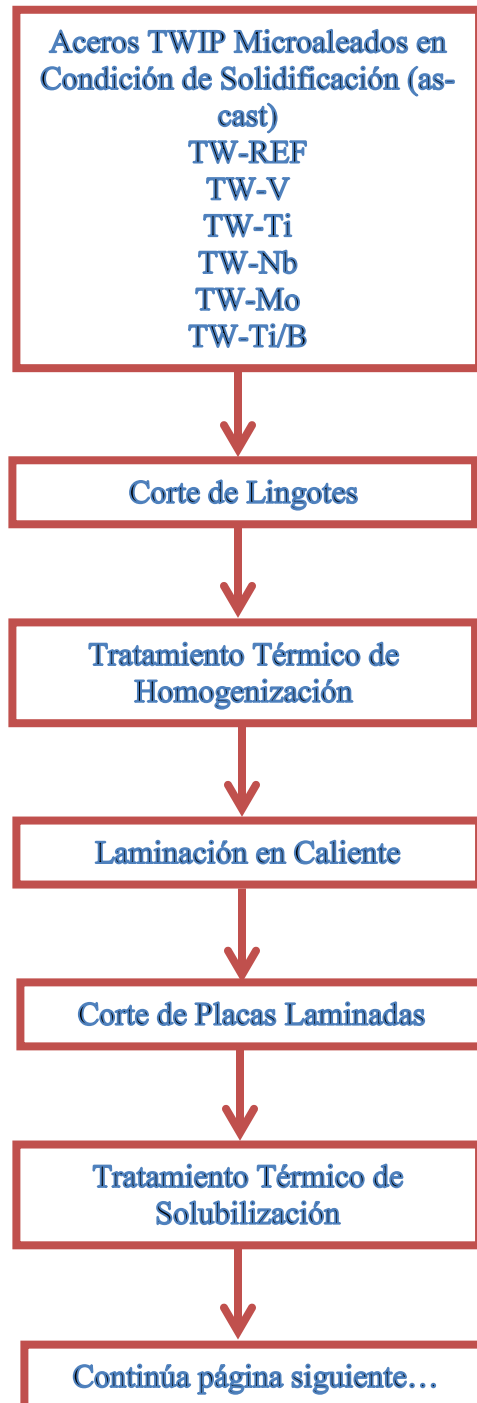
CAPÍTULO II

DESARROLLO EXPERIMENTAL



CAPITULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El presente trabajo de investigación doctoral, fue dividido en varias etapas experimentales, las cuales se presentan en el diagrama de flujo de la Figura 9.



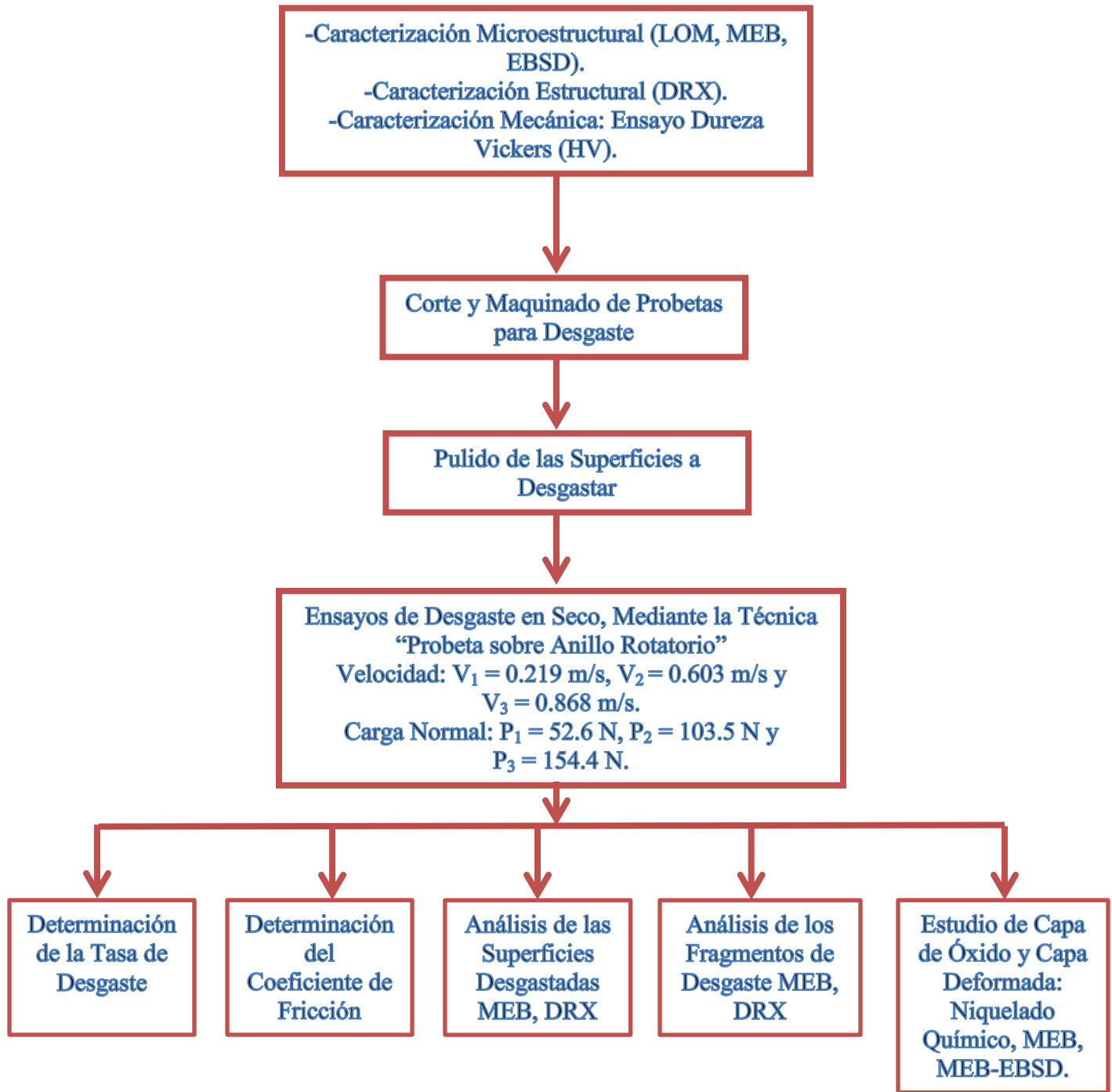


Figura 9. Etapas experimentales del proyecto de investigación doctoral.

2.1 Materiales y composición química

Se partió de aceros TWIP microaleados fabricados en el laboratorio de fundición del IIMM-UMSNH. Se utilizaron en total seis lingotes, uno de referencia sin microalea (TWIP-REF) y un lingote con cada uno de los elementos microaleantes Niobio, Vanadio, Titanio, Molibdeno y Titanio/Boro (TWIP-Nb, Ti, V, Mo, Ti/B) (Tabla 2). De cada lingote se obtuvieron las muestras necesarias para las diferentes etapas experimentales (LOM, MEB, DRX, ensayos desgaste, etc.).

Tabla 2. Composición química de aceros avanzados de nueva generación austeníticos alto-manganeso (HMS) Fe-Mn-C-Al-Si de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados con Nb, V, Ti, Ti/B y Mo (% en peso).

Acero TWIP	C	Mn	Al	Si	Nb	V	Ti	B	Mo	N
TW-REF	0.40	20	1.5	1.5	-	-	-	-	-	0.012
TW-Nb	0.40	20	1.5	1.5	0.080	-	-	-	-	0.010
TW-V	0.40	20	1.5	1.5	-	0.100	-	-	-	0.012
TW-Ti	0.40	20	1.5	1.5	-	-	0.030	-	-	0.022
TW-Ti/B	0.40	20	1.5	1.5	-	-	0.015	0.0100	-	0.012
TW-Mo	0.40	20	1.5	1.5	-	-	-	-	0.150	0.020

2.2 Acondicionamiento microestructural de los aceros TWIP bajo estudio

2.2.1 Tratamiento térmico de homogenización y laminación en caliente

Se llevó a cabo un tratamiento térmico de homogenización con la finalidad de eliminar la estructura de colada y reducir el grado de segregación. El tratamiento se realizó en un horno tipo mufla a temperatura de 1200 °C durante 4 horas con una velocidad de calentamiento de 6 °C/min en probetas de 6 cm de espesor.

Cada lingote fue laminado en caliente a temperaturas entre 1100 °C y 950 °C hasta alcanzar una reducción de área del 60%. Esta operación tiene como finalidad eliminar la estructura dendrítica de los lingotes y la segregación del Mn, además, se requiere deformar al material

hasta alcanzar las dimensiones más adecuadas para el mecanizado y obtención de las probetas de los diferentes ensayos. El procedimiento se realizó en la laminadora del IIMM-UMSNH marca T. J. Pigott Engineers (Figura 10), con capacidad de carga de 50 toneladas. El ciclo de tratamiento térmico de homogenización y laminación en caliente se presenta en la Figura 11.



Figura 10. Laminadora marca T. J. Pigott Engineers de 50 toneladas.

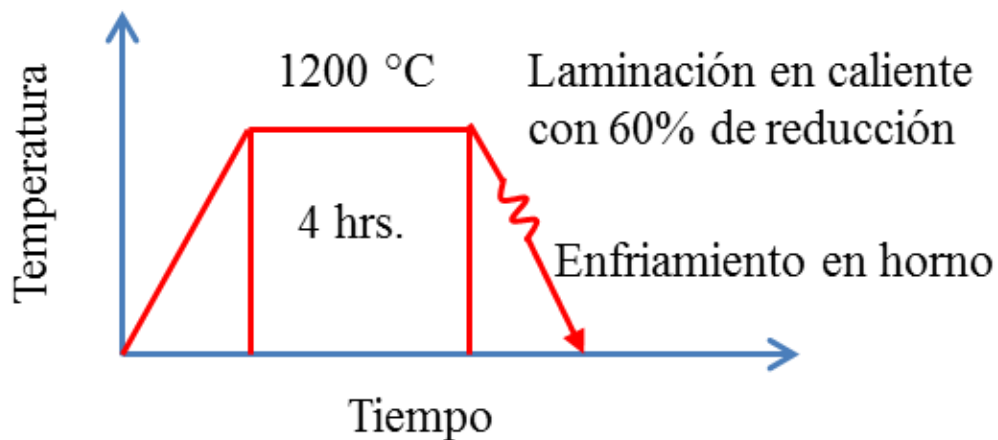


Figura 11. Ciclo del tratamiento térmico de homogenización y de laminación en caliente.

2.2.2 Tratamiento térmico de solubilizado

El tratamiento térmico de solubilizado se llevó a cabo al finalizar la laminación, con el objetivo de poner en solución sólida los precipitados y promover recristalización del grano deformado en la laminación. Se realizó en un horno para tratamiento térmico (Barnstead Lab-line, Modelo: 3608-5; 120 V, 5 Amp, 50/60 Hz, 600W), donde, además se aplicó un recubrimiento de pintura de zirconio para evitar los efectos de oxidación en el material. El tratamiento térmico de solubilización se realizó a 1150 °C, a una velocidad de calentamiento de 6 °C/min, tiempo de permanencia de una hora por pulgada de sección (dando 1 hora, por tener un espesor de aproximadamente 2.5 cm), seguido de temple en agua hasta temperatura ambiente. El ciclo de tratamiento térmico se presenta en la Figura 12.

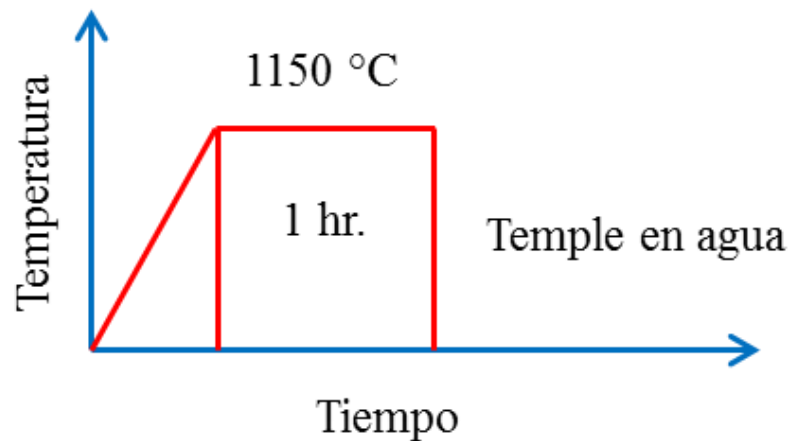


Figura 12. Ciclo tratamiento térmico de solubilizado.

2.3 Material base en condición de solubilizado

Después del acondicionamiento microestructural de los aceros (homogenizado, laminado y solubilizado), se procedió a realizar la preparación metalográfica de probetas de los diferentes aceros TWIP a través del empleo de las técnicas de microscopía óptica (LOM) y electrónica de barrido (SEM-EDS). Para ambas técnicas, se emplearon muestras con dimensiones de 10 x 10 x 10 mm, desbastadas y pulidas por métodos estándar. El reactivo

de ataque que mejores resultados proporciona para revelar la microestructura de los aceros TWIP es: nital al 4 % durante 5 s., seguido inmediatamente por un ataque con metabisulfito de sodio durante 25 s. La medición del tamaño de grano austenítico se llevó a cabo mediante análisis de imágenes usando el software Sigma Scan Pro 5. Por otro lado, se realizó un análisis microestructural de los aceros TWIP mediante difracción de rayos-X (XRD) para corroborar la estabilidad de la fase austenítica. El barrido de las muestras se realizó con valores de $20^\circ < 2\theta < 120^\circ$, para poder detectar la mayor cantidad posible de estructuras cristalinas. En cada caso, se empleó un microscopio metalográfico de la marca Nikon Epiphot 300 (Figura 13), un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6400 con detector EDS (Figura 14) y un difractómetro de rayos-X de la marca Siemens D5000 (Figura 15), todos ellos pertenecientes al IIMM-UMSNH. Además se correlacionaron los valores de tamaño de grano promedio con los ensayos de dureza Vickers y tracción uniaxial. La dureza se determinó mediante el ensayo de dureza Vickers en un durómetro Nanovea (Figura 16), con indentador de diamante con forma piramidal y base cuadrada con ángulo entre caras opuestas de 136° en concordancia con la norma ASTM E92-82 [70]. Los ensayos de tracción uniaxial se realizaron en concordancia con la norma ASTM E 8M-04 [71] en una máquina universal de ensayos mecánicos electromecánica Zwick/Roell Z100 con celda de carga de 100 kN (Figura 17).



Figura 13. Microscopio óptico invertido NIKON EPIPHOT 300.



Figura 14. Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400.



Figura 15. Difractómetro de rayos-X SIEMENS D5000.



Figura 16. Durómetro Nanovea series automático.



Figura 17. Máquina universal de pruebas mecánicas electromecánica ZWICK/ROELL Z100.

2.4 Ensayos de desgaste mediante la técnica “Probeta sobre anillo rotatorio”

2.4.1 Condiciones de los ensayos de desgaste

Después del tratamiento térmico de solubilizado se realizó el seccionamiento de las placas de los aceros TWIP. El corte de las placas se llevó a cabo en las instalaciones del Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica-UMSNH, obteniéndose 4 piezas por cada acero TWIP cuyas dimensiones fueron de 10 x 15 x 35 mm, las cuales fueron maquinadas en una fresa tipo vertical para obtener barras rectangulares de 10 x 10 x 30 mm. El corte de las probetas destinadas a los ensayos de desgaste se realizó con un disco de diamante a baja velocidad y carga, con el objetivo de no alterar la microestructura de la superficie que fue sometida al desgaste. Finalmente, las dimensiones de las probetas para desgaste fueron de 10 x 10 x 12 mm, obteniendo 9 probetas de desgaste por cada acero TWIP.

Posterior del desbaste, las probetas se sometieron a un pulido fino con pasta de diamante de hasta 3 micras, mediante una maquina pulidora SPECTRUM SYSTEM grinder/polisher (LECO SS-1000) (Figura 18) de disco giratorio a una velocidad de 150 rpm, la cual se encuentra en el laboratorio de preparación metalográfica, del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la UMSNH.



Figura 18. Pulidora LECO SS-1000.

Para los ensayos de desgaste, las muestras se hicieron deslizar sin lubricación (en seco) a una distancia constante de 10 km, con cargas de 52.6, 103.5 y 154.4 Newtons, sobre una contracara de un acero endurecido M2 con una dureza de 62 HRC. La contracara es una rueda de 6 cm de diámetro, la cual se hizo girar a tres velocidades diferentes; una velocidad baja de 0.219 m/s, una velocidad intermedia de 0.603 m/s y a velocidad alta de 0.868 m/s, siendo un modelo experimental de tres niveles de carga y tres condiciones de velocidad de deslizamiento en seco, dando un total de 9 ensayos por cada acero TWIP. Los componentes de la máquina “Probeta sobre anillo rotatorio” que se utilizó para los diferentes ensayos se muestran en la Figura 19.



Figura 19. Componentes de la máquina de desgaste “Probeta sobre anillo rotatorio”.

2.4.2 Medición de la pérdida en peso de las probetas desgastadas

Las muestras se pesaron antes de cada ensayo en una balanza Mettler Toledo automática de alta precisión (Figura 20). Después de haber recorrido los 10 km la máquina “Probeta sobre anillo rotatorio” fue programada para detenerse, e inmediatamente las muestras fueron pesadas nuevamente para registrar la pérdida en peso por efecto del desgaste. La pérdida de peso fue considerada como medida de resistencia al desgaste.



Figura 20. Balanza Mettler Toledo automática de alta precisión.

2.4.3 Determinación de la tasa de desgaste

Otro parámetro importante a determinar fue la tasa de desgaste y para ello se utilizó la siguiente relación:

$$T = \frac{P.P.}{D.R. \times D.M.} \quad (4)$$

donde:

T = Tasa de desgaste (mm^3/m).

P.P. = Pérdida en peso (g).

D.R. = Distancia recorrida (m).

D.M. = Densidad del material (g/mm^3).

Este parámetro relaciona la pérdida en peso que sufrieron las probetas, durante los diferentes ensayos, así como la distancia a la cual se ensayaron los experimentos y la densidad del material analizado (0.0073 g/mm^3) [60].

2.4.4 Medición del coeficiente de fricción

Durante los ensayos de desgaste las lecturas del coeficiente de fricción (μ) se almacenaron automáticamente en una base de datos del software utilizado SIMATIC Win CC. Las curvas del coeficiente de fricción se trataron con el programa OriginPro 8 para dar un suavizado mediante el método de promedios adyacentes, con el propósito de determinar la tendencia que sigue dicho coeficiente durante el ensayo.

2.4.5 Medición de temperatura cercana a la superficie de desgaste

Se realizaron mediciones de temperatura promedio cercana a la superficie de desgaste (2mm) para tener un valor de referencia del desarrollo de temperaturas generadas por el contacto friccionante, mediante un pirómetro láser, infrarrojo marca CEM modelo DT-8869 (Figura 21).



Figura 21. Pirómetro láser infrarrojo CEM modelo DT-8869.



2.5 Recubrimiento Ni-P de superficies desgastadas

En el presente trabajo las superficies desgastadas fueron niqueladas autocatalíticamente mediante la técnica de “Niquelado Químico”, con el propósito de proteger la capa de óxido y superficie deformada generada durante los ensayos de desgaste. La composición química de la solución niquelante empleada en los ensayos se muestra en la Tabla 3. Las condiciones de trabajo fueron: pH = 4.5, temperatura = 85 °C, tiempo de ensayo = 4 horas, logrando un recubrimiento Ni-P con espesor promedio de 22 µm.

Tabla 3. Formulación de la solución de niquelado químico [72,73].

Nombre	Fórmula química	Cantidad	Función
Agua	H ₂ O	500 ml	Solvente
Sulfato de níquel	NiSO ₄	43.81 gr.	Proporciona el Ni
Hipofosfito de sodio	NaH ₂ PO ₂	22.08 gr.	Agente reductor
Ácido propiónico	C ₃ H ₆ O ₂	6.175 gr.	Agente controlador de pH
Ácido láctico	C ₃ H ₆ O ₃	21.375 gr.	Agente acelerador
Plomo	Pb	0.002 gr.	Agente estabilizador
Acetato de sodio	CH ₃ COONa	34.2 gr.	Agente complejante

Una vez niqueladas, las piezas fueron cortadas de manera lateral a la superficie desgastada, con el propósito de analizar el espesor de la capa de óxido formada durante las diferentes condiciones de ensayo. Para esto las piezas fueron desbastadas en papel abrasivo de carburo de silicio de numeración comercial (Grit) de 240, 320, 400, 600, 1000, 1200 y 2000. Cabe señalar que el desbaste se llevó a cabo con baja presión y utilizando muy poca agua para no alterar la formación de óxidos generados durante las diferentes condiciones de ensayo. Posterior del desbaste las probetas se sometieron al pulido, mediante una máquina pulidora Labopol-5 marca STRUERS con Labodoser de disco giratorio a una velocidad de 150 rpm (Figura 22). El proceso comenzó con un paño Lecloth B-PSA y pasta de diamante sintético LECO de 9, 6, 3 µm como abrasivo.



Figura 22. Pulidora Labopol-5 marca STRUERS con Labodoser.

Por último las piezas ya desbastadas y pulidas fueron caracterizadas mediante un microscopio electrónico de barrido marca JEOL JSM-6400, para su posterior análisis.

2.6 Microscopia electrónica de barrido (MEB)

2.6.1 MEB de superficies desgastadas

Las muestras de los diferentes aceros TWIP se llevaron al microscopio electrónico de barrido y mediante la técnica de electrones secundarios se hicieron análisis de las superficies desgastadas, con el objetivo de asociar el tipo de mecanismo de desgaste predominante en las diferentes condiciones de carga y velocidad en contacto deslizante no lubricado. También mediante análisis EDS (Energy dispersive spectrometry, por sus siglas en inglés) se realizó microanálisis químico semicuantitativo en diferentes zonas de las superficies desgastadas, con el objetivo de analizar la transferencia de elementos de aleación de la contracara (AISI M2) hacia la superficie del acero TWIP.



2.6.2 MEB de los fragmentos de desgaste (Debris)

Al igual que lo ocurrido en las superficies de desgaste, los fragmentos de desgaste se analizaron mediante la técnica de electrones secundarios, con el objetivo de asociar el tipo de mecanismo de desgaste predominante en las diferentes condiciones de carga y velocidad. De igual manera se realizaron análisis EDS (Energy dispersive spectrometry, por sus siglas en inglés) en diferentes zonas de los fragmentos de desgaste, con el objetivo de analizar la transferencia de elementos de aleación de la contracara (AISI M2) hacia la superficie del acero TWIP.

2.7 Difracción de rayos-X (DRX)

2.7.1 DRX de las superficies desgastadas

Las superficies de desgaste fueron analizadas mediante DRX con el objetivo de revisar posibles transformaciones de fase debido al calentamiento durante las diferentes condiciones de velocidad y carga, producto del desgaste por deslizamiento no lubricado.

2.7.2 DRX de los fragmentos de desgaste (Debris)

Los fragmentos de desgaste también fueron caracterizados mediante un difractor de rayos-X SIEMENS, con el propósito de confirmar la presencia de nuevas fases, así como también los tipos de óxidos predominantes que se forman durante el contacto deslizante debido al calentamiento provocado durante el contacto friccionante entre la superficie de la muestra del acero TWIP bajo estudio y la superficie de la contracara del acero M2.



2.8 Caracterización microestructural por difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Con la finalidad de determinar cambios estructurales, así como probable orientación cristalográfica preferencial (texturas) en la capa deformada, se empleó la técnica de MEB-EBSD. Para este caso se utilizó un microscopio electrónico barrido de emisión de campo (FESEM) Carl Zeiss® Gemini Ultra Plus equipado con detector EDX y EBSD. De cada una de las muestras desgastadas se analizó una superficie de 1 mm x 1.2 mm con pasos de entre 0.4 y 1 micra, lo que permitió obtener mallados de 918 x 1212 píxeles. El procesamiento de los datos obtenidos se realizó con ayuda del software Channel 5© (HKL Technology®) para determinar: Tamaño de grano austenítico (GS), Contraste de banda (BC), límites de grano (GB), sitios coincidentes de red (CSL), y las figuras inversas de polos (IPF). Esta parte de la investigación se realizó en el Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica (CMEM) de la Universitat Politècnica de Catalunya, España, a través del Programa de Becas Mixtas del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Conacyt-México).



CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Material base (condición de solubilizado)

3.1.1 Caracterización metalográfica

En la Figura 23 se muestran las metalografías de las microestructuras de los diferentes aceros TWIP sin microaleaar (TWIP-REF) y los microaleados (TWIP-Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) en condición de solubilizado.

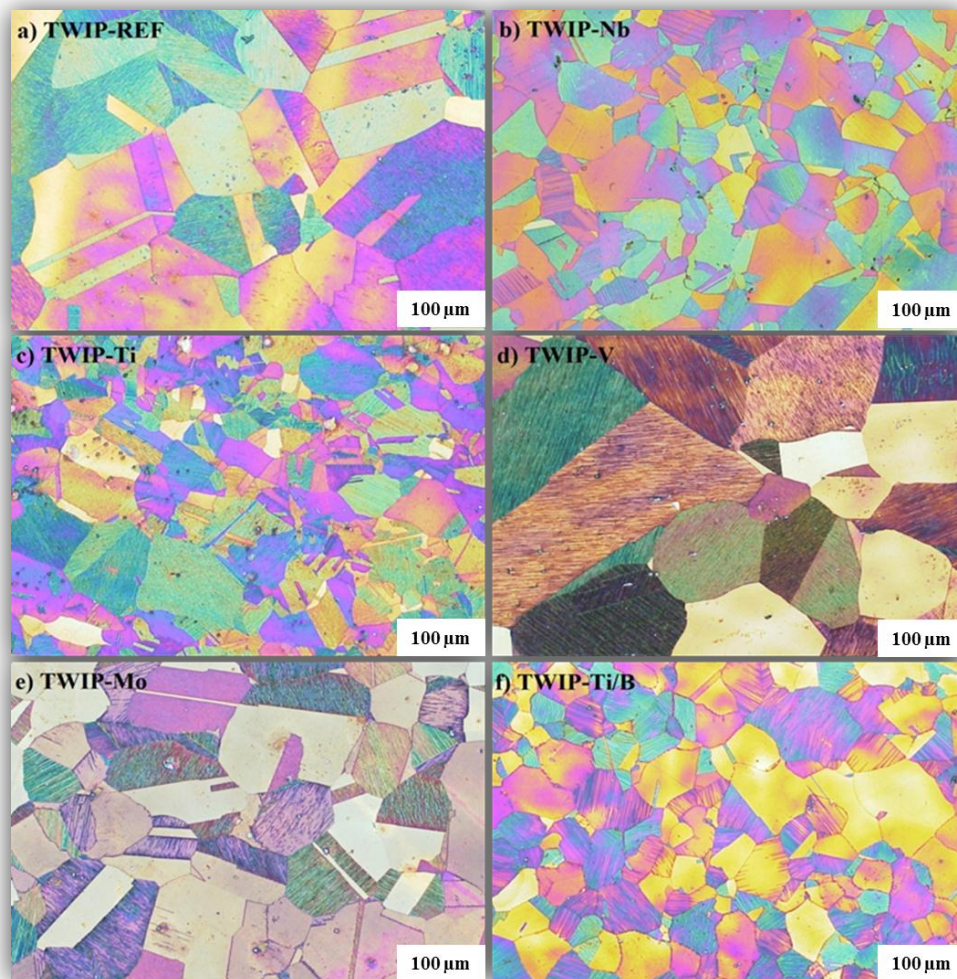


Figura 23. Microestructura correspondiente a los aceros TWIP: a) TWIP-REF (sin microaleaar), b) TWIP-Niobio (TWIP-Nb), c) TWIP-Titanio (TWIP-Ti), d) TWIP-Vanadio (TWIP-V), e) TWIP-Molibdeno (TWIP-Mo) y f) TWIP-Titanio/Boro (TWIP-Ti/B), en condición de solubilizado a 1100°C.



De la Figura 23 se puede apreciar, para todos los casos (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), una estructura completamente austenítica, producto de la composición química y los diferentes tratamiento térmicos y mecánicos a que fue sometido el material (homogenización, laminación en caliente y solubilizado). También se puede apreciar una variación en el tamaño de grano austenítico de cada material asociado en gran medida a la presencia de cada uno de los diferentes elementos microaleantes (Nb, Ti, V, Mo, Ti/B), los cuales llegan a formar segundas fases (carbo-nitruros de diferentes estequiometrias) y con ello una significativa variación en el tamaño de grano, recordando que los precipitados tienden a limitar el crecimiento de grano debido a que se anclan en los límites de grano, dificultando el libre movimiento de dislocaciones. En este contexto, se sabe muy bien que diferentes elementos microaleantes como: Mo, Ti, Nb, V y B, agregados en pequeñas cantidades (< 0.3 % en peso), pueden mejorar las propiedades mecánicas debido al endurecimiento por precipitación y refinamiento de grano que estos elementos generan [2, 43-45, 69, 74]. Por otro lado, también es notoria la presencia de maclas de recocido. Es importante señalar que la presencia de maclas de recocido, son producto de los tratamientos térmicos a que fue sometido el material y resultado del reacomodo y aniquilación de dislocaciones.

La Tabla 4 y Figura 24 presentan el tamaño de grano austenítico promedio de los aceros TWIP bajo estudio.

Tabla 4. Tamaño de grano promedio en condición de solubilizado, para los diferentes aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.

Acero TWIP	Tamaño de grano (μm)
TWIP-REF	113.9 +/- 79.7
TWIP-Nb	44.5 +/- 30.1
TWIP-Ti	37.9 +/- 27.8
TWIP-V	147.6 +/- 93.4
TWIP-Mo	82.8 +/- 58.1
TWIP-Ti/B	45.6 +/- 29.8

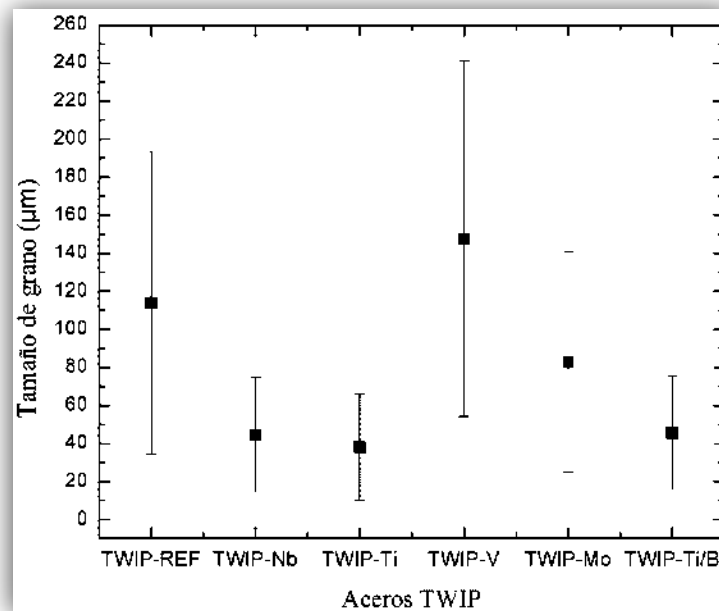


Figura 24. Tamaño de grano promedio en aceros TWIP microaleados.

A partir de los valores mostrados en la Tabla 4 y Figura 24 se puede observar que en general el tamaño promedio del grano austenítico para los diferentes aceros TWIP es diferente, a pesar de que estuvieron sometidos al mismo tratamiento térmico de solubilizado, lo cual se puede asociar al efecto refinador de los diferentes elementos microaleantes (Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) y el nitrógeno presente [2, 43-45, 69, 74]. Donde de manera general se puede observar que los aceros TWIP microaleados con Ti y Nb son los que presentan el tamaño de grano más fino, y por otro lado, la adición de V parece haber refinado en menor medida.

3.1.2 Caracterización estructural y mecánica

La Figura 25 muestra los resultados de difracción de rayos-X para todos los materiales bajo estudio (REF, Ti, V, Nb, Mo y Ti/B), en condición de solubilizado.

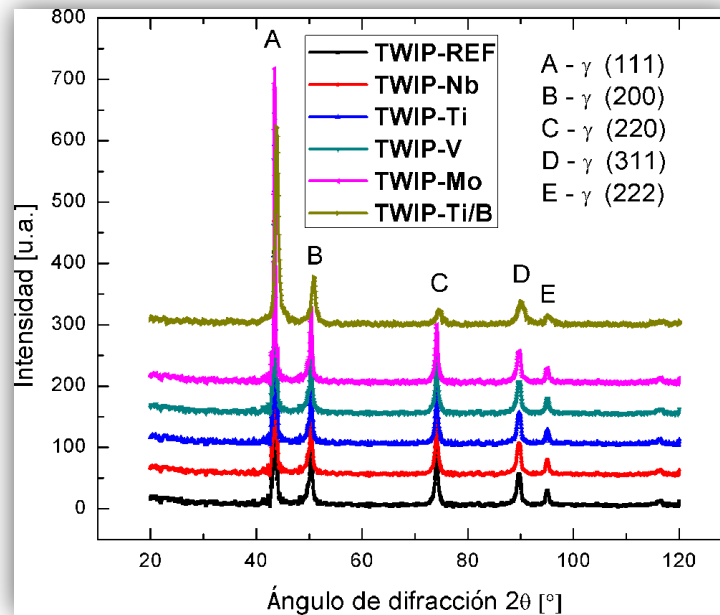


Figura 25. Difracción de rayos X, para los diferentes aceros TWIP bajo estudio.

En los patrones de difracción de rayos-X de la Figura 25, se puede observar que en todos los aceros bajo estudio (REF, Ti, V, Nb, Mo y Ti/B), se logró una completa estabilización de la fase austenita, la cual es producto de la composición química y de los diferentes tratamientos térmicos a que el material fue sometido durante su trabajado previo (homogenización y solubilización).

La Tabla 5 y Figura 26 presentan los valores de dureza promedio de los aceros TWIP bajo estudio.

Tabla 5. Microdureza promedio en condición de solubilizado, para los diferentes aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.

Acero TWIP	Microdureza Vickers (0.2 kgf)
TWIP-REF	207 +/- 5.01
TWIP-Nb	234 +/- 8.32
TWIP-Ti	224 +/- 3.94
TWIP-V	219 +/- 3.33
TWIP-Mo	222 +/- 9.47
TWIP-Ti/B	220 +/- 3.29

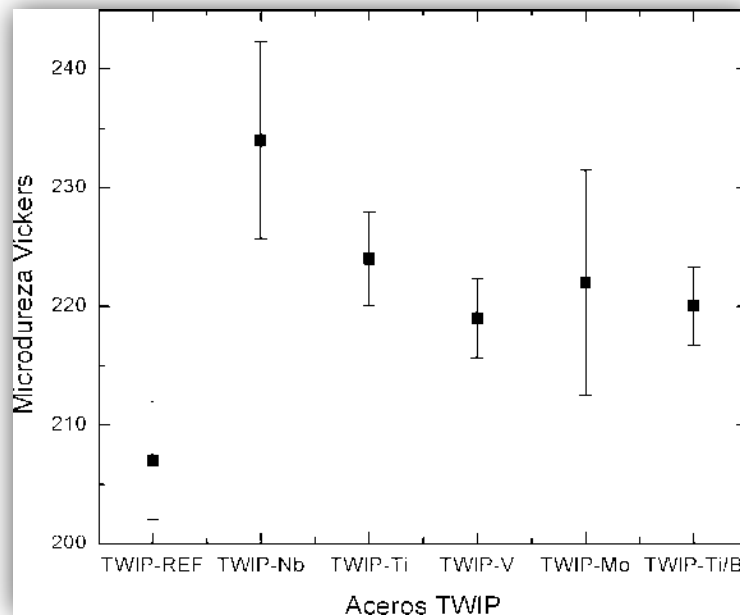


Figura 26. Microdureza Vickers promedio en aceros TWIP microaleados.

La Tabla 5 y Figura 26 muestran la dureza de los aceros TWIP, así como su desviación estándar. De acuerdo con estos resultados, la aleación sin microalea tiene menor dureza comparada con los aceros microaleados. El acero TWIP microaleado con Niobio (TWIP-Nb) presenta mayor dureza respecto al resto de los aceros TWIP. De manera gradual, de mayor a menor dureza, se presenta el TWIP microaleado con Titanio (TWIP-Ti), TWIP microaleado con Molibdeno (TWIP-Mo), TWIP microaleado con Vanadio (TWIP-V) y, por último, el TWIP microaleado con Titanio y Boro (TWIP-Ti/B); aunque la diferencia en dureza de estos últimos cuatro aceros no es tan grande. De manera general se puede observar que la adición de elementos microaleantes genera un aumento en la dureza de los aceros TWIP bajo estudio, lo cual se asocia al endurecimiento por solución sólida y precipitación [2, 43-45, 69, 74].



3.2 Comportamiento al desgaste de los aceros TWIP bajo la técnica “Probeta sobre anillo rotatorio”

3.2.1 Pérdida en peso

La pérdida en peso de los diferentes ensayos de desgaste por deslizamiento no lubricado, utilizando la técnica “Probeta sobre anillo rotatorio”, se presentan en la Tabla 6.

Tabla 6. Pérdida en peso (g), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.

CONDICION	TWIP-REF	TWIP-Nb	TWIP-Ti	TWIP-V	TWIP-Mo	TWIP-Ti/B
P_1V_1	0.45976	0.53378	0.25758	0.43136	0.33302	0.64210
P_1V_2	0.16774	0.13014	0.12103	0.12025	0.13655	0.18618
P_1V_3	0.07074	0.04414	0.08269	0.07787	0.07763	0.09436
P_2V_1	0.50161	0.67316	0.87961	0.65612	0.57520	0.55891
P_2V_2	0.07852	0.09239	0.11001	0.04738	0.15705	0.13705
P_2V_3	0.09898	0.04475	0.08786	0.07301	0.13204	0.09951
P_3V_1	0.46744	0.60482	0.23783	0.61505	0.57208	0.51027
P_3V_2	0.06704	0.06159	0.07759	0.07721	0.14050	0.15189
P_3V_3	0.12460	0.10390	0.15024	0.10252	0.13968	0.12778
$P_1=52.6 \text{ N}, P_2=103.5 \text{ N}, P_3=154.4 \text{ N}, V_1=0.219 \text{ m/s}, V_2=0.603 \text{ m/s}, V_3=0.868 \text{ m/s}$						

De acuerdo a los resultados presentados en la Tabla 6, se puede apreciar que la pérdida en peso a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) es alta y disminuye conforme la velocidad de deslizamiento aumenta (0.603-0.868 m/s). Este comportamiento es común para todos los materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) y se asocia a la formación de una película de óxido protectora contra el desgaste, la cual, como se verá más adelante, es producto de las altas temperaturas alcanzadas durante los diferentes ensayos (arriba de 450 °C), y que se incrementa al elevar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), tal y como mencionó Bahrami [61] en su estudio de resistencia al desgaste de aceros AISI H-13 tratados térmicamente.

La Figura 27 muestra el comportamiento de la pérdida en peso como una función de la velocidad de deslizamiento de los diferentes ensayos en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

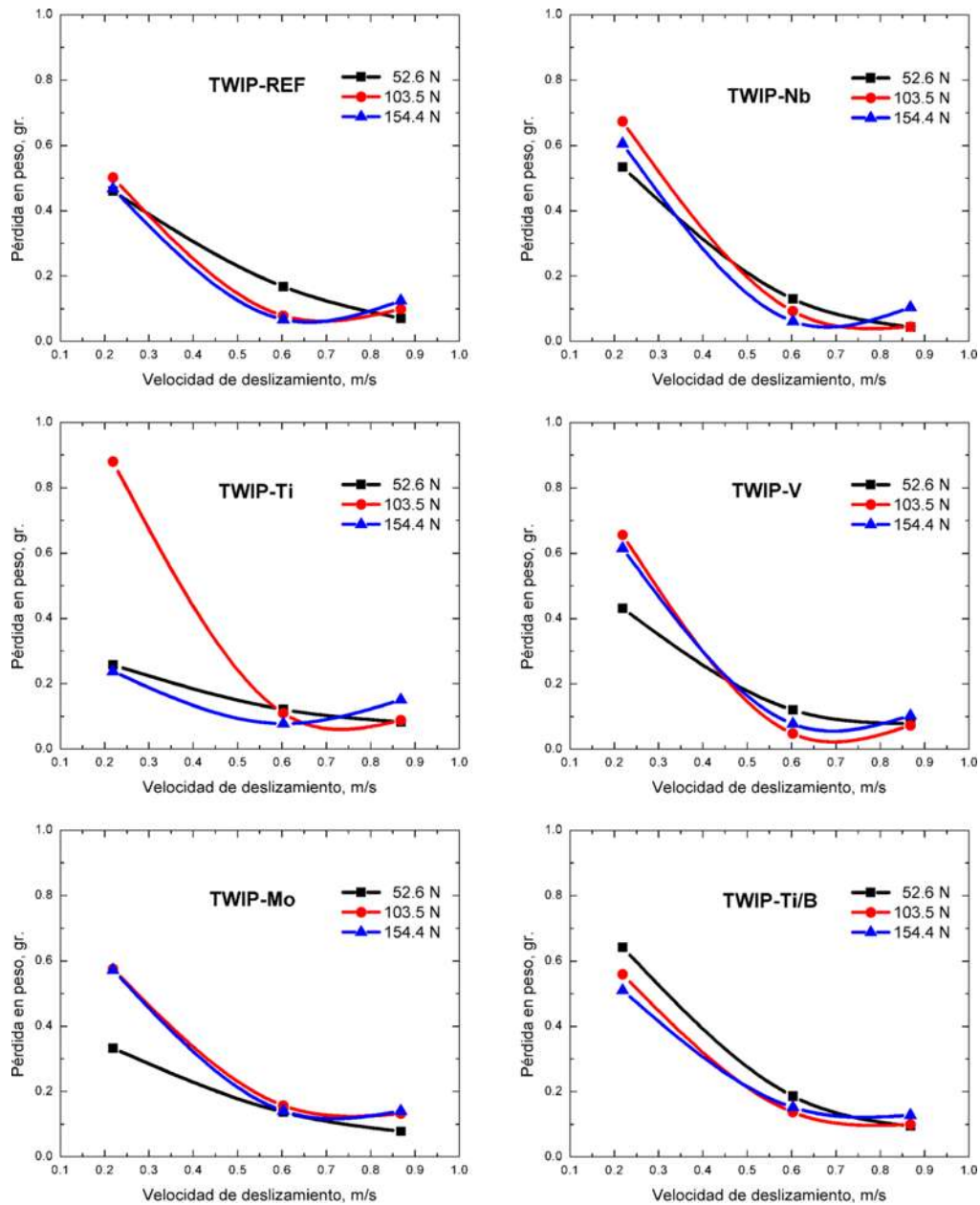


Figura 27. Gráficas de pérdida en peso vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

De la Figura 27 se puede apreciar de manera general que en todos los casos la pérdida en peso decrece de manera significativa al aumentar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), lo cual indica la importancia que tiene la velocidad de deslizamiento. En este contexto, diversos investigadores sugieren que la velocidad de deslizamiento y la carga son dos de los principales parámetros en determinar la resistencia al desgaste [65, 68, 75]. Es importante resaltar que el comportamiento del acero TWIP-Ti para la condición P_2V_1 , el



cual presenta una mayor pérdida en peso, debido al mayor contenido de nitrógeno, respecto a los demás aceros, lo cual genera mayor grado de fragilización, disminuyendo la resistencia al desgaste. También es importante señalar que el aumento en la velocidad de deslizamiento ocasiona un incremento en la temperatura, debido a la fricción generada entre las superficies en contacto, lo cual favorece a la oxidación, que ayuda a la resistencia al desgaste de los aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) bajo deslizamiento no-lubricado, debido a que como ya se ha mencionado anteriormente, se favorece la formación de una película de óxido que actúa protegiendo al material contra el desgaste.

3.2.2 Tasa de desgaste

La tasa de desgaste para los diferentes ensayos en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) por deslizamiento no lubricado, utilizando la técnica “Pin-on-Ring”, se presentan en la Tabla 7.

Tabla 7. Tasa de desgaste (mm^3/m), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.

CONDICION	TWIP-REF	TWIP-Nb	TWIP-Ti	TWIP-V	TWIP-Mo	TWIP-Ti/B
P_1V_1	0.00629	0.00731	0.00352	0.00590	0.00456	0.00879
P_1V_2	0.00229	0.00178	0.00165	0.00164	0.00187	0.00255
P_1V_3	0.00096	0.00060	0.00113	0.00106	0.00106	0.00129
P_2V_1	0.00687	0.00922	0.01204	0.00898	0.00787	0.00765
P_2V_2	0.00107	0.00126	0.00150	0.00064	0.00215	0.00187
P_2V_3	0.00135	0.00061	0.00120	0.00100	0.00180	0.00136
P_3V_1	0.00640	0.00828	0.00325	0.00842	0.00783	0.00699
P_3V_2	0.00091	0.00084	0.00106	0.00105	0.00192	0.00208
P_3V_3	0.00170	0.00142	0.00205	0.00140	0.00191	0.00175
$P_1=52.6 \text{ N}, P_2=103.5 \text{ N}, P_3=154.4 \text{ N}, V_1=0.219 \text{ m/s}, V_2=0.603 \text{ m/s}, V_3=0.868 \text{ m/s}$						

De acuerdo a los resultados de tasa de desgaste (Tabla 7) se puede observar que la tendencia es idéntica a la observada en pérdida en peso (Tabla 6), ya que ambas son formas representativas de la remoción de material que sufren los cuerpos sometidos a contacto friccionante.

La Figura 28 muestra el comportamiento de la tasa de desgaste como una función de la velocidad de deslizamiento de los diferentes ensayos en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

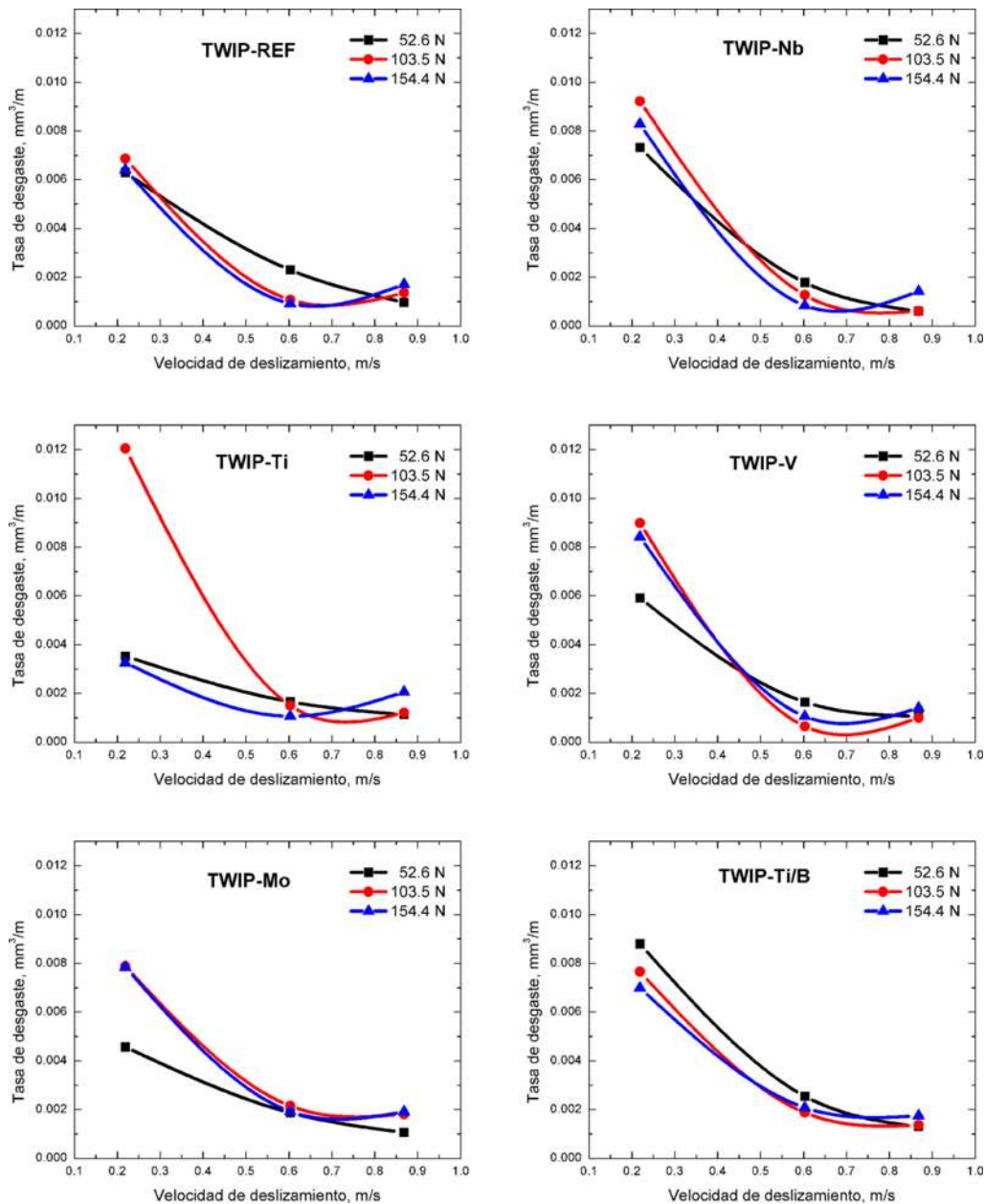


Figura 28. Gráfica de tasa de desgaste vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

A partir de la Figura 28 se puede apreciar claramente que la tasa de desgaste a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) es alta y disminuye conforme la velocidad de deslizamiento incrementa (0.603-0.868 m/s) con tendencia a mantenerse estable (es decir,



la resistencia al desgaste aumenta con el incremento de la velocidad de deslizamiento), lo cual como se mencionó anteriormente, se atribuye a la formación de una capa de óxido que actúa protegiendo al material del contacto metal-metal, debido a la formación de una película protectora contra el desgaste tal y como han reportado Bahrami [61] y otros investigadores [62, 76]. Donde también es evidente que la mayor tasa de desgaste se presenta para el acero TWIP-Ti en la condición P_2V_1 , que como se mencionó anteriormente se debe al mayor contenido de nitrógeno respecto a las demás condiciones, lo cual generaría un incremento en la cantidad de AlN, que cuando se desprenden fragilizarían la capa de óxido que se forma, disminuyendo de esta manera la resistencia al desgaste.

En la Figura 29 se muestra el comportamiento de la tasa de desgaste como una función de la carga aplicada para los diferentes ensayos en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

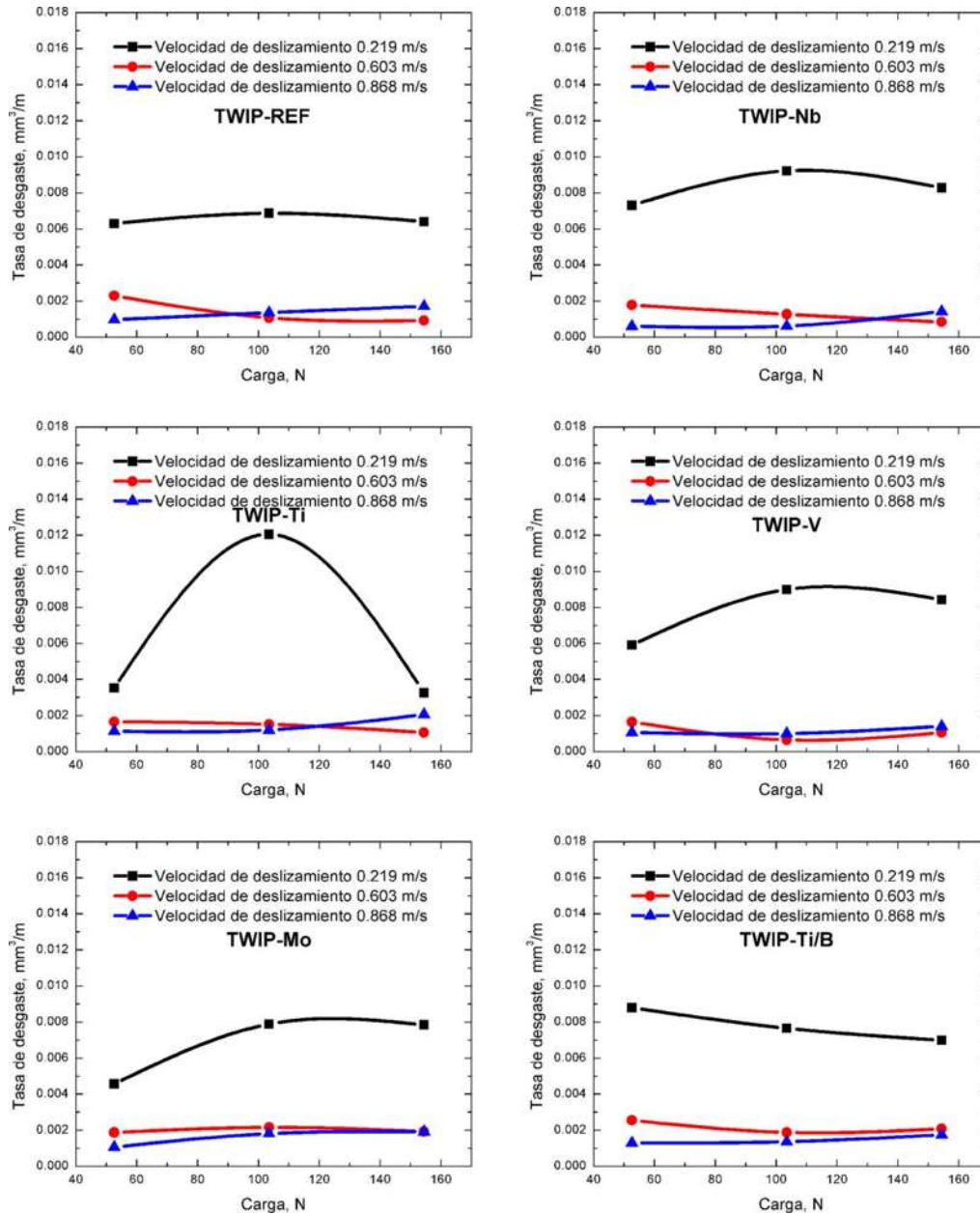


Figura 29. Gráfica de tasa de desgaste vs carga, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

A partir de los resultados mostrados en la Figura 29, se aprecia que la carga no tiene una influencia tan marcada sobre la tasa de desgaste como la velocidad de deslizamiento, principalmente a velocidad de deslizamiento media (0.603 m/s) y alta (0.868 m/s). En este contexto, So [77] sugiere que no existe evidencia de que la tasa de desgaste sea directamente proporcional a la carga aplicada durante un desgaste oxidacional, debido a la formación de un lubricante sólido, tal y como se muestra en la presente investigación. Por



otro lado, a velocidades bajas de deslizamiento (0.219 m/s), parece existir influencia de la carga, principalmente a una carga de 103.5 N, donde en la mayoría de los materiales estudiados se obtuvo la mayor tasa de desgaste, lo cual puede ser resultado de la poca estabilidad del óxido (espesor crítico no alcanzado) en esta condición específica. Sakrani y Sullivan [76] sugieren que el espesor crítico de un óxido, depende de diversos factores como la naturaleza de los óxidos y los diferentes parámetros de deslizamiento (velocidad, temperatura, medio ambiente y carga), por lo que, si no se alcanza un espesor crítico el desgaste aumenta.

3.2.3 Coeficiente de fricción

La Tabla 8 presenta el coeficiente de fricción promedio (μ), registrado durante las diferentes condiciones de ensayo, en todos los materiales bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

Tabla 8. Coeficiente de fricción promedio (μ), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.

CONDICION	TWIP-REF	TWIP-Nb	TWIP-Ti	TWIP-V	TWIP-Mo	TWIP-Ti/B
P_1V_1	0.94 +/- 0.06	0.67 +/- 0.10	0.75 +/- 0.05	0.73 +/- 0.05	0.80 +/- 0.05	0.78 +/- 0.13
P_1V_2	0.64 +/- 0.03	0.65 +/- 0.02	0.61 +/- 0.05	0.56 +/- 0.04	0.66 +/- 0.02	0.69 +/- 0.02
P_1V_3	0.64 +/- 0.01	0.57 +/- 0.02	0.61 +/- 0.02	0.58 +/- 0.02	0.56 +/- 0.01	0.48 +/- 0.03
P_2V_1	0.78 +/- 0.03	0.68 +/- 0.14	0.69 +/- 0.06	0.66 +/- 0.13	0.74 +/- 0.04	0.85 +/- 0.04
P_2V_2	0.69 +/- 0.03	0.62 +/- 0.02	0.61 +/- 0.02	0.70 +/- 0.02	0.62 +/- 0.01	0.61 +/- 0.02
P_2V_3	0.52 +/- 0.02	0.58 +/- 0.04	0.50 +/- 0.02	0.48 +/- 0.02	0.56 +/- 0.03	0.63 +/- 0.03
P_3V_1	0.79 +/- 0.06	0.65 +/- 0.10	0.68 +/- 0.03	0.72 +/- 0.16	0.70 +/- 0.10	0.74 +/- 0.04
P_3V_2	0.60 +/- 0.04	0.50 +/- 0.03	0.49 +/- 0.02	0.64 +/- 0.03	0.60 +/- 0.03	0.53 +/- 0.01
P_3V_3	0.55 +/- 0.02	0.56 +/- 0.02	0.44 +/- 0.02	0.52 +/- 0.02	0.52 +/- 0.03	0.50 +/- 0.01
$P_1=52.6$ N, $P_2=103.5$ N, $P_3=154.4$ N, $V_1=0.219$ m/s, $V_2=0.603$ m/s, $V_3=0.868$ m/s						

A partir de los resultados de la Tabla 8 se puede apreciar que el coeficiente de fricción tiende a incrementar a velocidades bajas de deslizamiento en seco (0.219 m/s), mientras que lo contrario ocurre a velocidades altas (0.868 m/s). Este comportamiento se puede asociar a la poca estabilidad de la capa de óxido generada a bajas velocidades de deslizamiento, lo que ocasiona que exista contacto directo metal-metal y, por lo tanto, un

mayor contacto entre asperezas, generando de esta manera un incremento del coeficiente de fricción, lo cual se ve reflejado en un mayor desgaste.

La Figura 30 presenta el comportamiento del coeficiente de fricción (μ), como una función de la carga para los diferentes ensayos, en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

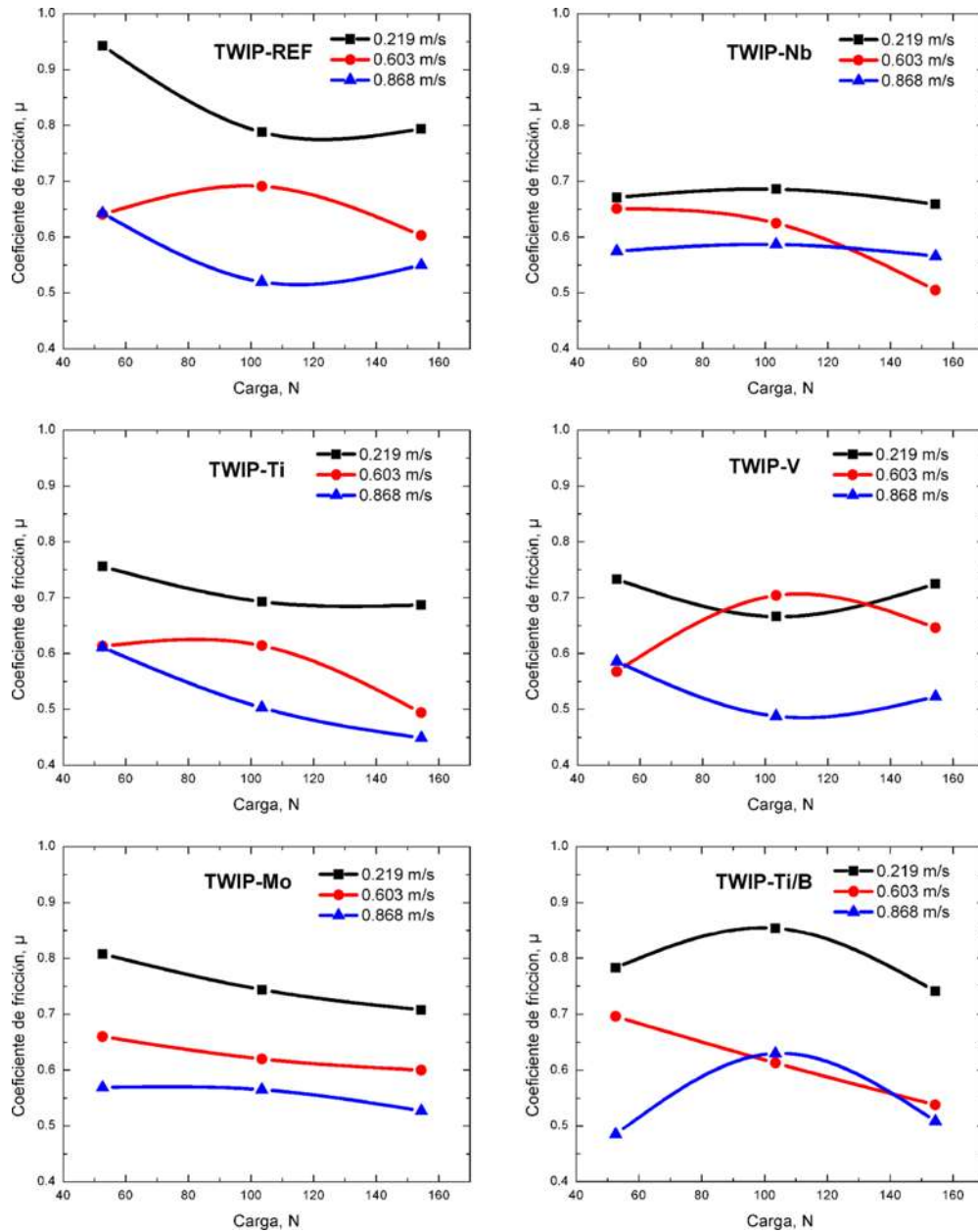


Figura 30. Coeficiente de fricción (μ) vs carga, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).



De la Figura 30 se puede observar que la carga no tiene una influencia tan marcada en los resultados del coeficiente de fricción, pero aun así se presenta una disminución promedio del 9.5% al incrementar la carga (52.6 – 154.4 N), lo cual corrobora los resultados de pérdida en peso y tasa de desgaste, donde se menciona que la variable que tiene más influencia en la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio, es la velocidad de deslizamiento, ya que como se mencionó anteriormente se debe a la formación de una capa de óxido estable, que evita el contacto metal-metal y contrarresta el efecto de la carga.

La Figura 31 presenta el comportamiento del coeficiente de fricción (μ), como una función de la velocidad de deslizamiento para los diferentes ensayos, en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

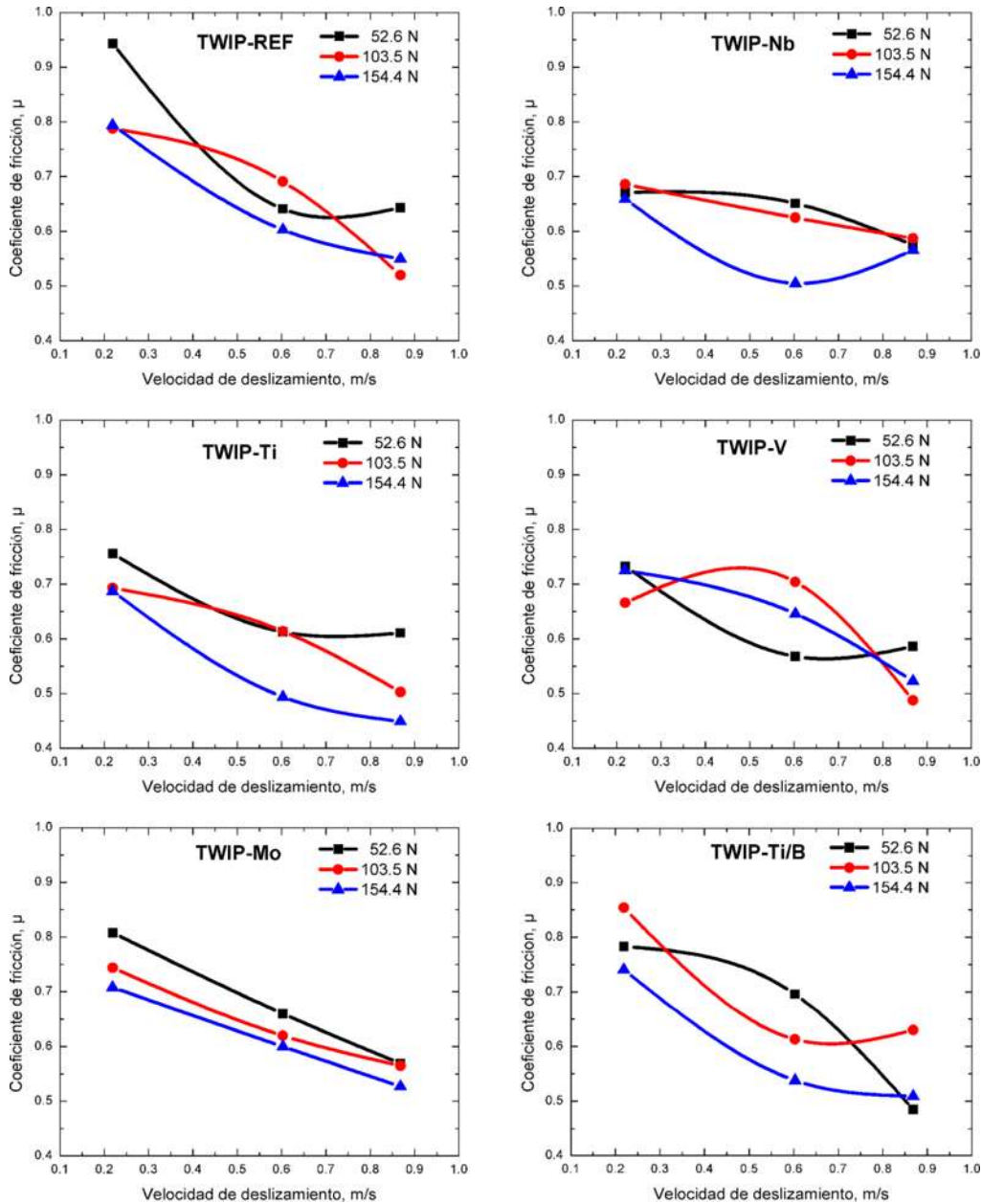


Figura 31. Coeficiente de fricción (μ) vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

De la Figura 31 se puede observar que el aumento en la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s) genera una marcada disminución en el coeficiente de fricción, lo cual, como se discutirá más adelante, se asocia al incremento en la temperatura entre las superficies en contacto (pin y contracara). Este incremento en temperatura promueve la formación de una capa protectora contra el desgaste, disminuyendo el contacto entre ambas superficies, generando una disminución en el coeficiente de fricción. Resultados similares fueron



obtenidos por Bhattacharya [62], en estudios sobre el comportamiento al desgaste de aceros Hadfield.

3.2.4 Temperatura promedio cercana a la superficie

Los promedios de las temperaturas medidas cerca de la superficie, durante los diferentes ensayos de desgaste en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), por deslizamiento no lubricado, utilizando la técnica “Pin-on-Ring”, se presentan en la Tabla 9.

Tabla 9. Temperatura promedio medida cerca de la superficie (°C), para las diferentes condiciones de ensayo en aceros TWIP microaleados con Nb, Ti, V, Mo y Ti/B, bajo deslizamiento no-lubricado.

CONDICION	TWIP-REF	TWIP-Nb	TWIP-Ti	TWIP-V	TWIP-Mo	TWIP-Ti/B
P ₁ V ₁	39 +/- 2.6	49 +/- 3.0	43 +/- 2.0	49 +/- 4.4	35 +/- 6.7	35 +/- 7.5
P ₁ V ₂	60 +/- 9.2	67 +/- 7.7	71 +/- 2.0	64 +/- 1.2	59 +/- 1.9	66 +/- 5.1
P ₁ V ₃	75 +/- 4.8	70 +/- 14.2	85 +/- 1.5	73 +/- 1.4	67 +/- 7.1	85 +/- 11.4
P ₂ V ₁	62 +/- 1.0	60 +/- 5.6	75 +/- 1.1	61 +/- 2.1	55 +/- 6.0	53 +/- 3.6
P ₂ V ₂	99 +/- 14.6	91 +/- 5.7	93 +/- 2.0	84 +/- 8.2	85 +/- 17.5	92 +/- 13.0
P ₂ V ₃	99 +/- 16.1	107 +/- 9.2	115 +/- 1.0	110 +/- 8.9	109 +/- 15.3	116 +/- 20.7
P ₃ V ₁	74 +/- 9.0	63 +/- 1.3	79 +/- 0.3	74 +/- 5.4	61 +/- 1.8	69 +/- 2.8
P ₃ V ₂	114 +/- 7.9	109 +/- 1.8	128 +/- 3.2	102 +/- 12.4	114 +/- 6.9	124 +/- 3.4
P ₃ V ₃	132 +/- 16.6	147 +/- 10.8	143 +/- 1.7	137 +/- 22.0	156 +/- 18.6	137 +/- 7.1
P₁=52.6 N, P₂=103.5 N, P₃=154.4 N, V₁=0.219 m/s, V₂=0.603 m/s, V₃=0.868 m/s						

Los resultados muestran de manera general, que el incremento de la temperatura es directamente proporcional con el incremento de la carga y velocidad de deslizamiento, es decir; a mayor carga y velocidad de deslizamiento se desarrolla una mayor temperatura.

Trabajos desarrollados por Bowden y Tabor [78] y por otros investigadores [79, 80] muestran cómo la temperatura promedio de la superficie y a nivel de las asperezas (superficie real de contacto) son lo suficientemente elevadas como para modificar drásticamente las propiedades mecánicas de manera localizada y desencadenar transformaciones de fase mediante mecanismos termo-mecánicos, los trabajos de estos



investigadores fueron realizados en aleaciones metálicas en condiciones de deslizamiento en seco.

Cabe mencionar que las temperaturas medidas cerca de la superficie en la presente investigación están por debajo de las temperaturas máximas alcanzadas durante el contacto friccionante (arriba de 400 °C), pero que pueden dar una idea general de la temperatura generada durante el proceso tribológico. Quinn y Kennedy [81, 82] en sus estudios sobre aleaciones metálicas, sugieren que temperaturas arriba de 400 °C pueden desarrollarse en las superficies en contacto si la presión de contacto es lo suficientemente alta, tal y como se muestra en la presente investigación.

La Figura 32 muestra el comportamiento de la temperatura promedio en la superficie como una función de la carga. Aquí se puede observar de manera general que al aumentar la carga, también aumenta la temperatura, lo que como se viene mencionando anteriormente, favorece la formación de una película protectora contra el desgaste, mejorando la resistencia al desgaste de los materiales bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

También es importante señalar que en la Figura 32, se observa que a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) y carga media (103.5 N) y alta (154.4 N), la temperatura parece no incrementarse, claramente observado en los aceros TWIP-Nb, TWIP-Ti y TWIP-Mo, lo que aclara de cierta manera los resultados de pérdida en peso y tasa de desgaste en esta condición en específico, lo que puede asociarse al hecho de que la temperatura en esta condición, no logra ser lo suficientemente alta como para poder estabilizar la capa que se forma y de ahí las variaciones presentadas, tanto en los resultados de pérdida en peso y tasa de desgaste en función de la variable carga.

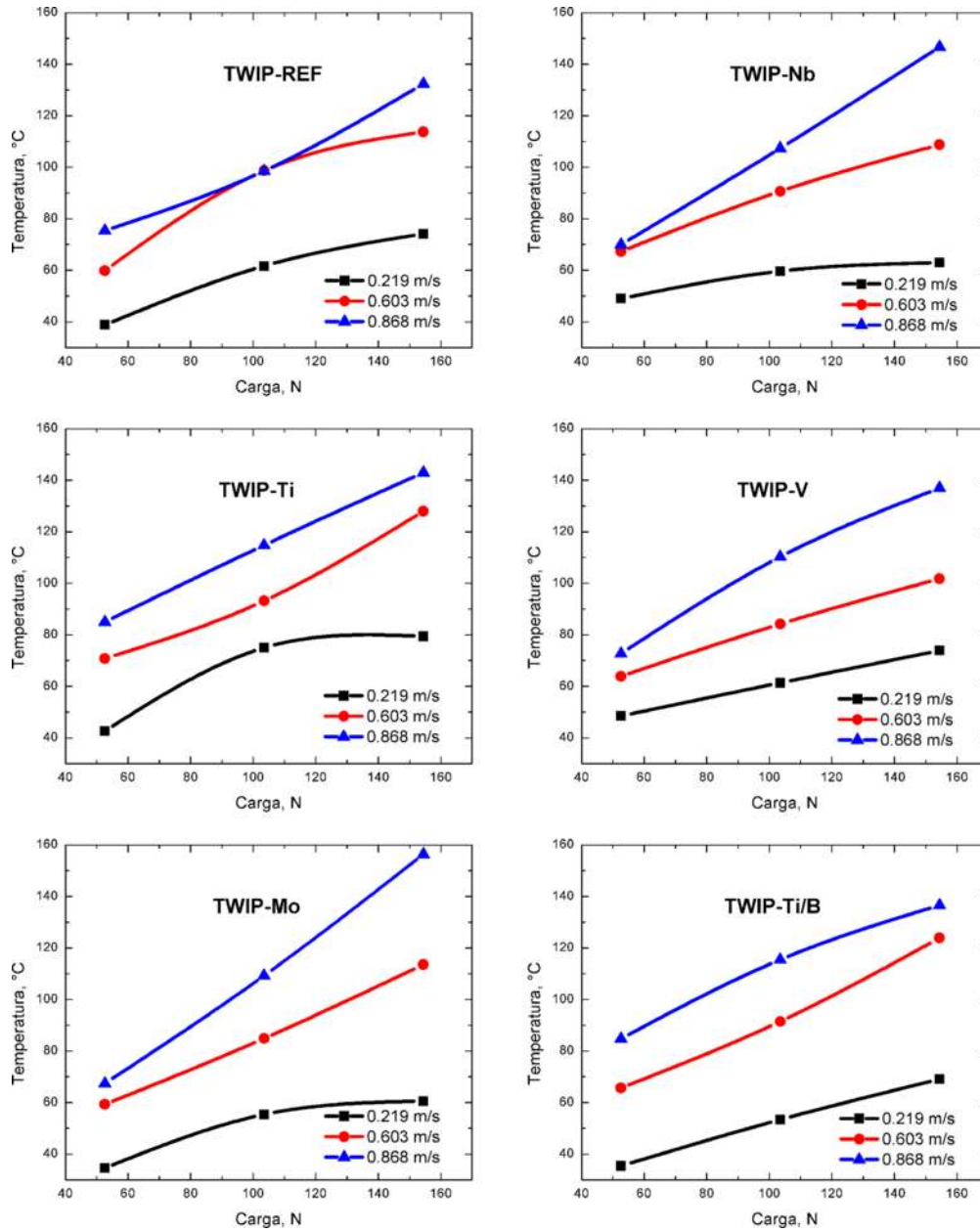


Figura 32. Temperatura promedio superficial vs carga, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

La Figura 33 muestra el comportamiento de la temperatura promedio en la superficie como una función de la velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros bajo TWIP estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

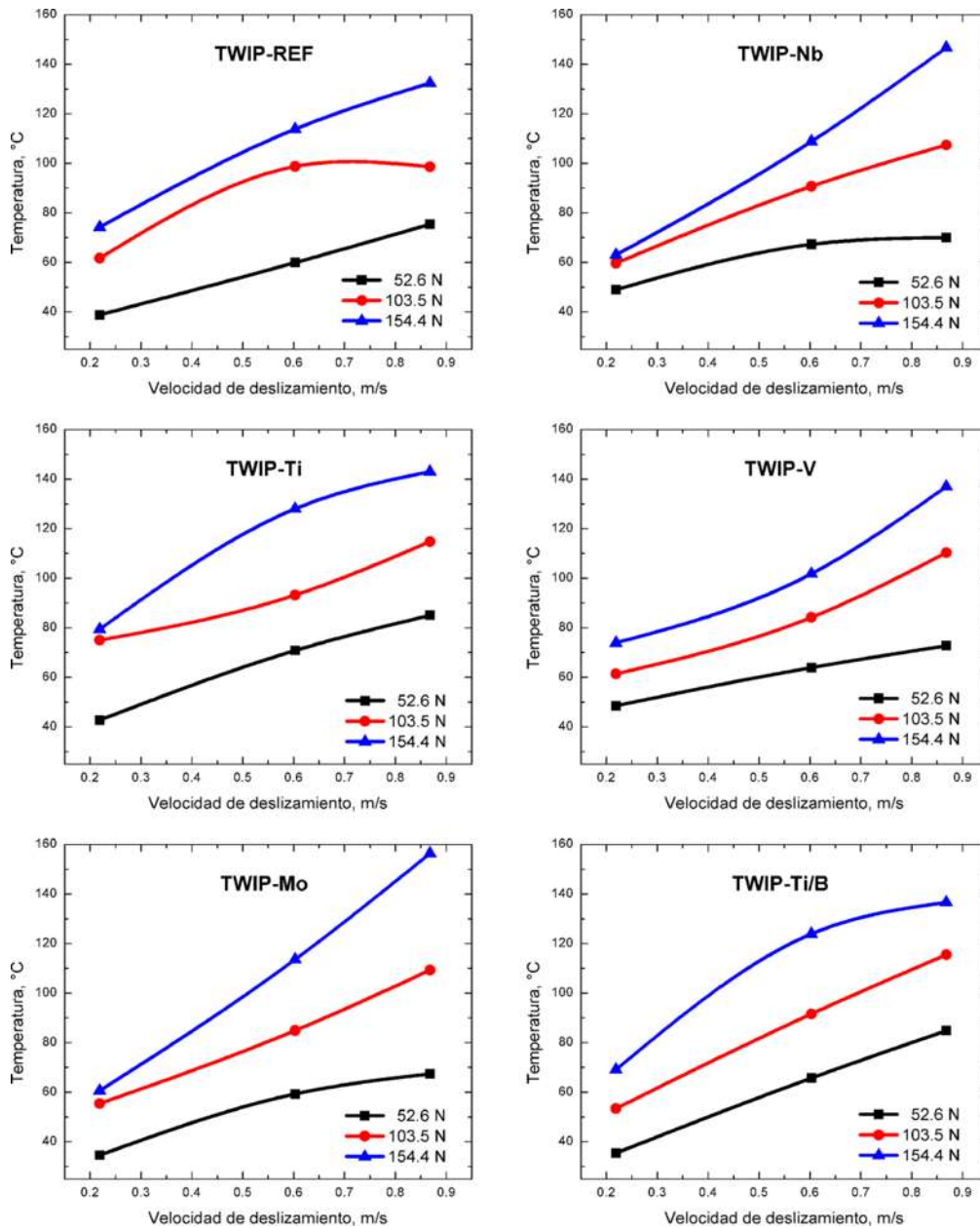


Figura 33. Temperatura promedio superficial vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

Los resultados en la Figura 33 constatan lo mencionado anteriormente, que también la temperatura se incrementa al elevar la velocidad de deslizamiento.

De estos resultados es conveniente mencionar que la temperatura juega un papel importante en el deslizamiento en seco, ya que el calentamiento causado por la fricción en la intercara deslizante durante un ensayo de desgaste, provoca variaciones de las propiedades mecánicas tal y como lo determinó Prasad [79] en sus estudios sobre aleaciones empleadas

para cojinetes, donde muestra cómo existen grandes variaciones en las propiedades mecánicas tales como la dureza, la resistencia tensil y compresiva entre otras, debido al calentamiento causado por la fricción a nivel de la intercara deslizante.

3.3 Caracterización de superficies desgastadas

3.3.1 MEB de superficies desgastadas

Las Figuras 34, 35, 36, 37, 38 y 39, muestran las superficies desgastadas, bajo las diferentes condiciones de carga y velocidad de deslizamiento de los aceros TWIP-REF, TWIP-Nb, TWIP-Ti, TWIP-V, TWIP-Mo y TWIP-Ti/B, respectivamente.

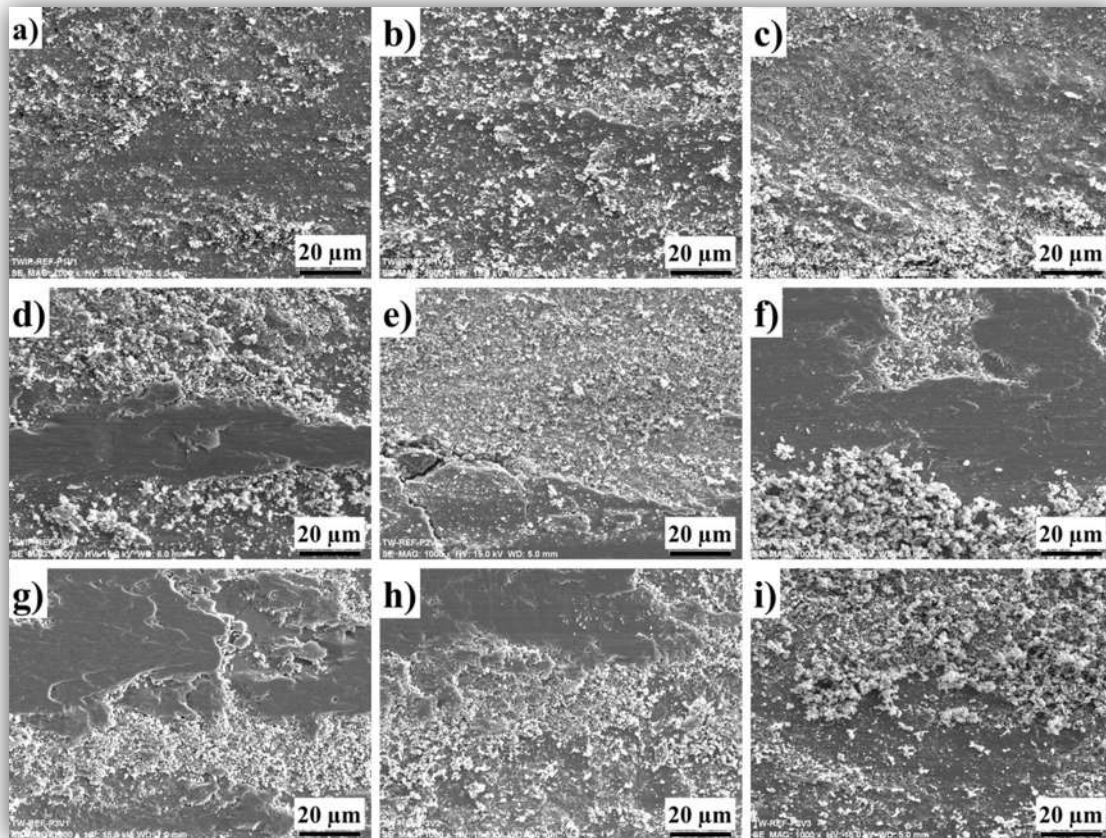


Figura 34. Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-REF, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

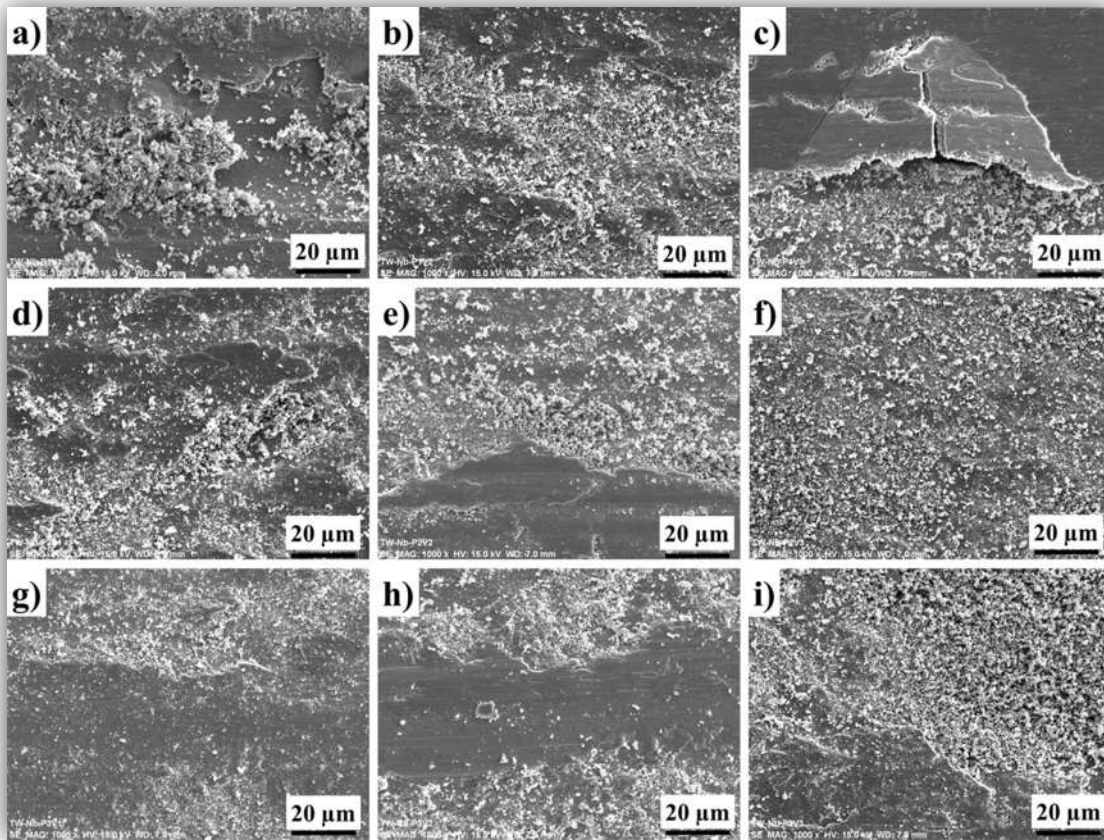


Figura 35. Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Nb, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

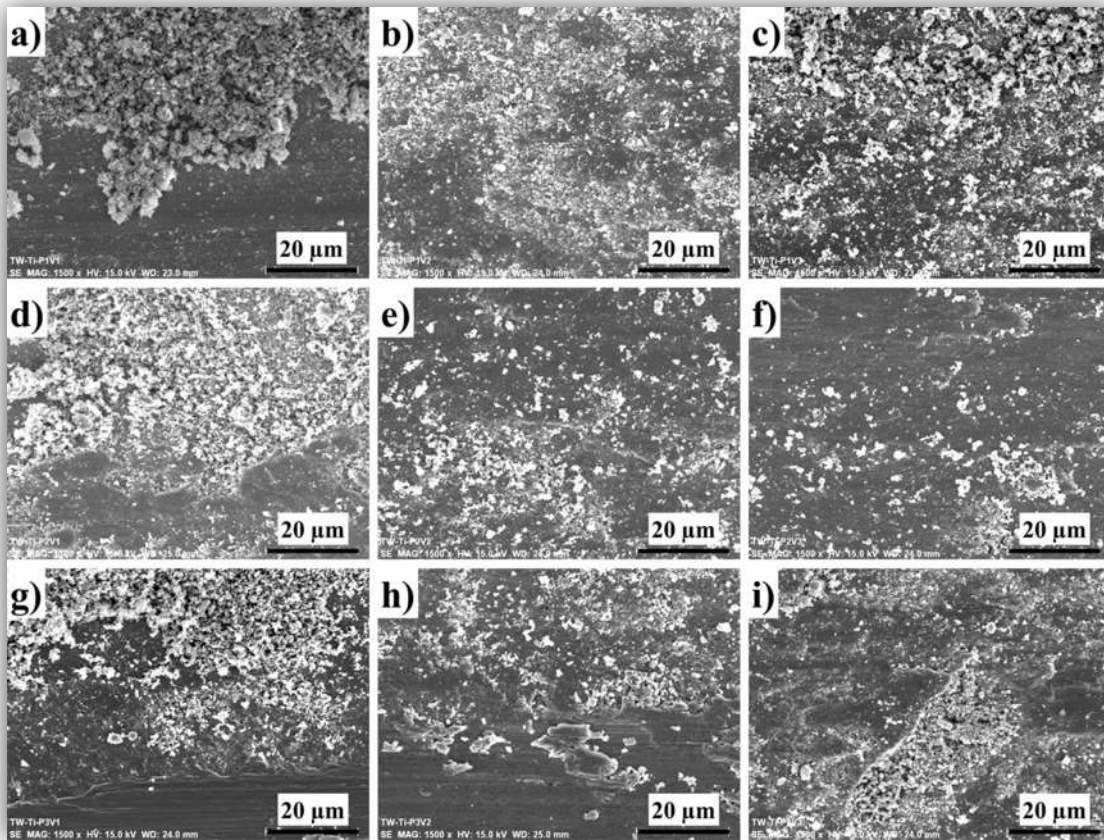


Figura 36. Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

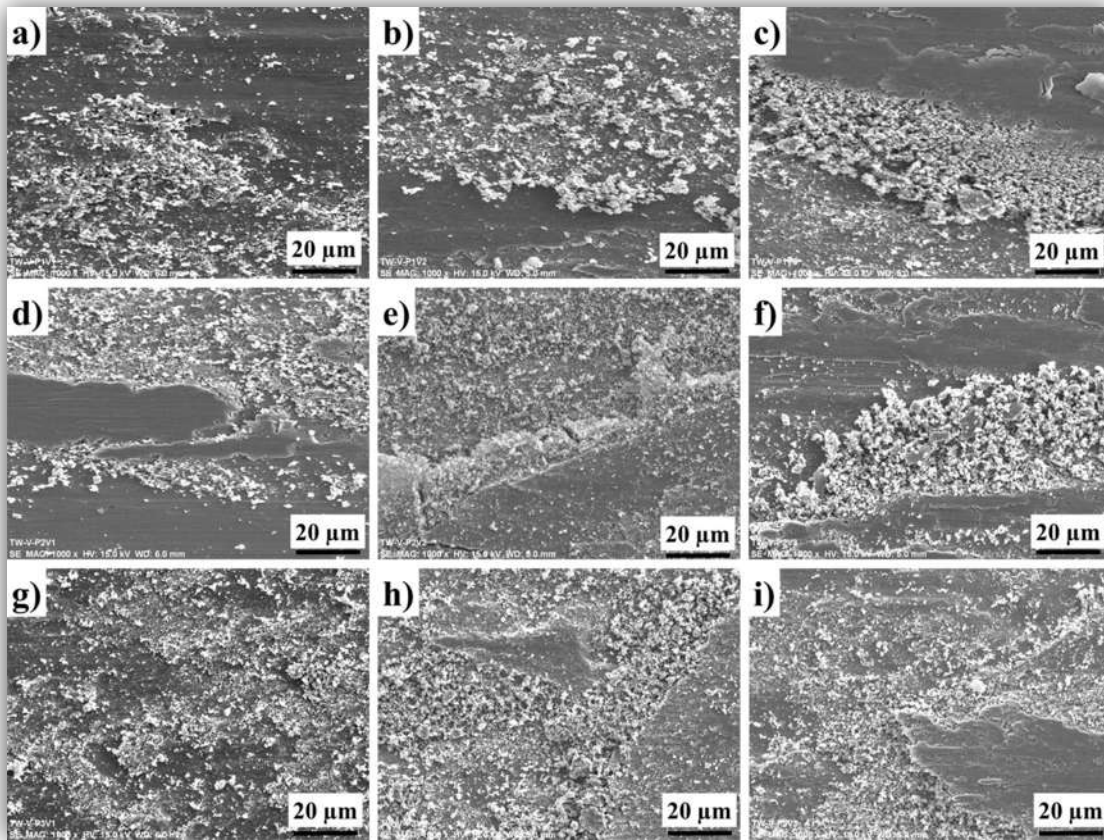


Figura 37. Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-V, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

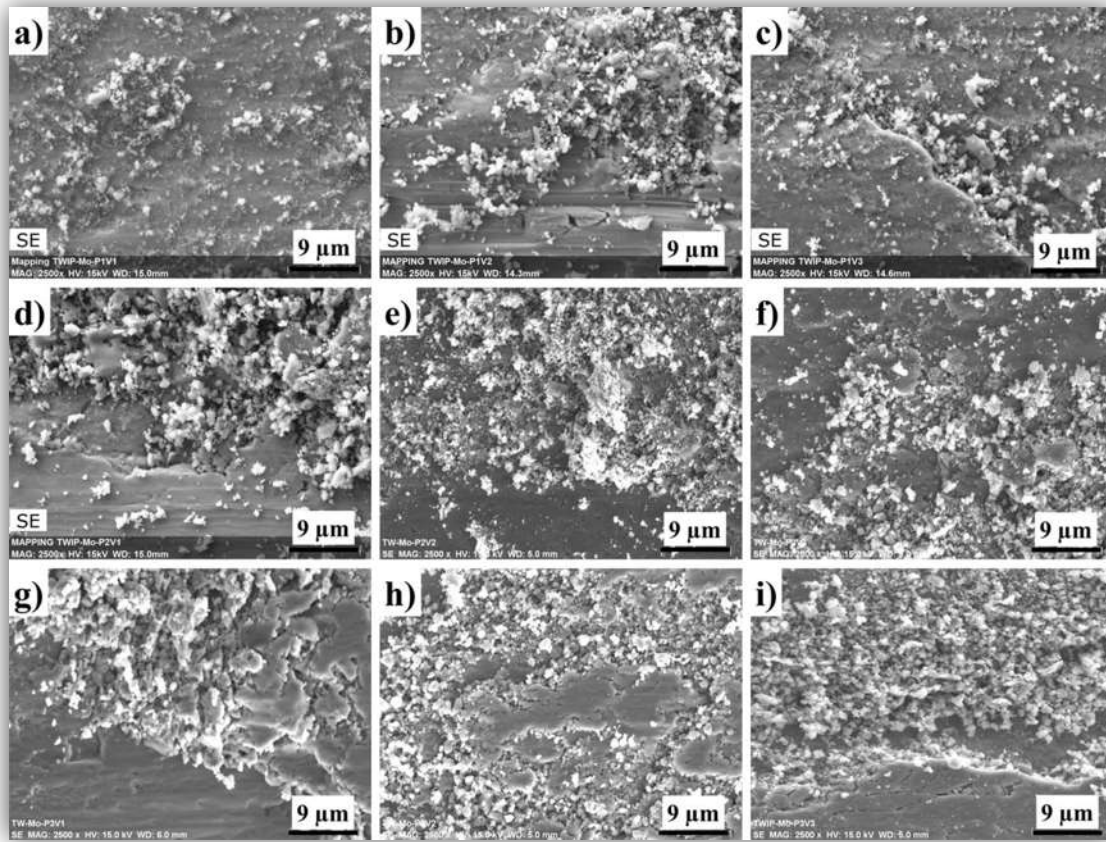


Figura 38. Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Mo, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

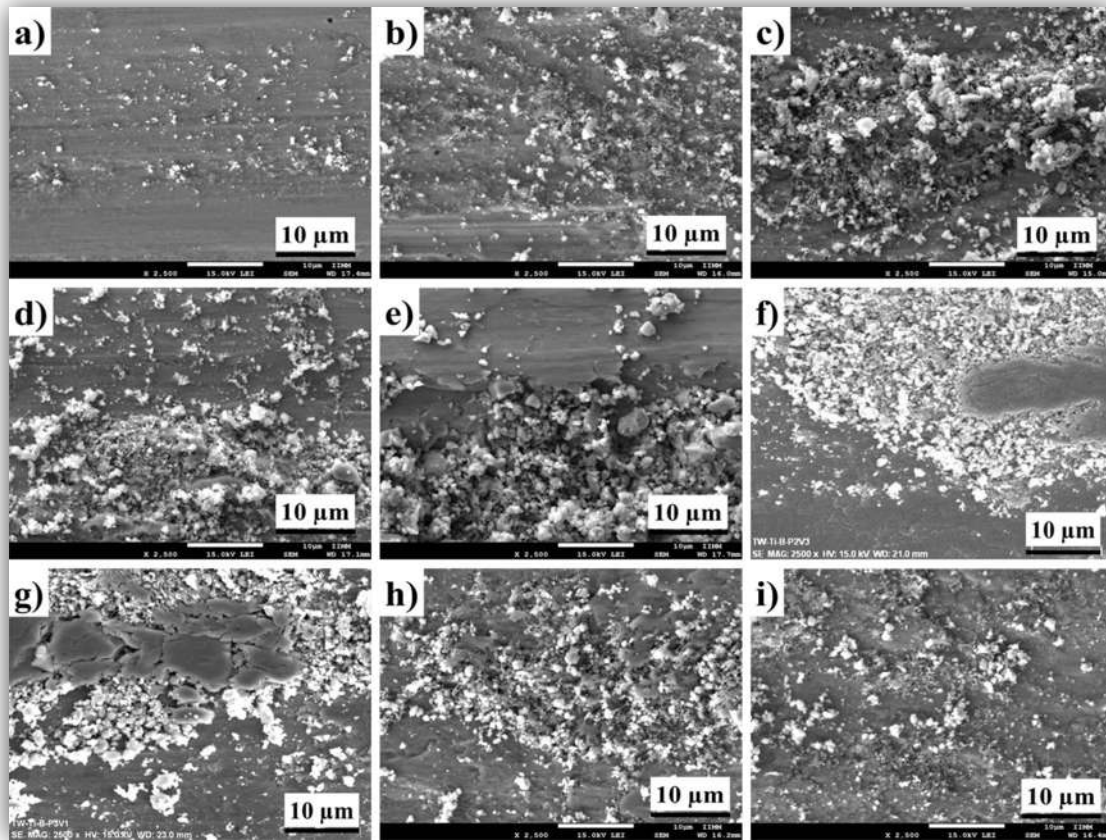


Figura 39. Morfologías de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti/B, después de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

Todas las superficies desgastadas están cubiertas con óxidos, los cuales están distribuidos sobre la superficie. También es de notarse fragmentos de desgaste (debris) cubriendo las superficies desgastadas, los cuales son producto de la desfragmentación de las capas de óxidos, que tienden a compactar y sinterizar conforme se incrementa la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s). De acuerdo con lo anterior, es evidente que bajo las presentes condiciones tribológicas se ha desarrollado un tipo de desgaste oxidacional moderado. Imman y colaboradores [57] reportaron que la compactación de óxidos es producto de las altas temperaturas y cargas aplicadas durante un contacto tribológico, la



cual al incrementarse (nivel de compactación de óxidos), mejora la resistencia al desgaste de las aleaciones metálicas.

De acuerdo a lo mencionado anteriormente, la temperatura durante el contacto friccionante puede superar los 400 °C, lo cual genera que la formación de óxidos se compacten y sirvan como una película protectora contra el desgaste, tal y como se presenta en esta investigación. Resultados generados por Garbar [58] sugieren que un mecanismo de tipo oxidacional, genera un desgaste leve en aleaciones metálicas, tal y como se muestra en la presente investigación.

Por otro lado, Kato [56] determinó que los óxidos formados durante un contacto friccionante, previenen el contacto directo metal-metal, lo que reduce el coeficiente de fricción y mejora la resistencia al desgaste. Resultados similares se presentan en esta investigación.

3.3.2 MEB-EDS de superficies desgastadas

Las Figuras 40, 41, 42, 43, 44 y 45 muestran, mediante microscopía electrónica de barrido, los análisis químicos semicuantitativos (MEB-EDS) de las superficies desgastadas, para los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) bajo estudio, a baja (0.219 m/s) y alta (0.868 m/s) velocidad de deslizamiento.

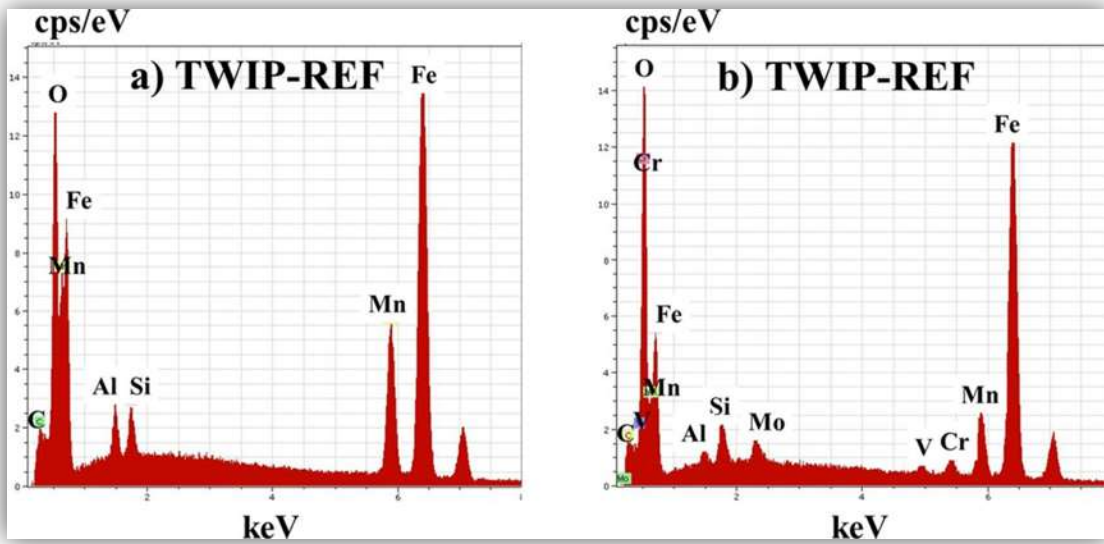


Figura 40. Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-REF. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

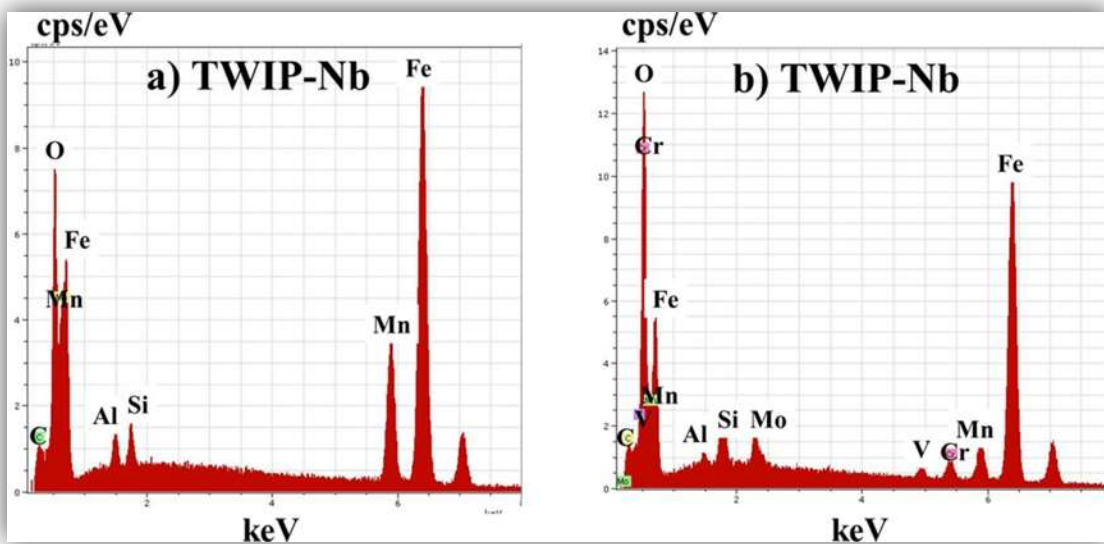


Figura 41. Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Nb. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

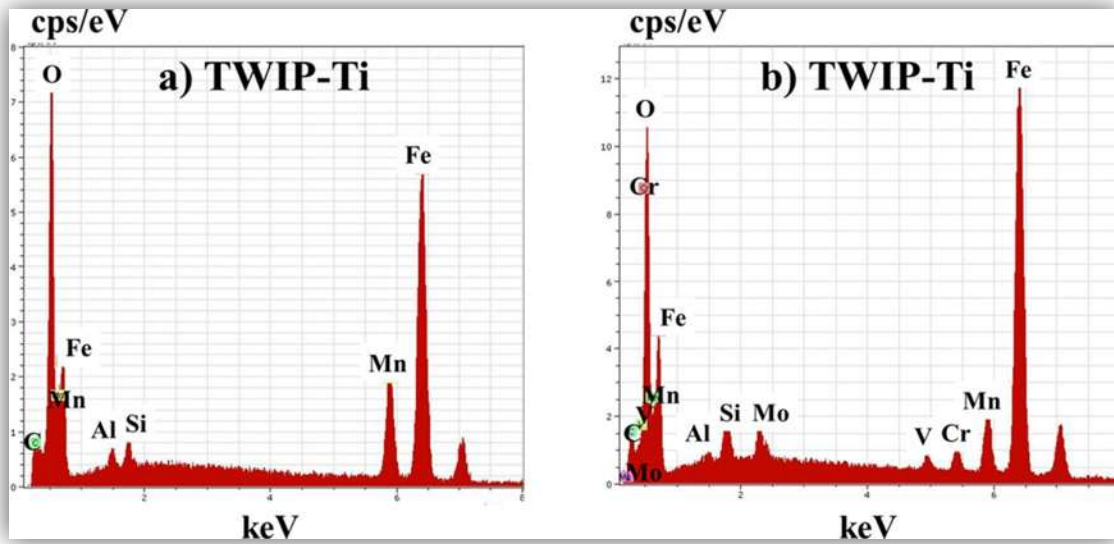


Figura 42. Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Ti. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

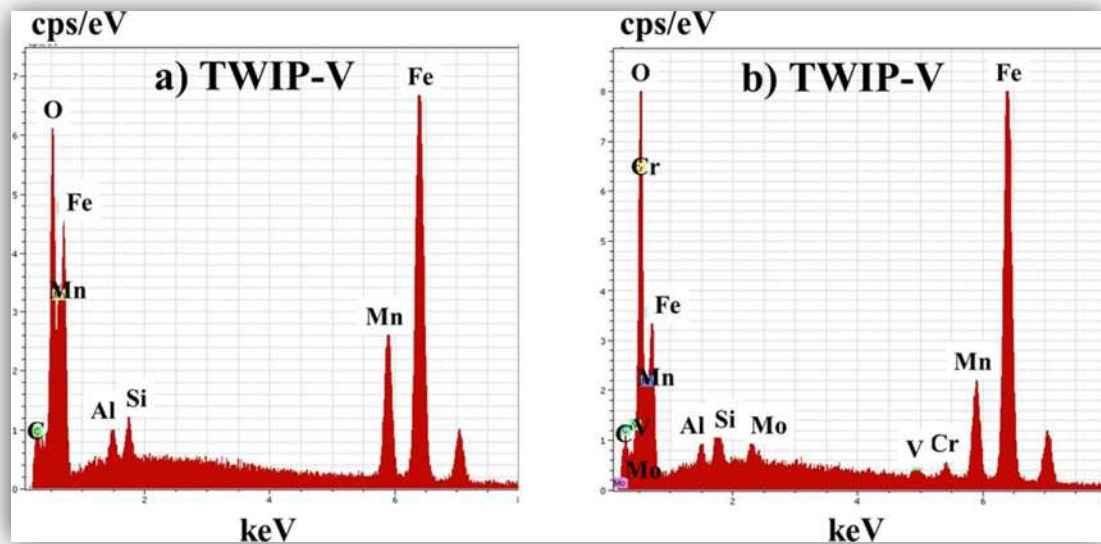


Figura 43. Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-V. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

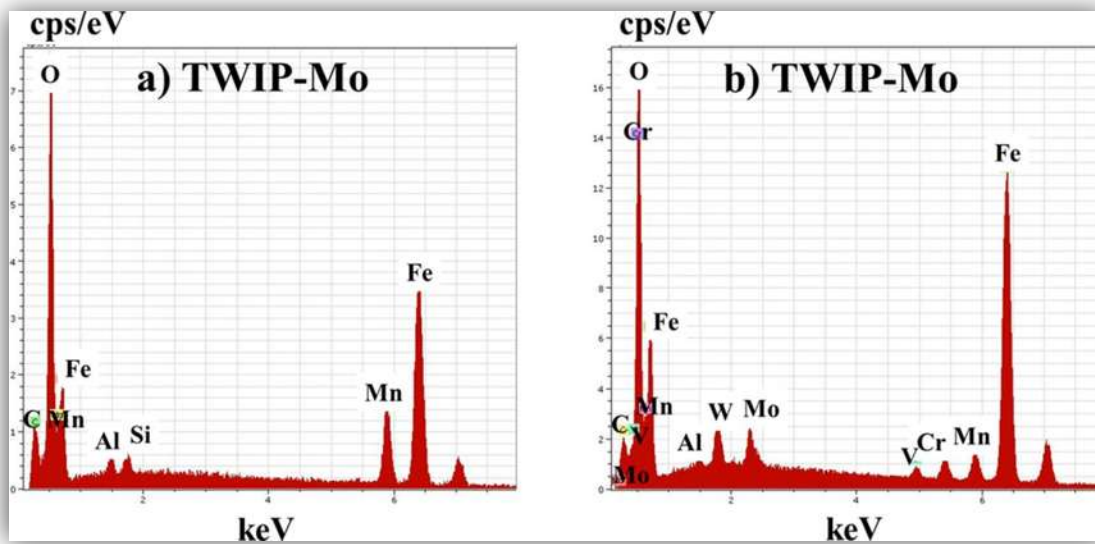


Figura 44. Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Mo. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

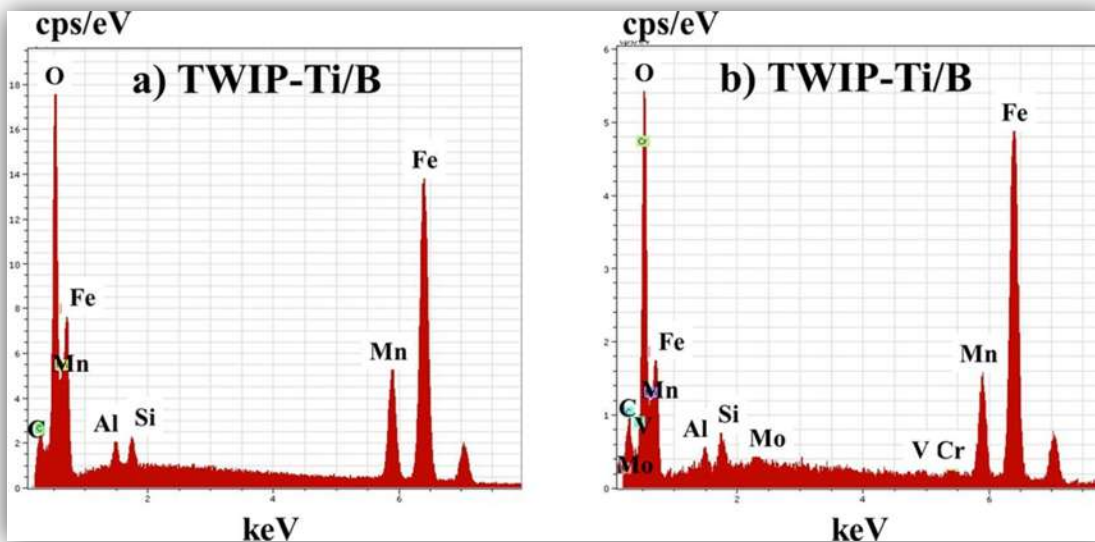


Figura 45. Análisis MEB-EDS de las superficies desgastadas del acero TWIP-Ti/B. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

En los espectros MEB-EDS de las Figuras 40-45 se muestran los diferentes elementos químicos presentes en las superficies desgastadas, en todos los materiales bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), respectivamente. En estas gráficas, se observa alto contenido de oxígeno, el cual se asocia con la formación de óxidos de diferentes



estequiometrías, así como también los elementos característicos de los aceros bajo estudio (Fe, Mn, Al, Si y C).

Lo más relevante a señalar es la detección de elementos que son constituyentes propios de la contracara AISI grado M2 (Mo, W, Cr y V), contra la que se desgastaron los aceros TWIP bajo estudio. En este contexto, se observa que la presencia de los elementos de la contracara, tiende a detectarse a altas cargas (103.5 y 154.4 N) y velocidades de deslizamiento (0.603 y 0.868 m/s), lo cual sugiere que otro mecanismo también se encuentra actuando como resultado del contacto tribológico, el cual es producto de la degradación de la rueda AISI grado M2, es decir, adhesión de la contracara hacia la superficie de contacto, debido a las altas temperaturas generadas al incrementarse la carga y velocidad de deslizamiento, lo cual contribuye de manera positiva a la resistencia al desgaste, ya que la adhesión de estas partículas hacia la superficie de contacto, actúa como un lubricante adicional, a parte de la capa de óxido que se forma. Esta tendencia se observa de manera repetitiva, en todos los materiales bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

3.3.3 DRX de las superficies desgastadas

Las Figuras 46, 47, 48, 49, 50 y 51 muestran los resultados de los análisis de difracción de rayos-X (DRX) para las superficies desgastadas, de los materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), respectivamente, bajo condiciones de deslizamiento en seco.

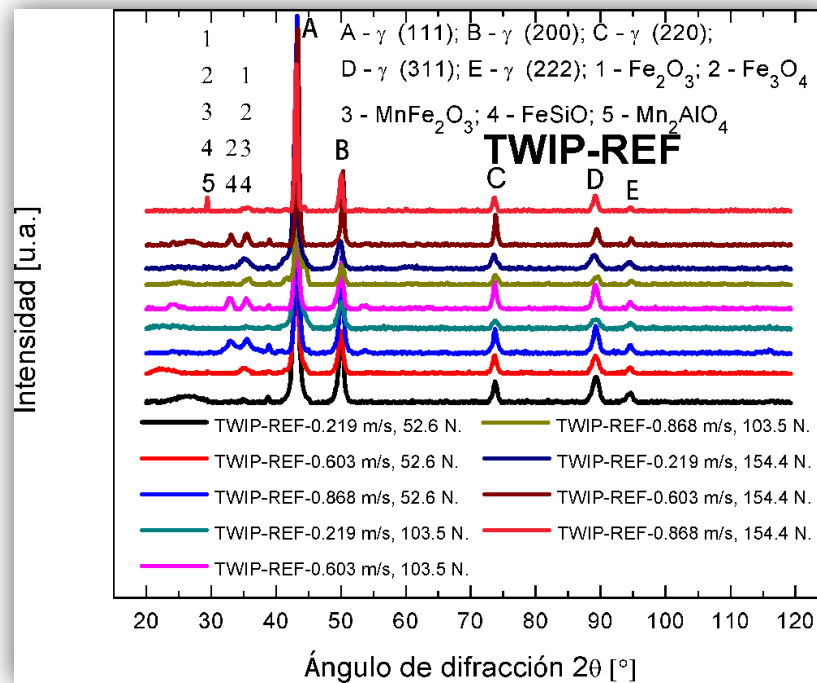


Figura 46. Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-REF, bajo deslizamiento en seco.

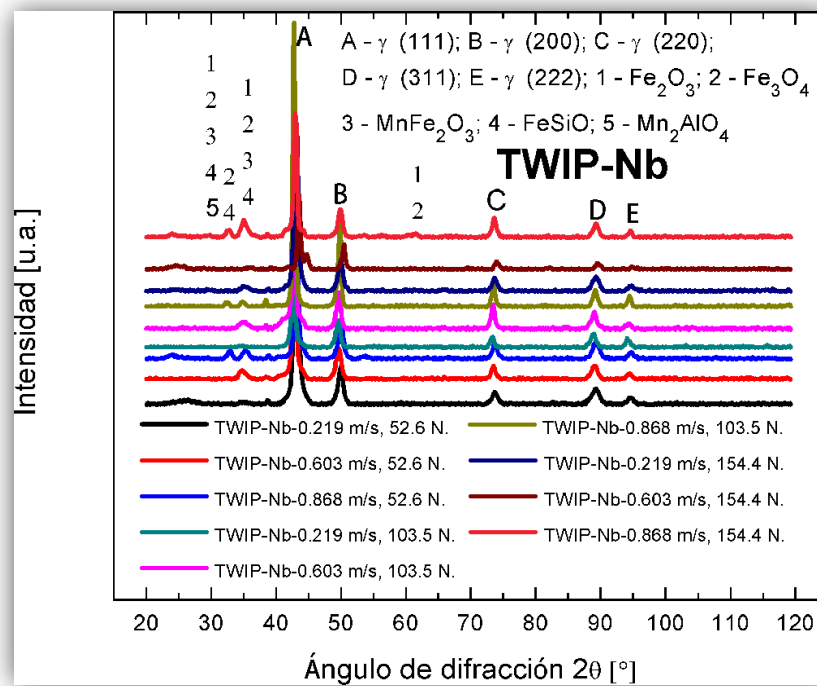


Figura 47. Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Nb, bajo deslizamiento en seco.

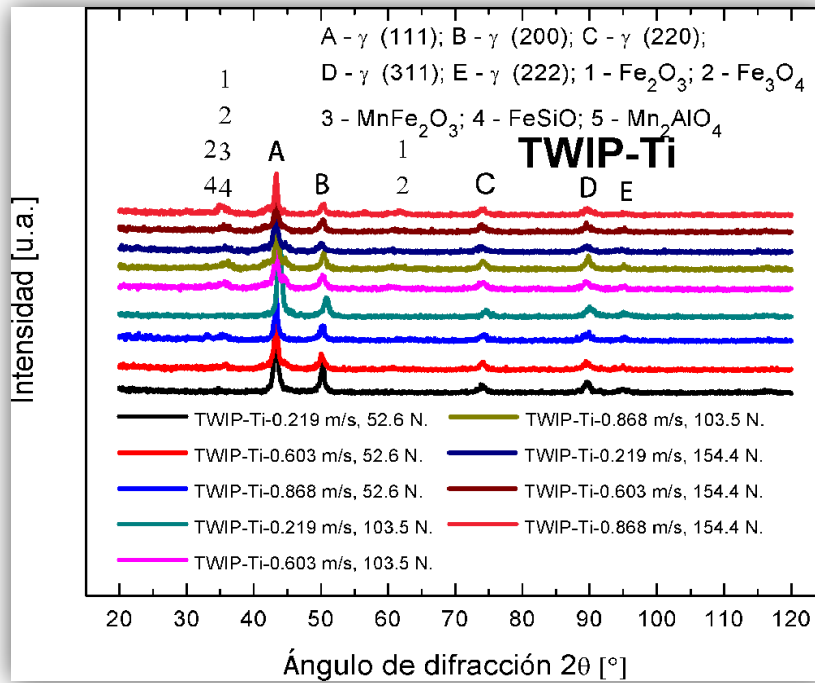


Figura 48. Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti, bajo deslizamiento en seco.

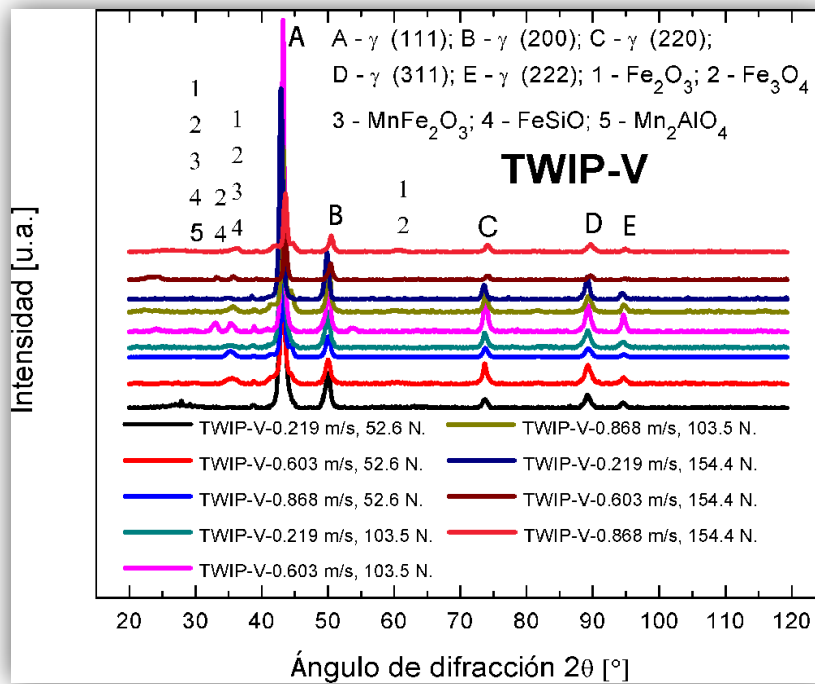


Figura 49. Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-V, bajo deslizamiento en seco.

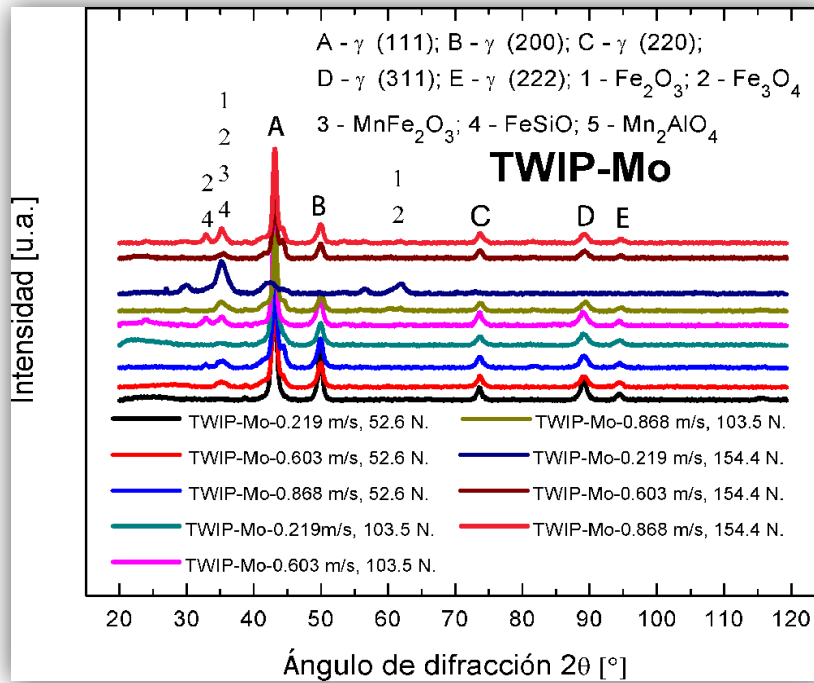


Figura 50. Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Mo, bajo deslizamiento en seco.

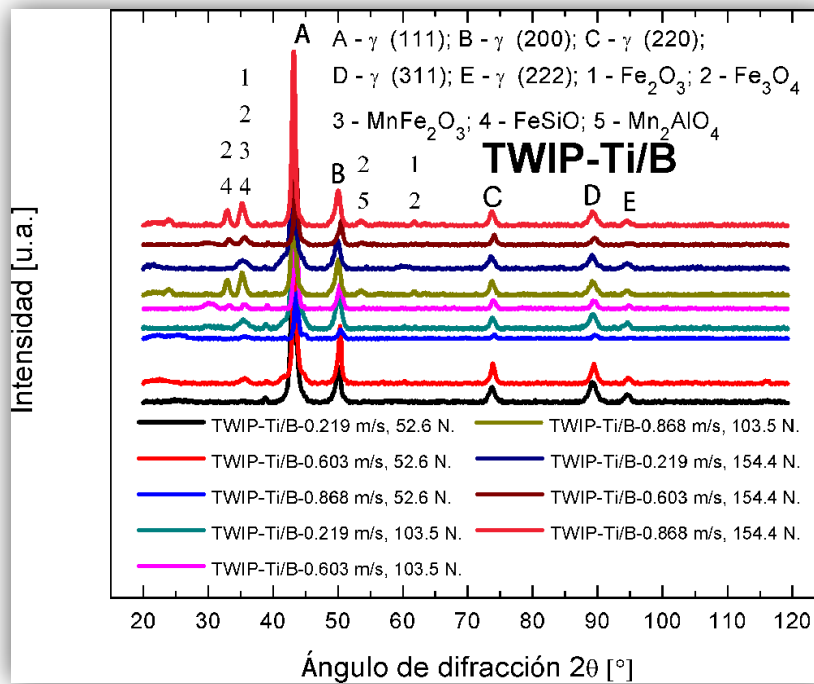


Figura 51. Difracción de rayos-X de las superficies desgastadas para el acero TWIP-Ti/B, bajo deslizamiento en seco.



Como se puede observar a partir de los difractogramas obtenidos, las fases presentes consisten principalmente de una mezcla de óxidos de hierro: magnetita (Fe_3O_4) y hematita (Fe_2O_3), característicos de aceros base hierro, y donde también, pero en menor proporción, se encontró una mezcla de diversos óxidos complejos: MnFe_2O_3 , FeSiO y Mn_2AlO_4 , los cuales se formaron por los altos contenidos de Mn, Si y Al presentes en los aceros TWIP bajo estudio [2, 83]. Por otro lado, también es evidente la presencia de la fase austenita (FCC), la cual es una característica de este tipo de materiales, donde también se puede corroborar, que no existe transformaciones de fase de la austenita del material durante el contacto tribológico.

3.4 Caracterización de los fragmentos de desgaste

3.4.1 MEB de los fragmentos de desgaste

Las Figuras 52, 53, 54, 55, 56 y 57, muestran los fragmentos de desgaste para todos los materiales bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

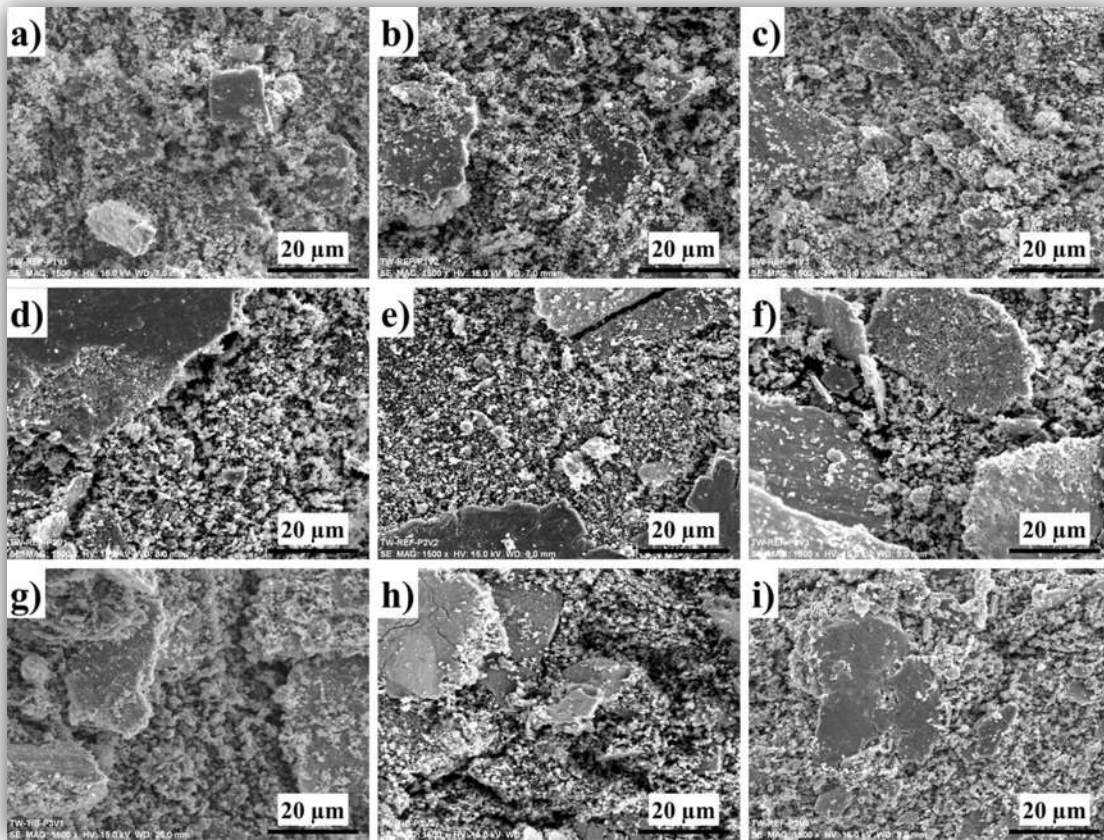


Figura 52. Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-REF, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

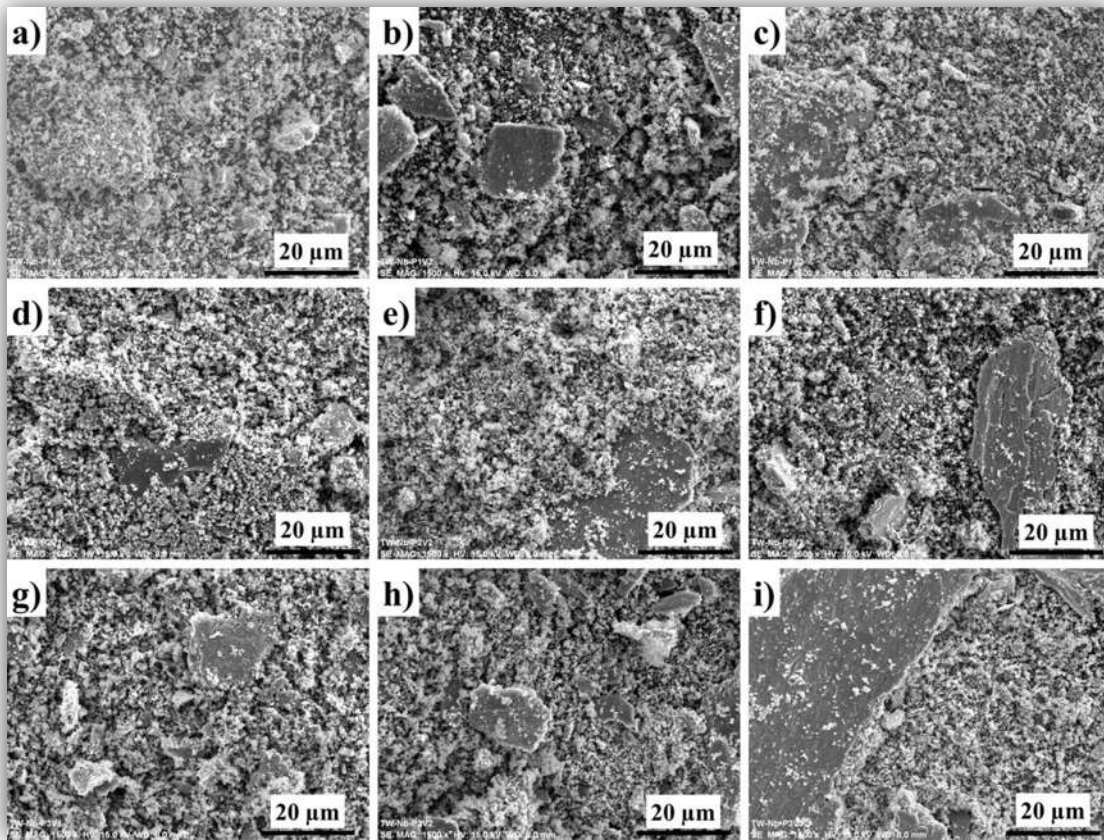


Figura 53. Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Nb, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

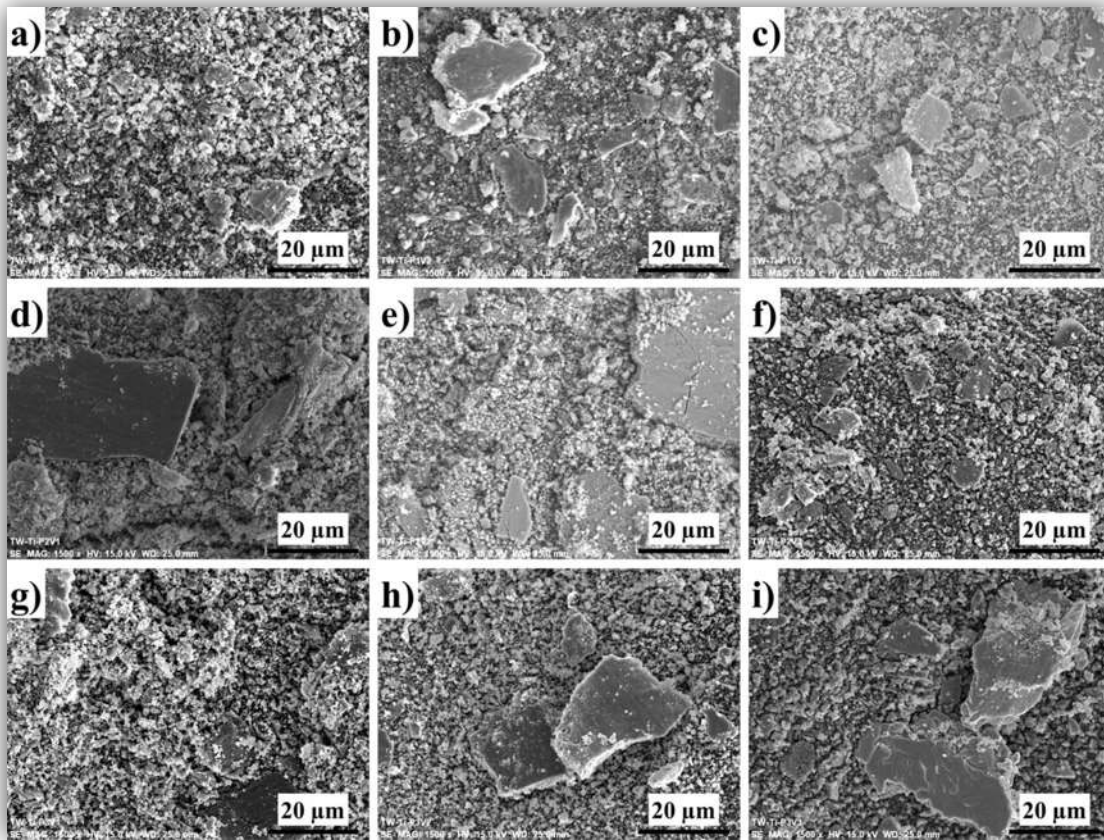


Figura 54. Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

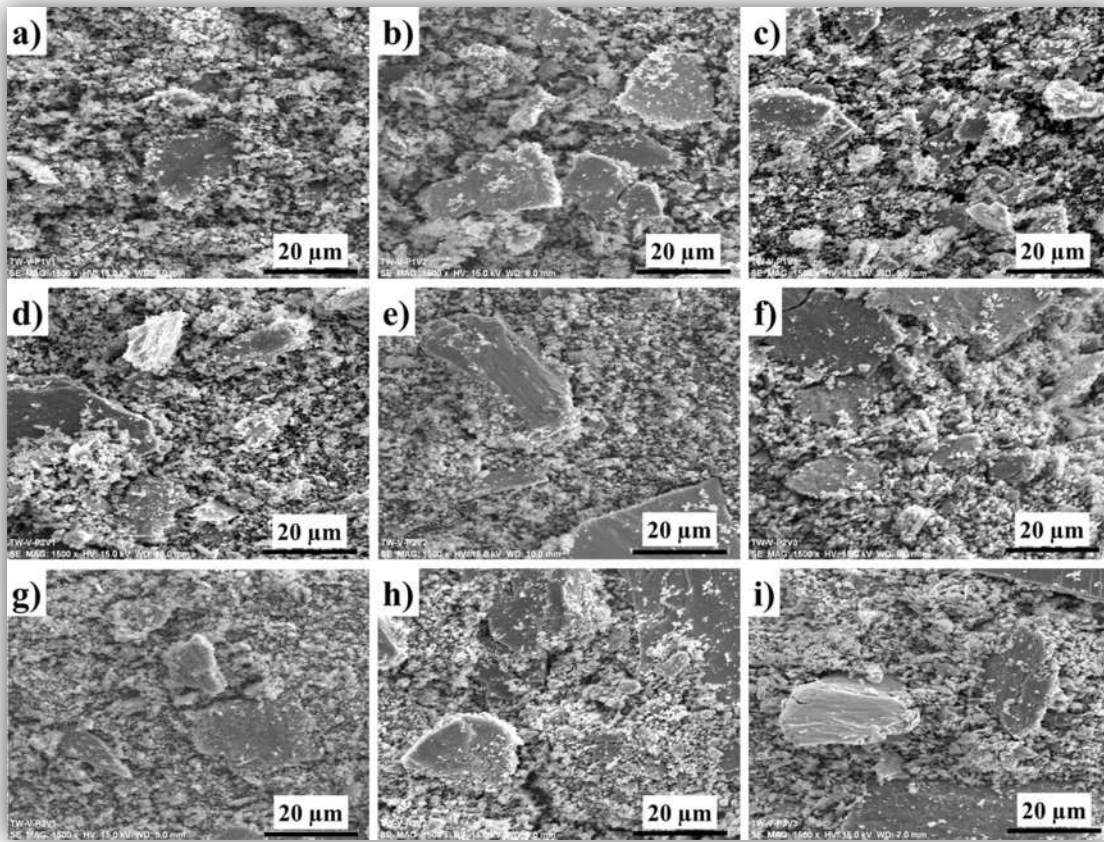


Figura 55. Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-V, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

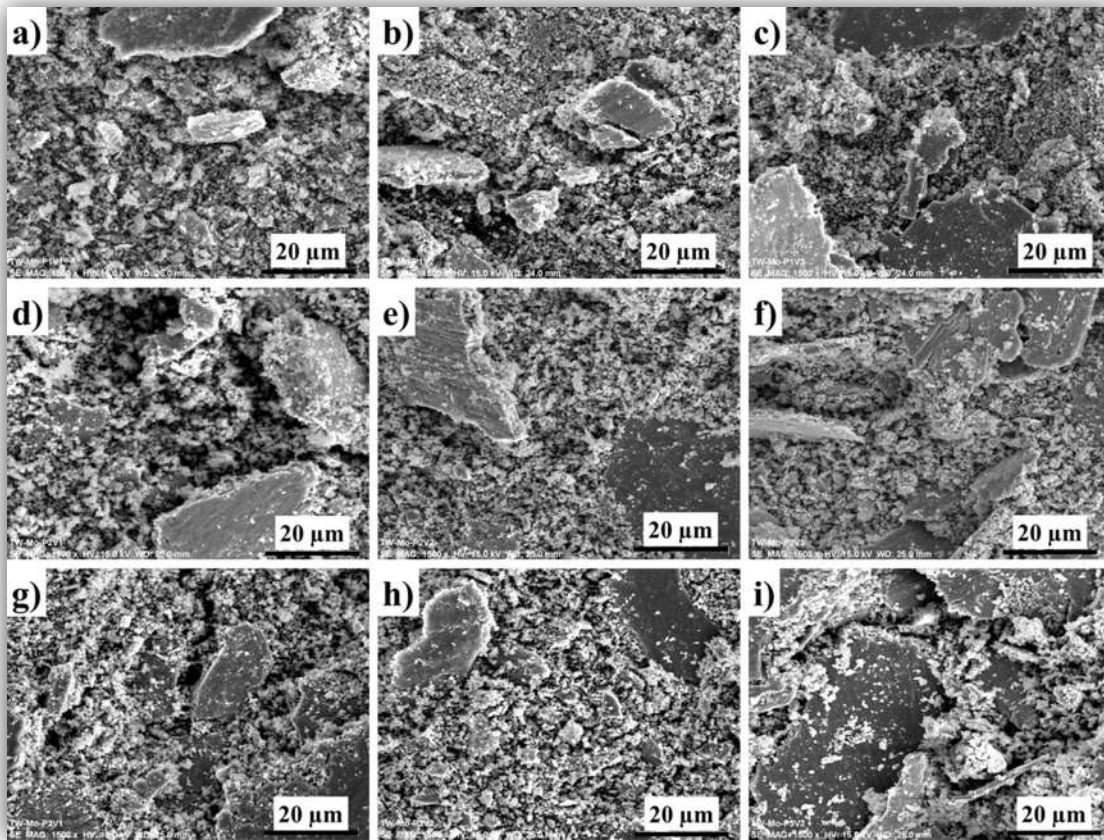


Figura 56. Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Mo, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

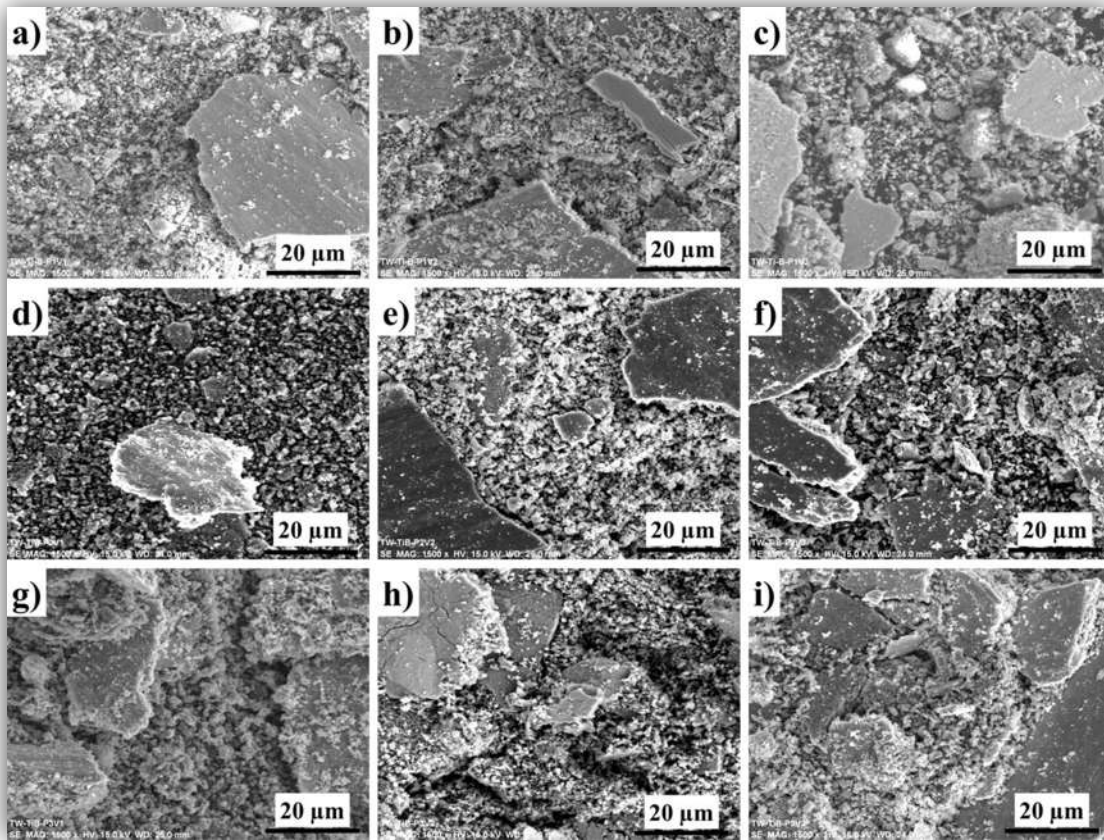


Figura 57. Fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, producto de las diferentes condiciones de desgaste por deslizamiento en seco. (a) 52.6 N y 0.219 m/s, (b) 52.6 N y 0.603 m/s, (c) 52.6 N y 0.868 m/s, (d) 103.5 N y 0.219 m/s, (e) 103.5 N y 0.603 m/s, (f) 103.5 N y 0.868 m/s, (g) 154.4 N y 0.219 m/s, (h) 154.4 N y 0.603 m/s, y (i) 154.4 N y 0.868 m/s.

Como puede apreciarse en las Figuras 52-57, los fragmentos de desgaste consisten de una mezcla de óxidos aglomerados y algunas finas partículas metálicas. En este caso, la formación de óxidos aglomerados y compactos es resultado del mecanismo de desgaste “oxidativo”, que es el predominante, bajo las condiciones presentadas en esta investigación. En este sentido, Hutchings [84] sugiere que cuando se genera una aglomeración de partículas de óxidos, se genera una transición de desgaste severo a moderado, tal y como sucede en la presente investigación.

Además, es importante señalar que una gran cantidad de partículas finas de óxidos y baja cantidad de óxidos aglomerados se detectaron a velocidades de deslizamiento bajas (0.219 m/s) y carga baja (52.6 N), lo que sugiere poca estabilidad de los óxidos formados bajo

estas condiciones. Por otro lado, a velocidades de deslizamiento medias (0.603 m/s) y altas (0.868 m/s), así como cargas medias (103.5 N) y altas (154.4 N), que es donde la resistencia al desgaste mejora, se observan placas de óxidos aglomerados de mayor tamaño que los encontrados a velocidades bajas de deslizamiento, lo que sugiere un mayor grado de estabilidad de la capa de óxido que se forma bajo estas condiciones.

3.4.2 MEB-EDS de los fragmentos de desgaste

Las Figuras 58-63 muestran, mediante microscopía electrónica de barrido, los análisis químicos semicuantitativos (MEB-EDS) de los fragmentos de desgaste, para los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) bajo estudio, a baja (0.219 m/s) y alta (0.868 m/s) velocidad de deslizamiento.

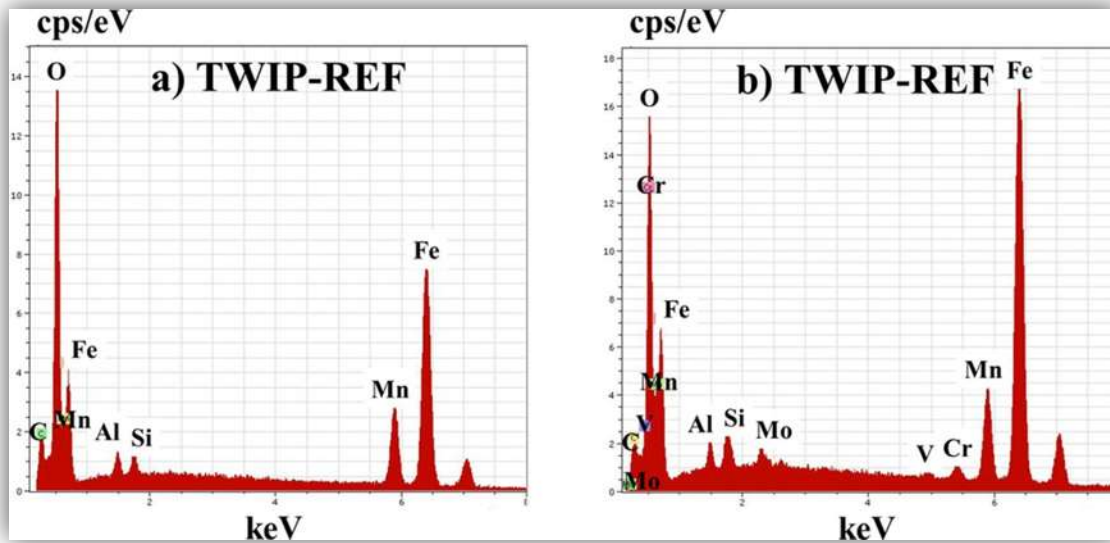


Figura 58. Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-REF. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

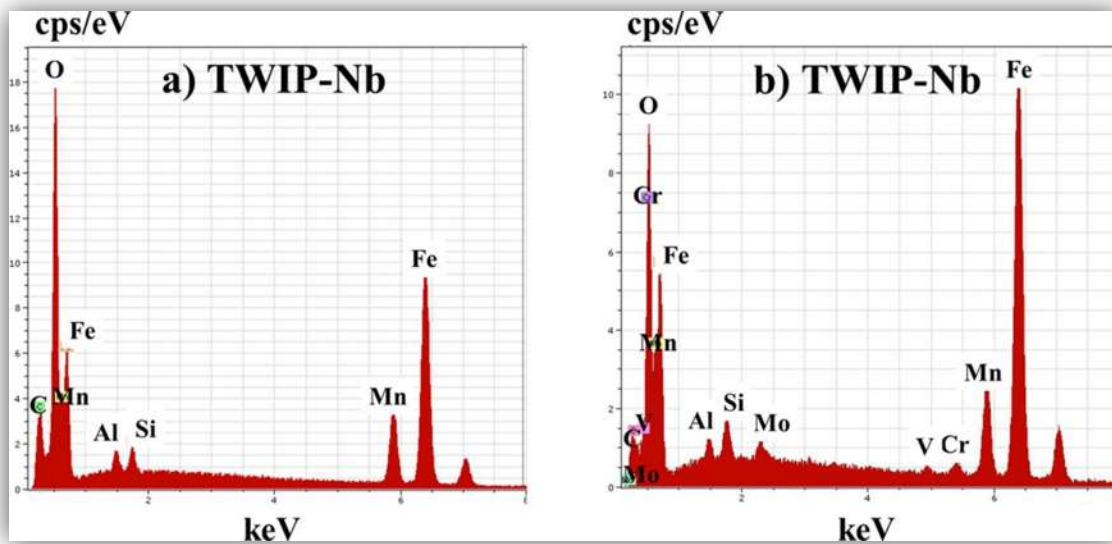


Figura 59. Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Nb. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

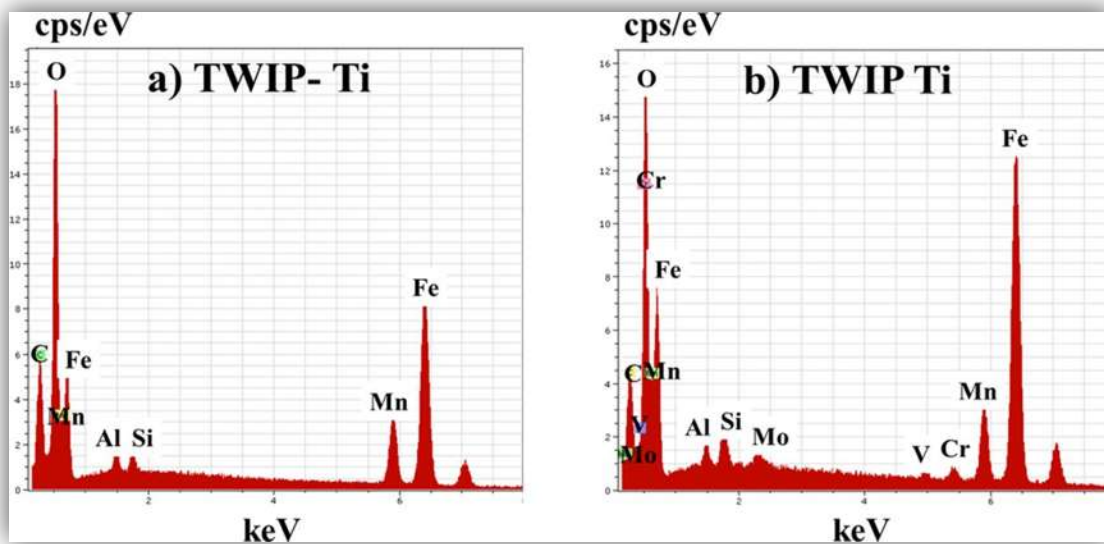


Figura 60. Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Ti. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

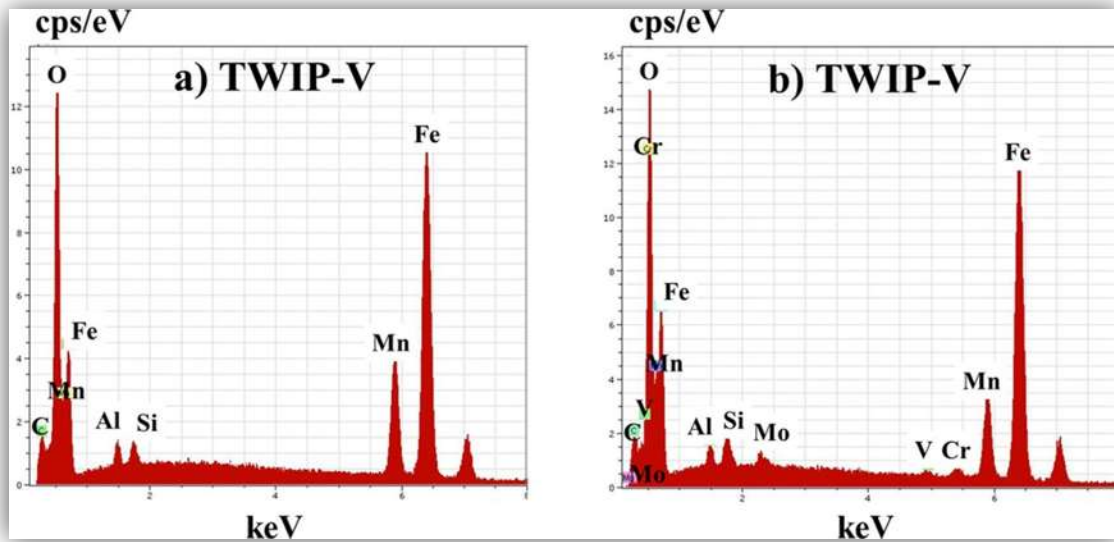


Figura 61. Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-V. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

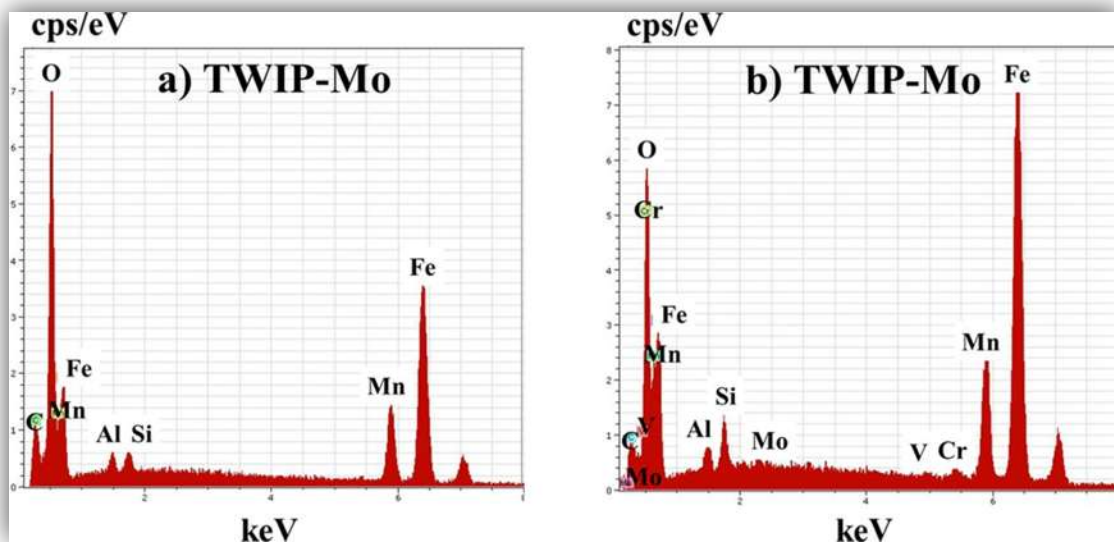


Figura 62. Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Mo. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

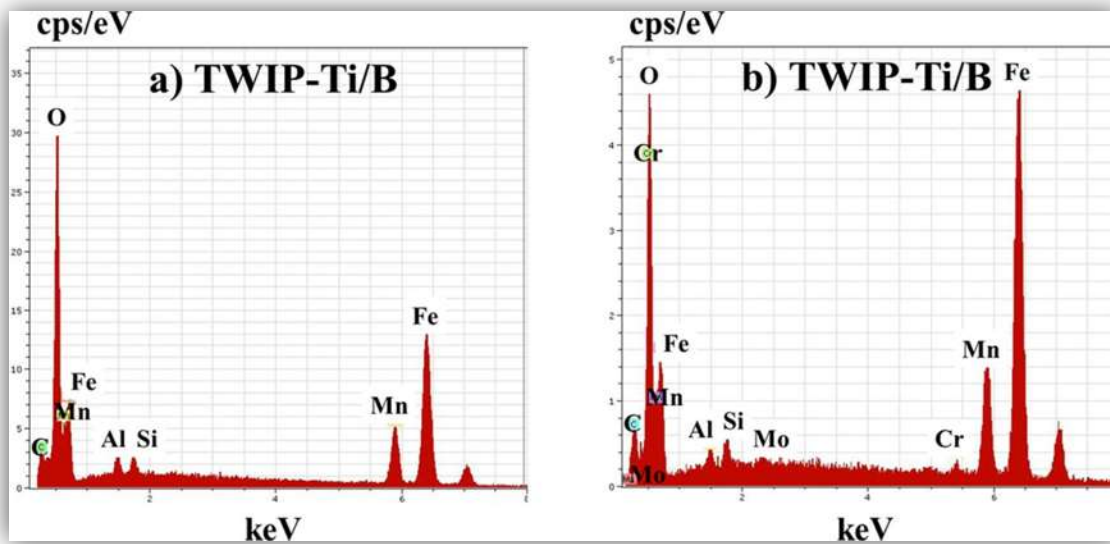


Figura 63. Análisis MEB-EDS de los fragmentos de desgaste del acero TWIP-Ti/B. (a) 0.219 m/s y 52.6 N, (b) 0.868 m/s y 154.4 N.

En estas gráficas, al igual que lo reportado en las superficies de desgaste, se observa alto contenido de oxígeno, que como ya se mencionó sugiere formación de óxidos y además transferencia de elementos de la contracara hacia la interfaz en contacto.

Por otro lado, también es importante mencionar que la transferencia de estos elementos propios de la contracara (Mo, W, Cr y V), a altas cargas (103.5 y 154.4 N) y velocidades de deslizamiento (0.603 y 0.868 m/s), sugiere cierto grado de adhesión de los elementos mencionados (Mo, W, Cr y V) hacia los óxidos que se forman, debido a las altas temperaturas generadas (arriba de 450 °C), y que posteriormente se desprenden durante el proceso, para terminar como parte de los fragmentos de desgaste. Como se mencionó anteriormente, contribuye de manera positiva a la resistencia al desgaste, ya que las partículas formadas se adhieren a la superficie en contacto, actuando como un lubricante adicional, en adición con la capa de óxido que se forma y que después salen del sistema junto a los fragmentos de desgaste, ratificando a la adhesión como otro mecanismo importante durante el deslizamiento en seco de los aceros TWIP bajo estudio.

3.4.3 DRX de los fragmentos de desgaste

Las Figuras 64-69 muestran los resultados de difracción de rayos-X (DRX) de los fragmentos de desgaste de los materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), respectivamente, bajo condiciones de deslizamiento en seco.

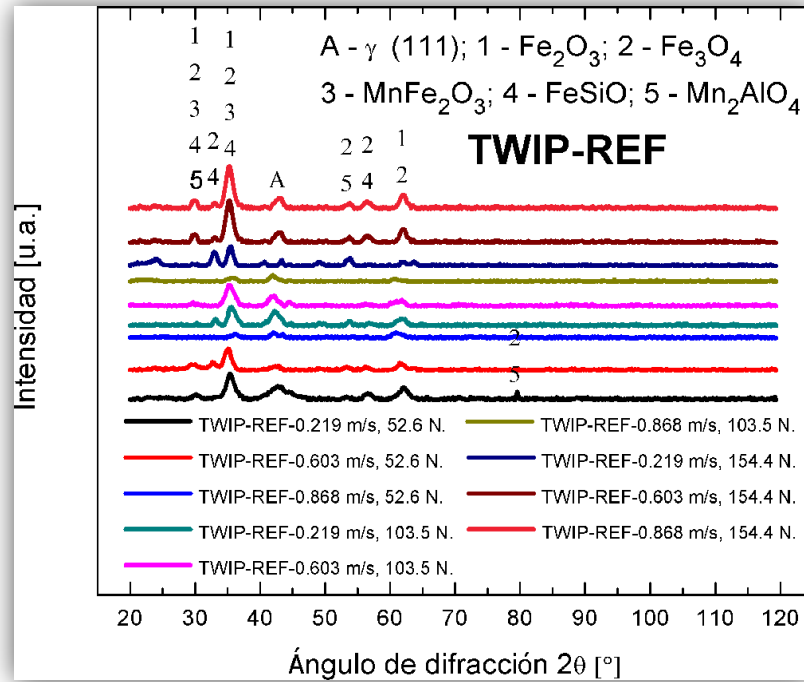


Figura 64. Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-REF, bajo deslizamiento en seco.

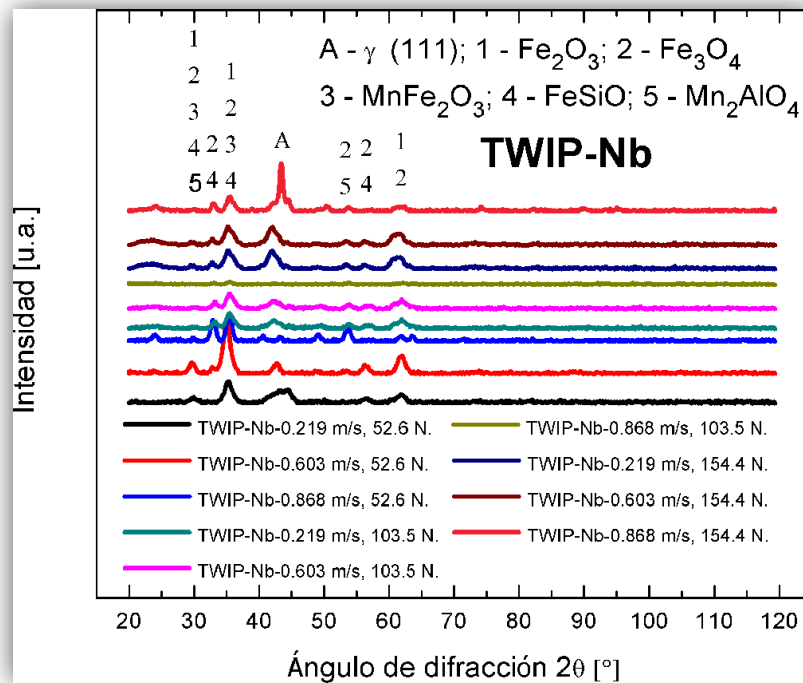


Figura 65. Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Nb, bajo deslizamiento en seco.

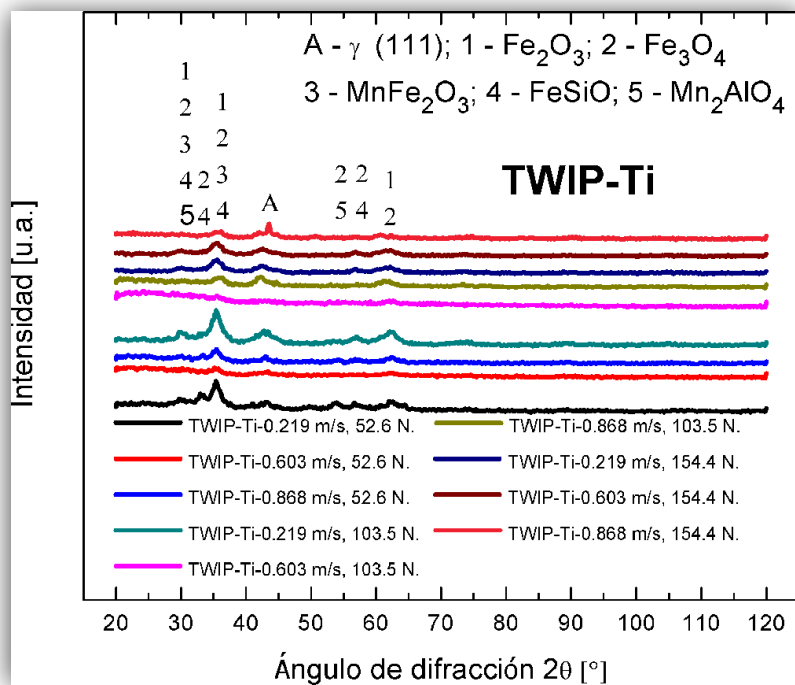


Figura 66. Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti, bajo deslizamiento en seco.

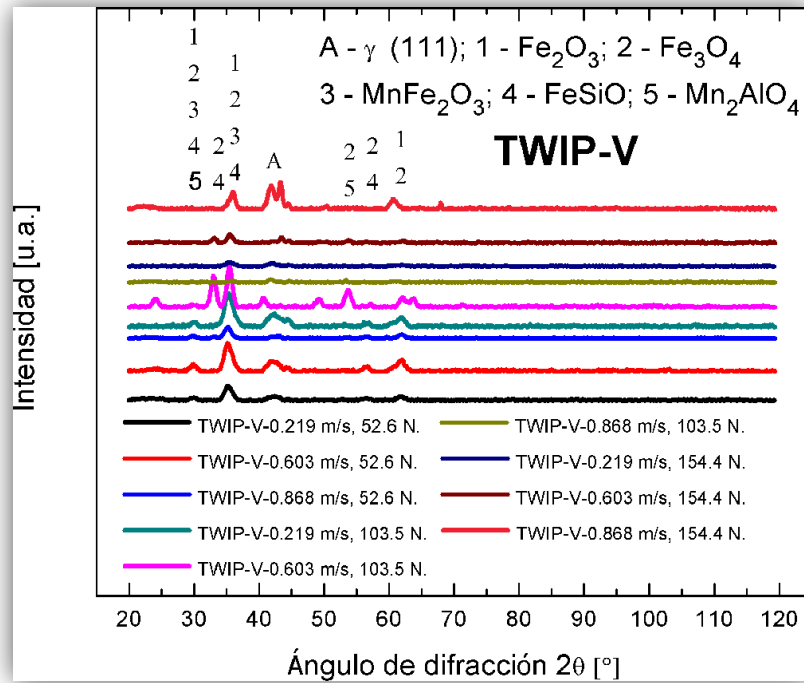


Figura 67. Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-V, bajo deslizamiento en seco.

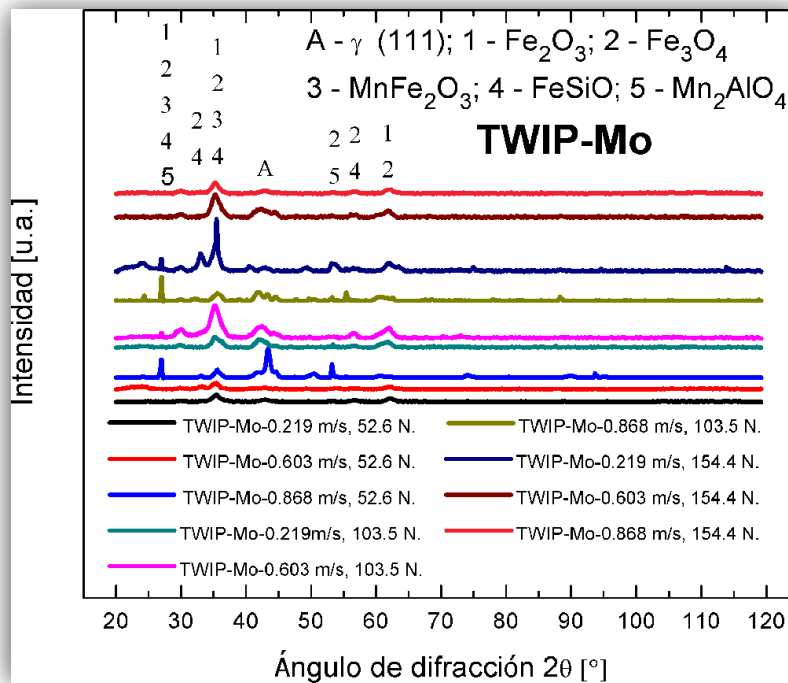


Figura 68. Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Mo, bajo deslizamiento en seco.

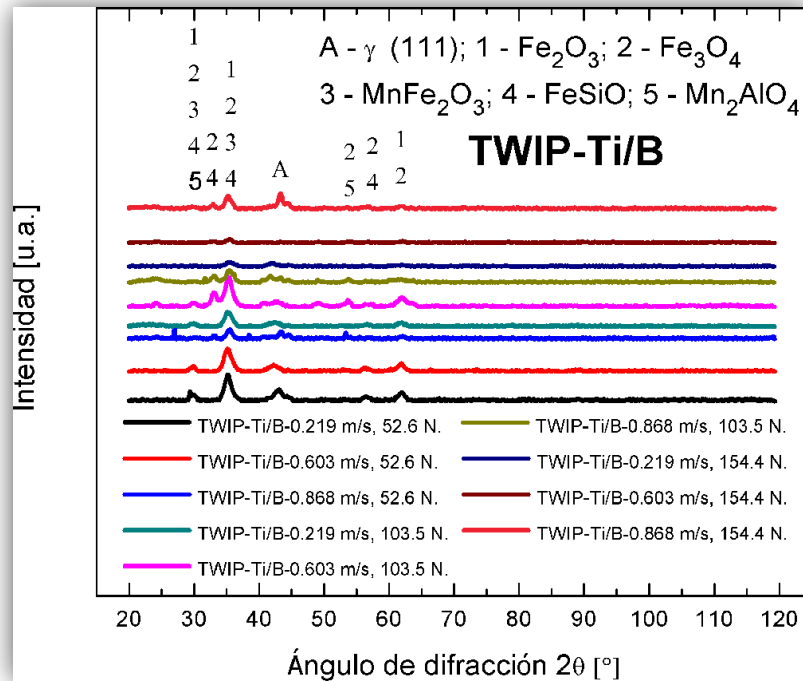


Figura 69. Difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, bajo deslizamiento en seco.

Las fases presentes en los fragmentos de desgaste consisten principalmente de magnetita (Fe_3O_4) y hematita (Fe_2O_3); y en menor proporción diversos óxidos complejos: MnFe_2O_3 , FeSiO y Mn_2AlO_4 , los cuales se formaron por los altos contenidos de Mn, Si y Al presentes en los aceros TWIP bajo estudio [2, 83]. Por otro lado, también es evidente la presencia de la fase austenita (FCC) en los fragmentos de desgaste, lo que sugiere que partículas del material base se desprendieron durante los ensayos de desgaste, que como se viene mencionando, se debe al mecanismo de adhesión que se presenta por las altas temperaturas generadas (arriba de $450\text{ }^\circ\text{C}$) al incrementar la velocidad de deslizamiento ($0.219 - 0.868\text{ m/s}$), y que promueven la adhesión del material base junto a los óxidos que se forman, para después salir del sistema en forma de fragmentos de desgaste.

Es importante señalar la presencia de la magnetita (Fe_3O_4), como óxido principal responsable de la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio (de tono negruzco y características magnéticas, Figura 70). En este sentido, Sakrani y colaboradores [76] demostraron que la magnetita (Fe_3O_4) es el principal óxido protector contra el desgaste en

aleaciones metálicas, lo cual está completamente en concordancia con los resultados obtenidos en la presente tesis.



Figura 70. Imagen que muestra la tonalidad negruzca y características magnéticas de los fragmentos de desgaste.

Además es importante señalar que para que la magnetita (Fe_3O_4) se forme, temperaturas entre 200 y 570 °C tuvieron que haberse generado durante el contacto tribológico [76].

3.5 Caracterización de la capa de óxido

3.5.1 Recubrimiento Ni-P

Las Figuras 71 y 72 muestran análisis MEB-Line scan, los cuales se utilizaron para poder determinar el espesor de óxido que se forma durante las diferentes condiciones de ensayo. Como ejemplo representativo de todas las condiciones y materiales, se muestran barridos para el acero TWIP-REF y TWIP-Ti, a baja velocidad de deslizamiento y carga (0.219 m/s

y 52.6 N) (Figs. 64a, b y 65a, b), así como a alta velocidad de deslizamiento y carga (0.868 m/s y 154.4 N) (Figs. 64c, d y 65c, d), respectivamente.

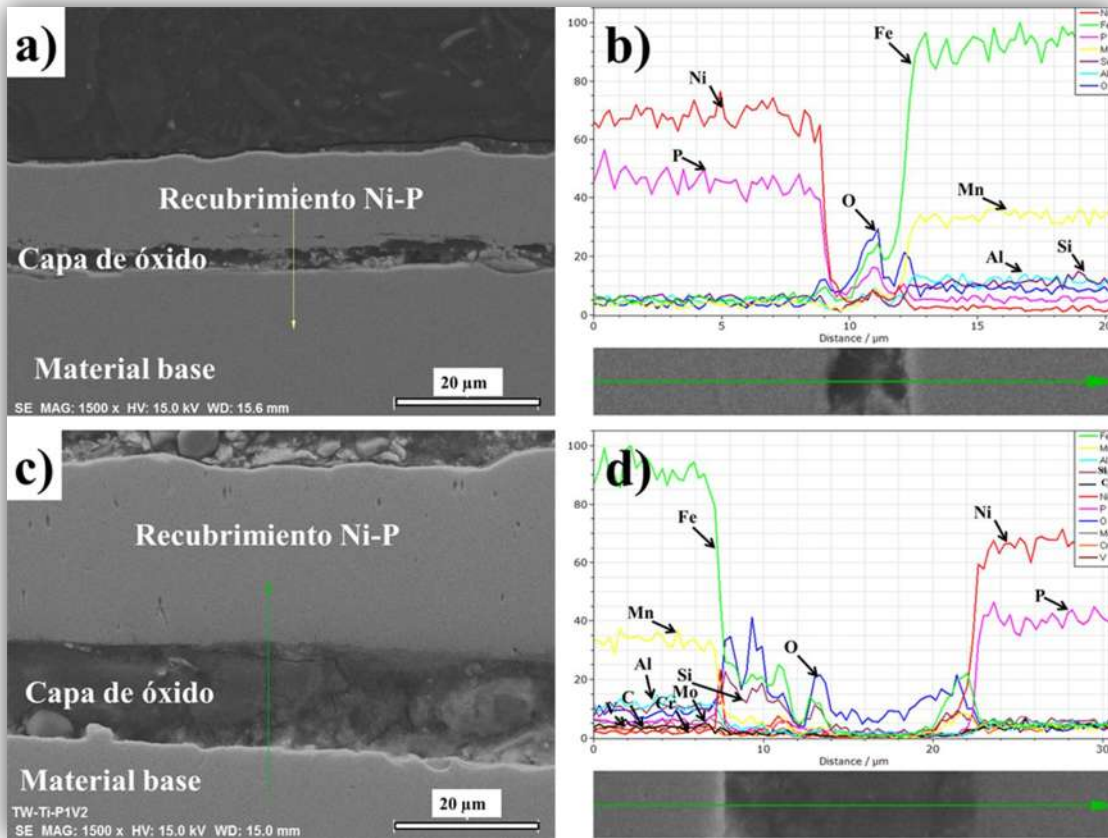


Figura 71. Diferentes capas formadas para el acero TWIP-REF, (a) SEM y (b) Line-scan, a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) y carga (52.6 N), y (c) SEM y (d) Line-scan, a alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s) y carga (154.4 N).

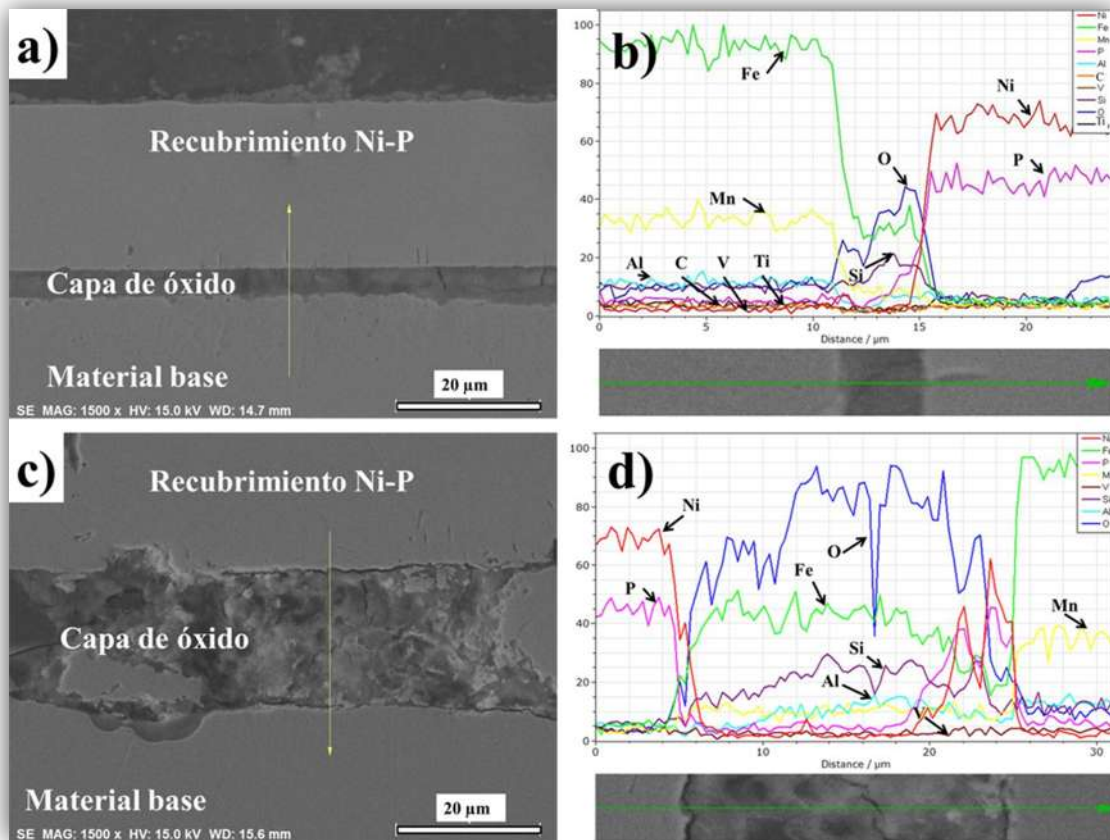


Figura 72. Diferentes capas formadas para el acero TWIP-Ti, (a) SEM y (b) Line-scan, a baja velocidad de deslizamiento (0.219 m/s) y carga (52.6 N), y (c) SEM y (d) Line-scan, a alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s) y carga (154.4 N).

Las Figuras 71a, c y 72a, c muestran como el recubrimiento Ni-P sirvió para proteger la capa de óxido formada para posteriormente ser medida. Por otro lado, las Figuras 71b, d y 72b, d muestran barridos elementales, donde principalmente se observa alta detección de oxígeno (O) hacia la parte central, que como ya se determinó anteriormente, se debe a la formación de óxidos de diferentes estequiometrías, que sirvieron para proteger a los aceros TWIP bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B) de un mayor desgaste. También se observa como esta capa de óxido se incrementa al aumentar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), que como ya se señaló anteriormente se debe a las altas temperaturas que se generan al aumentar la velocidad de deslizamiento y que favorecen al incremento en el espesor de esta capa de óxido protectora contra el desgaste.

3.5.2 Resultados de la medición de espesor de capa de óxido

La Figura 73 muestra el incremento en el espesor del óxido (promedio) que se va formando conforme se incrementa la velocidad de deslizamiento, durante los diferentes ensayos de desgaste en los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

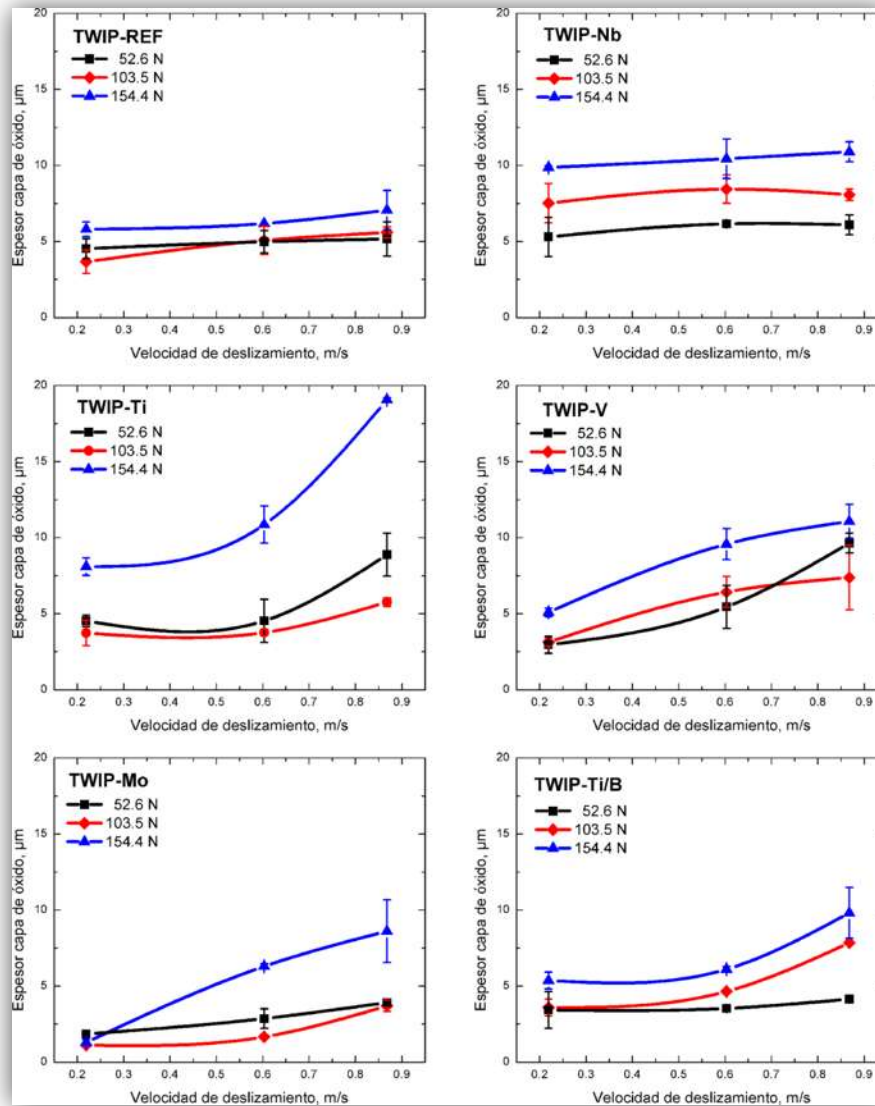


Figura 73. Espesor de óxido promedio vs velocidad de deslizamiento, para los diferentes materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

Los resultados mostrados en la Figura 73 muestran como el espesor de capa de óxido promedio se incrementa al aumentar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), el



cual promueve una mejora de las propiedades de resistencia al desgaste de los materiales bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), debido a que la capa de óxido formada influye sobre la disminución en el coeficiente de fricción, es decir, menor contacto metal-metal, y como se verá posteriormente, una disminución en el grado de deformación plástica por debajo de la superficie en contacto.

De manera particular se puede observar que existe una concordancia entre los resultados de desgaste y la capa de óxido formada, ya que como se mostró anteriormente, en la mayoría de los casos, la mayor tasa de desgaste ocurre en la condición de baja velocidad (0.219 m/s) y carga intermedia (103.5 N), que como puede apreciarse en la Figura 73 es donde la capa de óxido tiende a ser la más pequeña, generándose por consiguiente un mayor desgaste.

3.6 Caracterización de capa deformada

3.6.1 EBSD de capa deformada

3.6.1.1 Análisis de contraste de banda (BC)

Las Figuras 74, 75, 76, 77, 78 y 79 muestran resultados de EBSD, mediante la técnica de contraste de banda (BC), en la condición de baja velocidad (0.219 m/s) y alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s), para todos los materiales (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

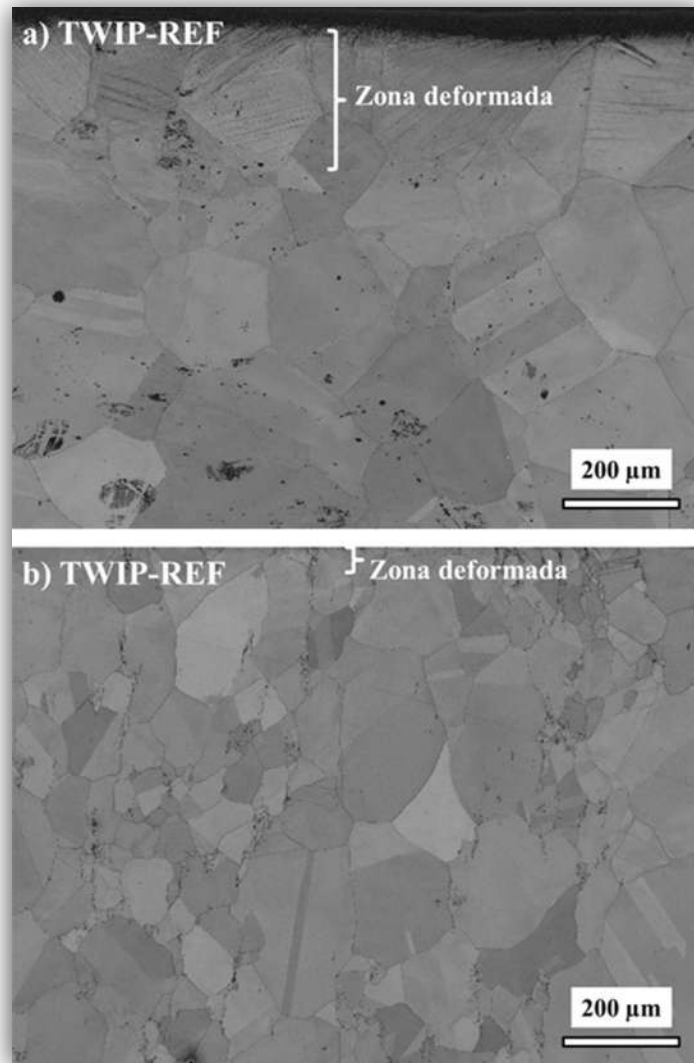


Figura 74. Micrográficas MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-REF, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

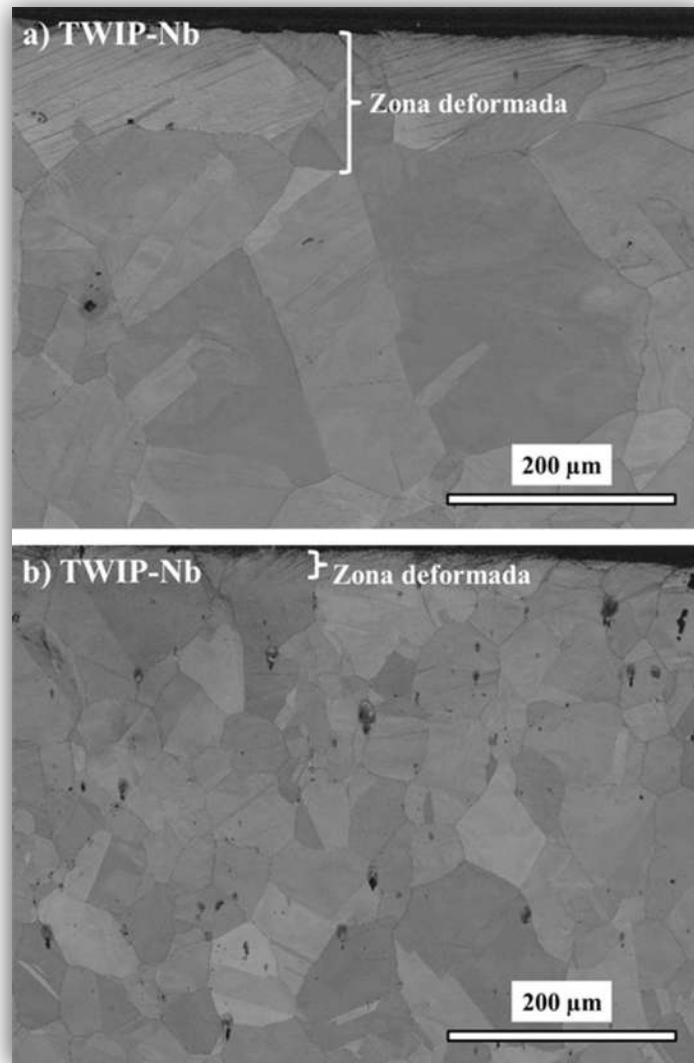


Figura 75. Micrográficas MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Nb, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

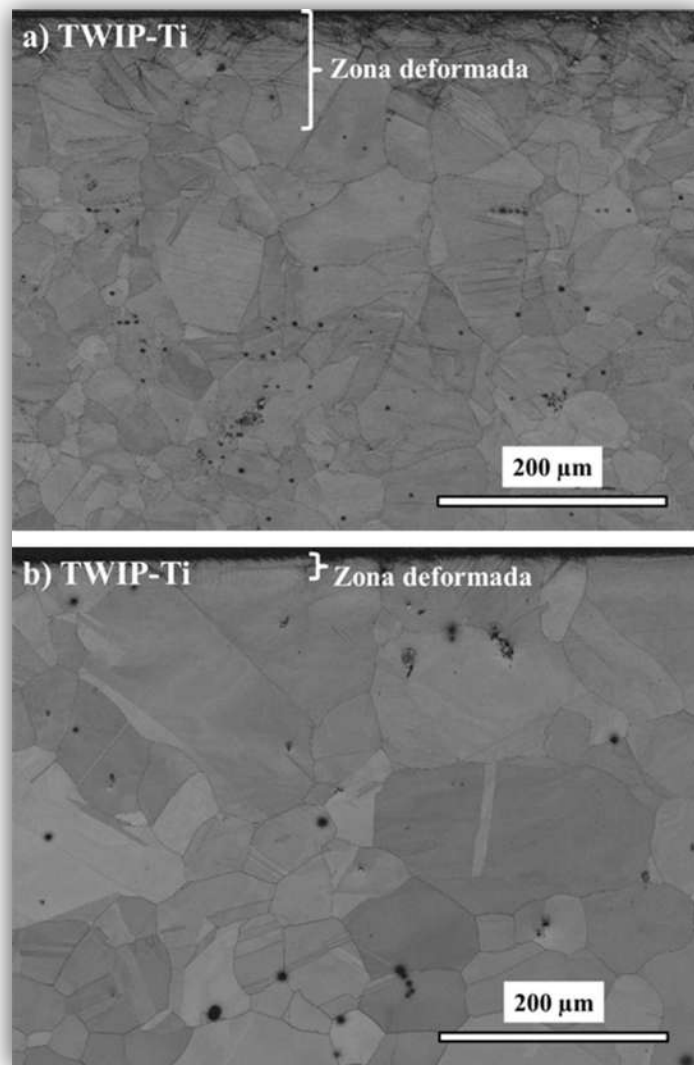


Figura 76. Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Ti, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

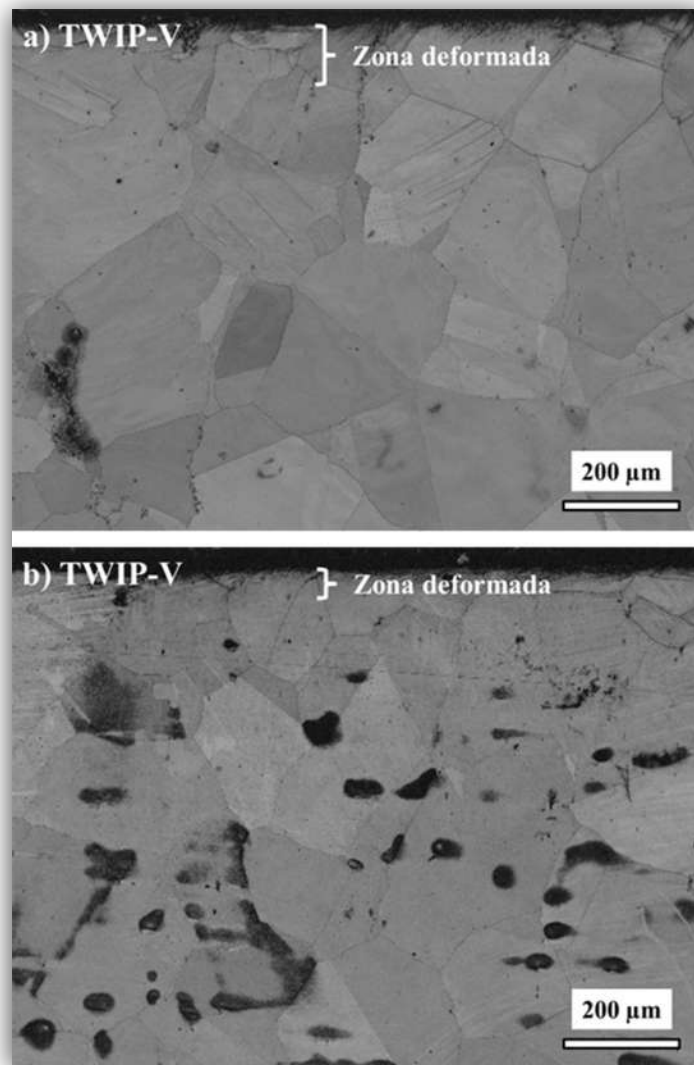


Figura 77. Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-V, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

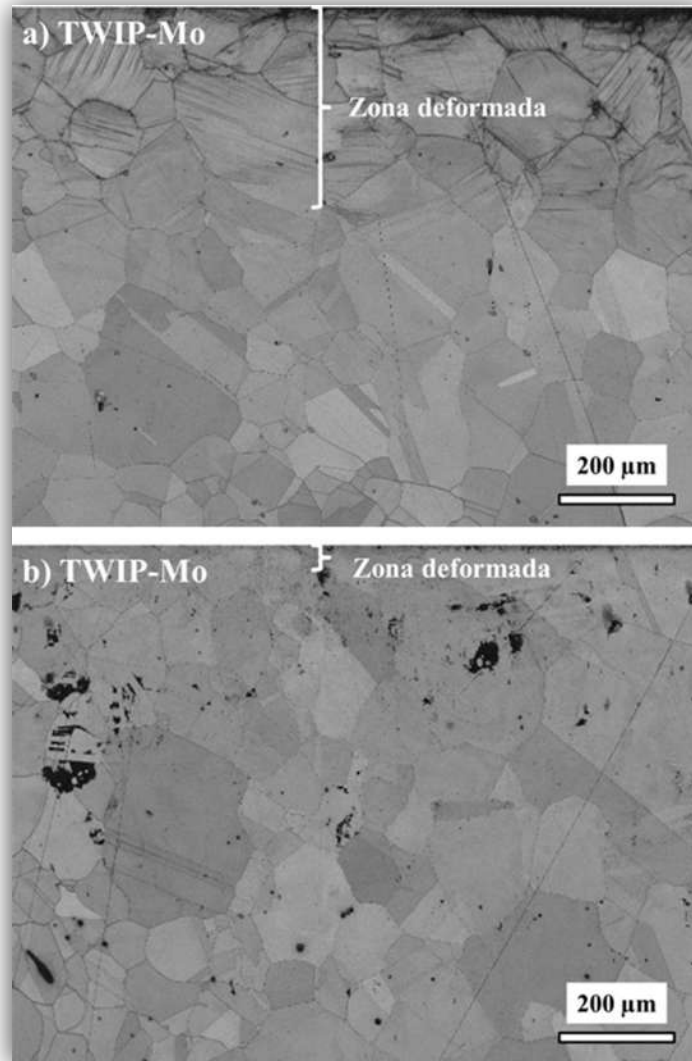


Figura 78. Micrográficas MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Mo, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

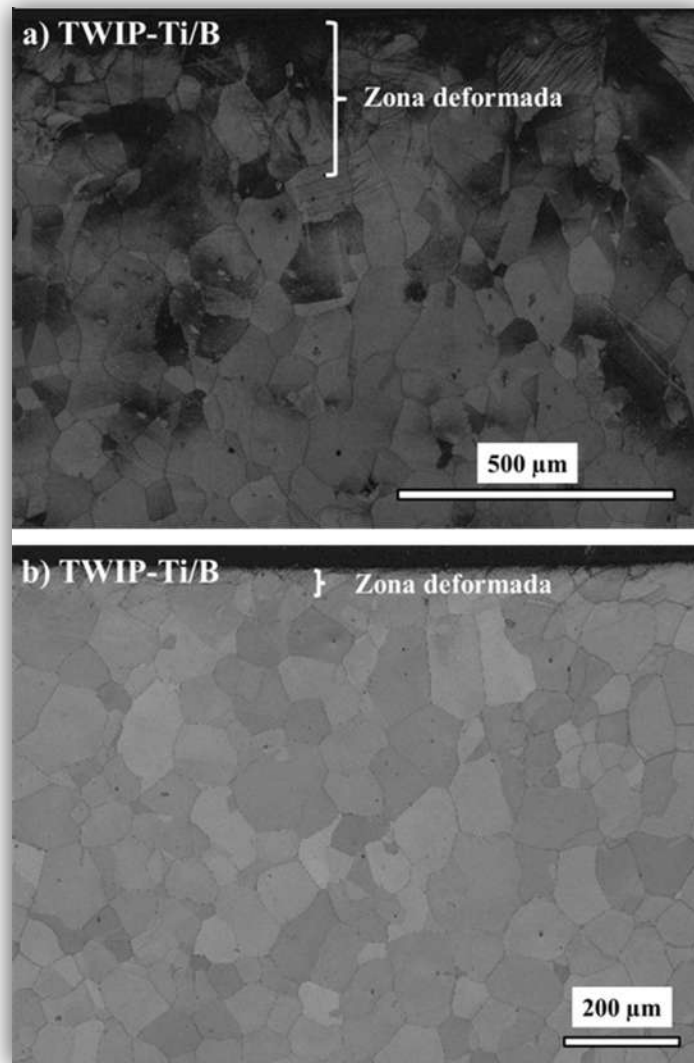


Figura 79. Micrografías MEB-EBSD mediante la técnica BC (Contraste de Banda), de la sección transversal de las muestras de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

En las Figuras 74a, 75a, 76a, 77a, 78a y 79a se observa un espesor de capa deformada de hasta 300 μm, por debajo de la superficie donde ocurrió el contacto tribológico, el cual es producto de la alta deformación plástica ocurrida bajo esta condición (0.219 m/s), cuya tendencia es similar para todos los casos (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B). Por otro lado, a alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s) (Figuras 74b, 75b, 76b, 77b, 78b y 79b), prácticamente no se observa deformación plástica. En este contexto, Rainforth y colaboradores [85] determinaron que capas con alta deformación plástica se forman debajo



de la superficie, durante un contacto deslizante en aceros austeníticos, debido a las cargas aplicadas y las cuales se caracterizan, primero por una capa altamente deformada con alta densidad de dislocaciones y luego por una capa con baja densidad de dislocaciones, donde se observan maclas. Resultados similares son presentados en el presente trabajo de investigación. Bajo esta temática, es evidente que existe una interrelación entre la capa de óxido formada y el nivel de deformación plástica por debajo de la superficie desgastada, tal y como se menciona en varias investigaciones [76, 86]. En este contexto, se sugiere que debido al incremento en el espesor de la capa de óxido que se forma, el nivel de deformación plástica por debajo de la superficie desgastada tiende a decrecer conforme se incrementa la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), mejorando de esta manera la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio.

Por otro lado, también es importante mencionar que las altas temperaturas generadas durante las diferentes condiciones de ensayo, tienen gran influencia sobre el grado de deformación plástica que se presenta bajo la superficie en contacto, es decir, al incrementarse la temperatura, se incrementa la capa de óxido, y se genera menor deformación plástica bajo la superficie, tal y como se puede observar en las Figuras 74b, 75b, 76b 77b, 78b y 79b, pero también cabe señalar que las altas temperaturas disminuyen la SFE, por lo que la formación de maclas se vería limitada. En este contexto, Bleck y colaboradores [87] realizaron estudios sobre la deformación en caliente de aceros alto manganeso, y demuestran que el maclaje tiende a disminuir con el incremento de la temperatura, debido a que la SFE necesaria para que una macla se forme se ve disminuida por el aumento de la temperatura.

3.6.1.2 Análisis de maclas (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo ($\theta < 3^\circ$)

En las Figuras 80, 81, 82, 83, 84 y 85 se muestran límites de grano ($\theta > 12^\circ$) (líneas negras), maclas (CSL-3) (líneas negras con rojo) y límites de grano de ángulo bajo ($\theta < 3^\circ$) (líneas verdes), en condiciones de baja velocidad (0.219 m/s) y alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s), para los diferentes aceros bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

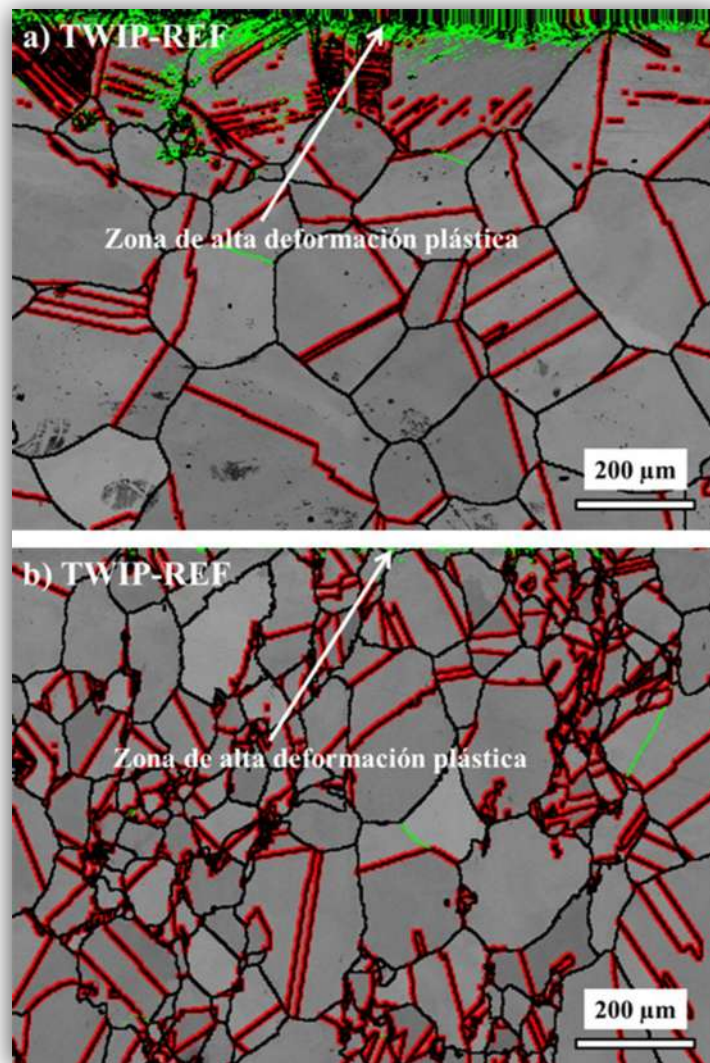


Figura 80. Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-REF, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

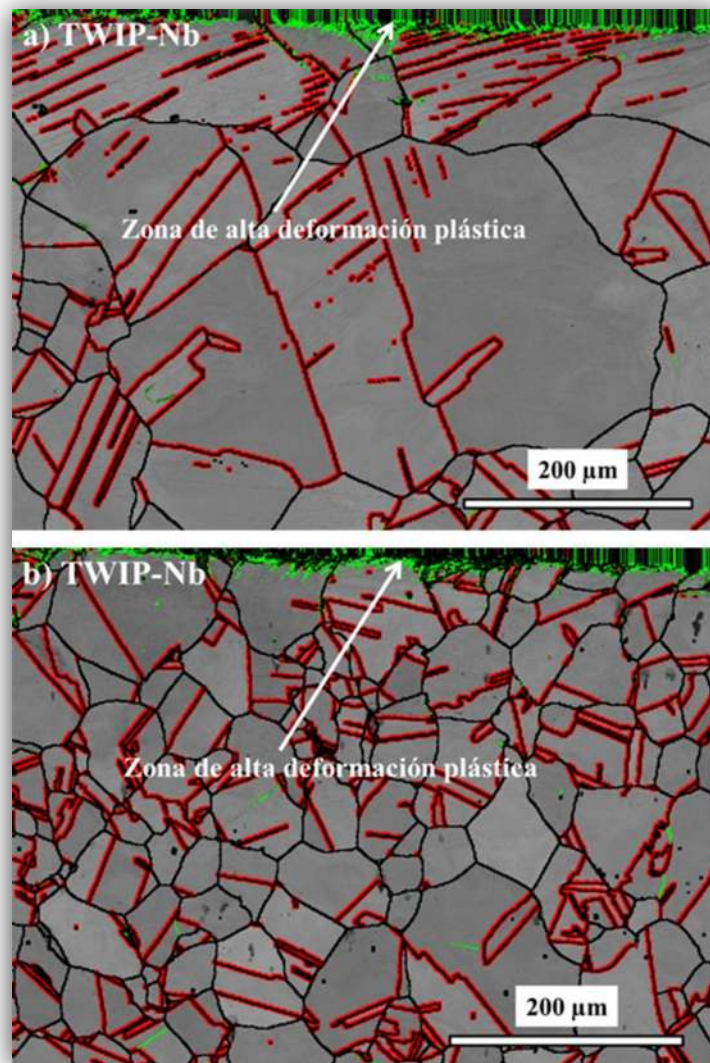


Figura 81. Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Nb, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

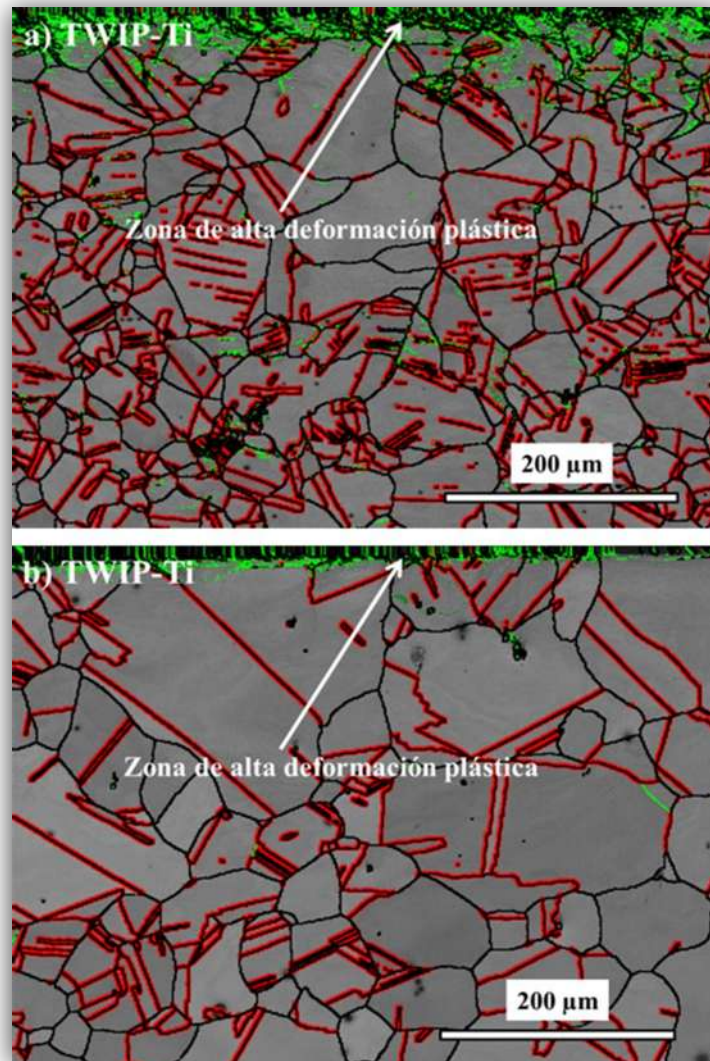


Figura 82. Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Ti, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

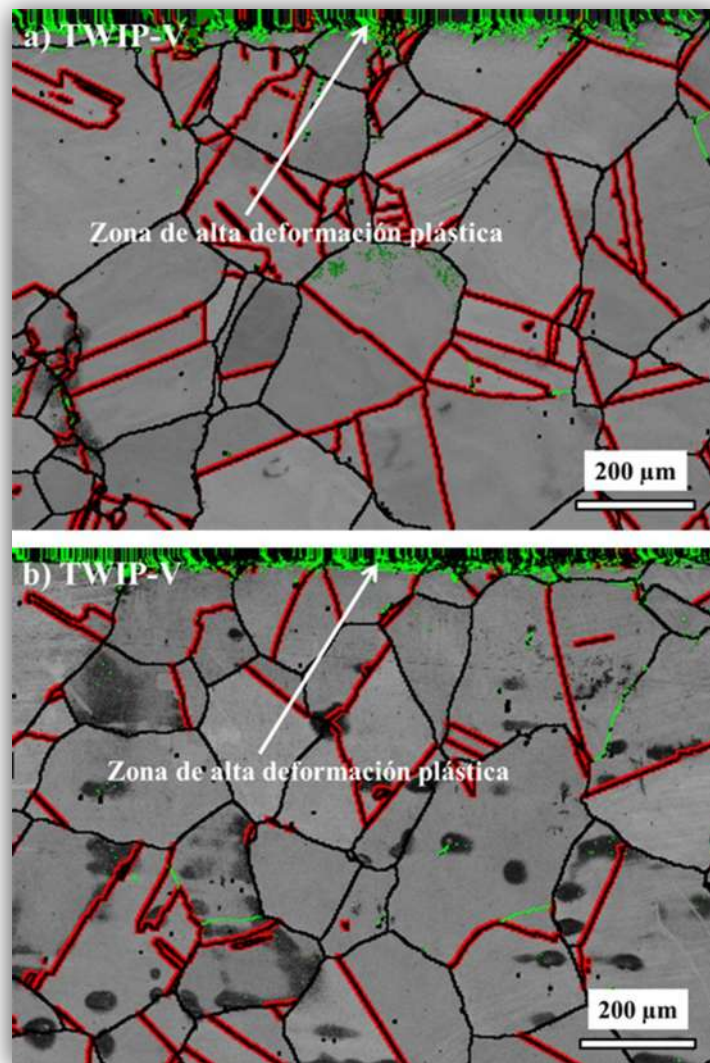


Figura 83. Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-V, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

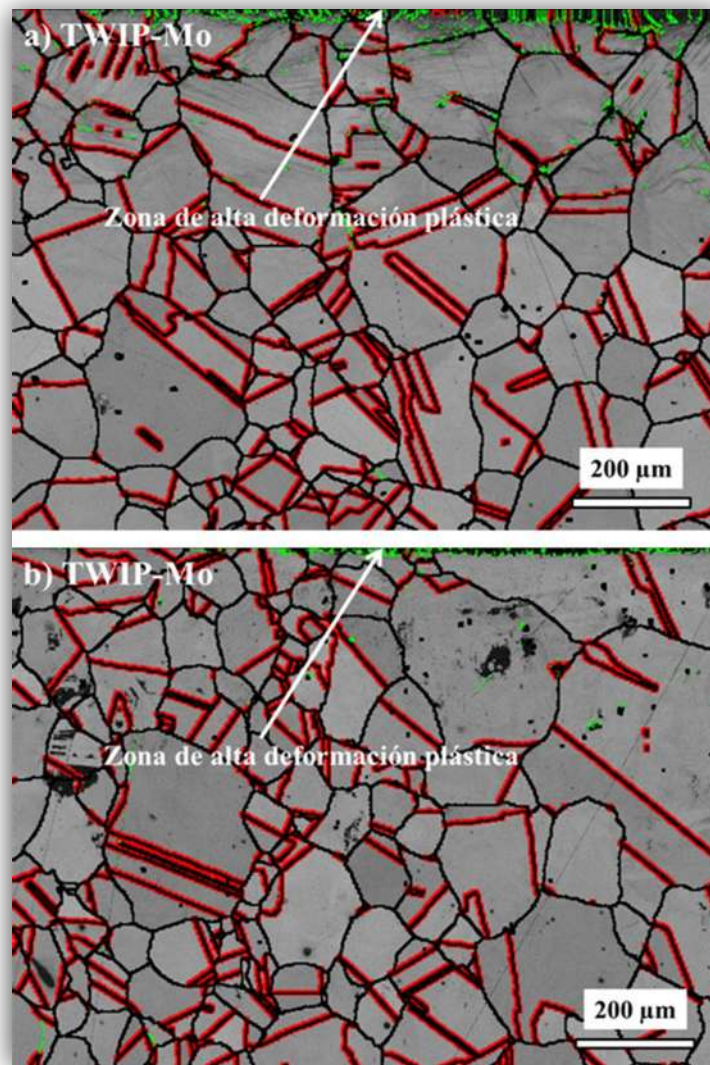


Figura 84. Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Mo, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

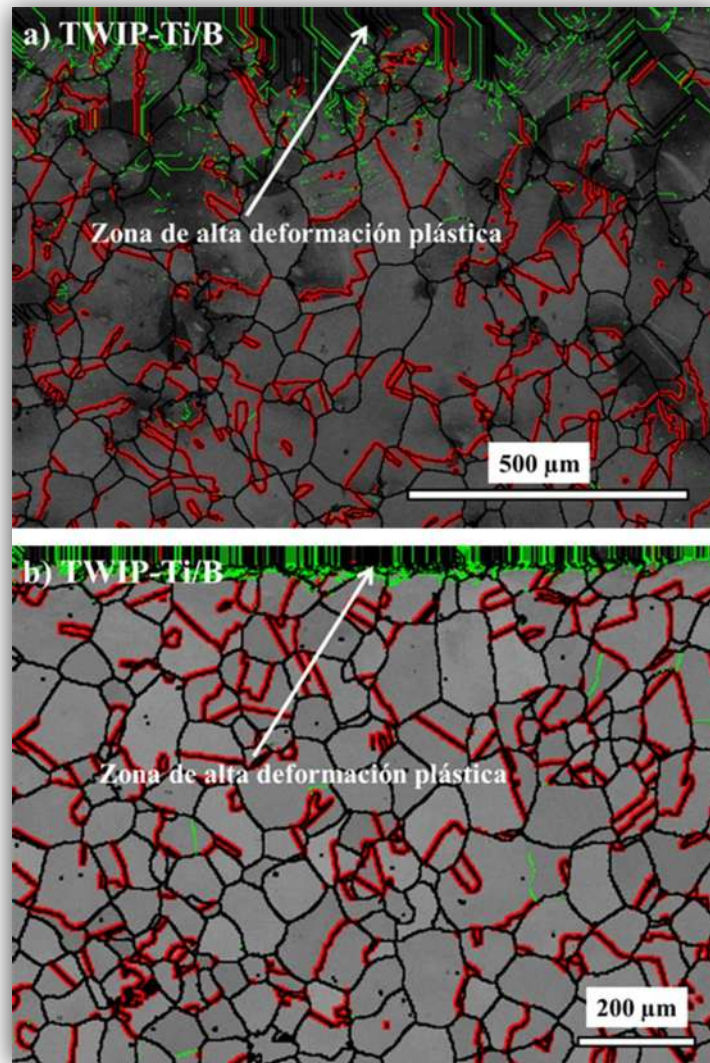


Figura 85. Micrografías MEB-EBSD, mostrando límites de grano (líneas negras) ($\theta > 12^\circ$), maclas (líneas negras con rojo) (CSL-3) y límites de grano de ángulo bajo $< 3^\circ$ (líneas verdes) ($\theta < 3^\circ$), de la sección transversal de la muestra de desgaste para el acero TWIP-Ti/B, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

De las Figuras 80-85 se puede observar una zona de alta deformación plástica, con un espesor de aproximadamente 10 µm, la cual está representada por límites de grano de ángulo bajo ($\theta < 3^\circ$) (líneas verdes), y que es producto de la alta deformación plástica que ocurre en esta zona. Es evidente también que esta alta deformación plástica tiende a decrecer conforme se incrementa la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), cuyo comportamiento se relaciona con el nivel de protección que ejerce la capa de óxido que se



forma, evitando el contacto directo metal-metal y de este modo se genera una disminución en la deformación plástica que ocurre por debajo de la superficie en contacto, y por consiguiente un menor desgaste. En este sentido, como se mencionó anteriormente, las temperaturas que se generan en la superficie en contacto (arriba de 400 °C), actúan alterando la SFE necesaria para que una macla se forme, lo cual es la razón de que existan muchas subestructuras (líneas verdes) y prácticamente nulo maclaje (líneas negras con rojo), por debajo de la superficie en contacto. Bajo este contexto, varios investigadores [74, 87-89] sugieren que la energía necesaria para que se presente el mecanismo de maclaje tiende a disminuir con el incremento de la temperatura, lo cual está acorde con los resultados presentados en esta investigación.

Por otro lado, es necesario mencionar que aunque no se observen maclas por debajo de la superficie de contacto mediante esta técnica, no significa que no estén presentes, el hecho es que se ven disminuidas en gran medida por el incremento de la temperatura al aumentar la carga (52.6 – 154.4 N) y velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s). Por otro lado, las maclas de deformación tienden a ser muy finas, y muy probablemente el nivel de resolución empleado no fue suficiente para revelarlas en una zona tan pequeña.

3.6.1.3 Análisis de figuras de polo inversas (IPF)

En las Figuras 86, 87, 88, 89, 90 y 91 se muestran figuras de polo inversas (IPF), en condiciones de baja (0.219 m/s) y alta velocidad de deslizamiento (0.868 m/s), para los diferentes aceros bajo estudio (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).

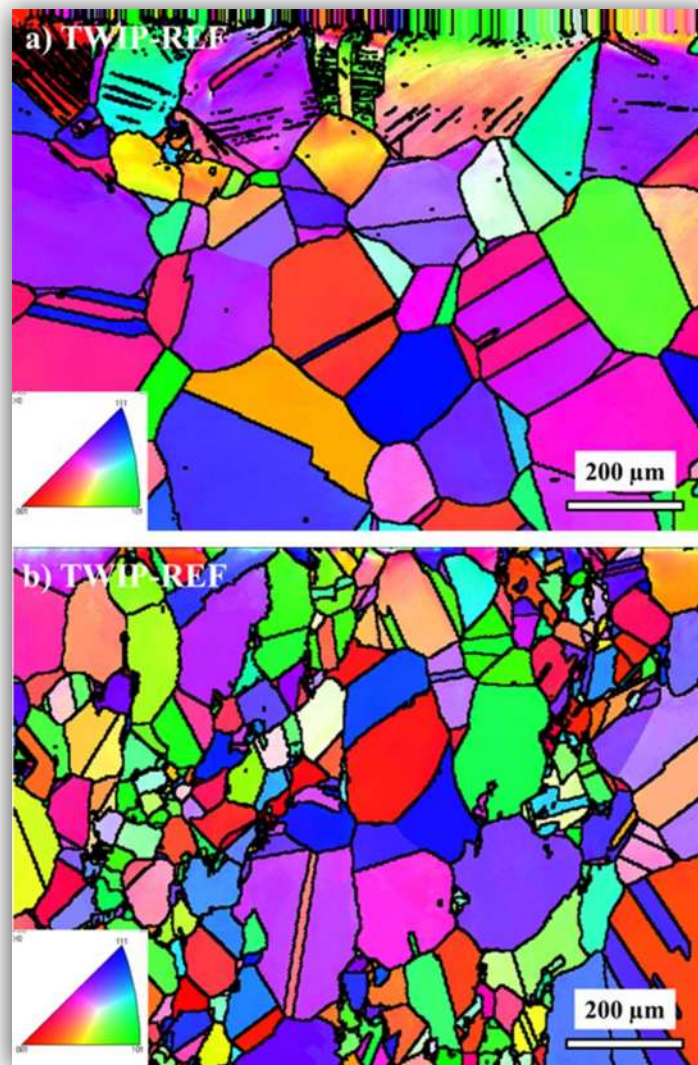


Figura 86. Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-REF, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

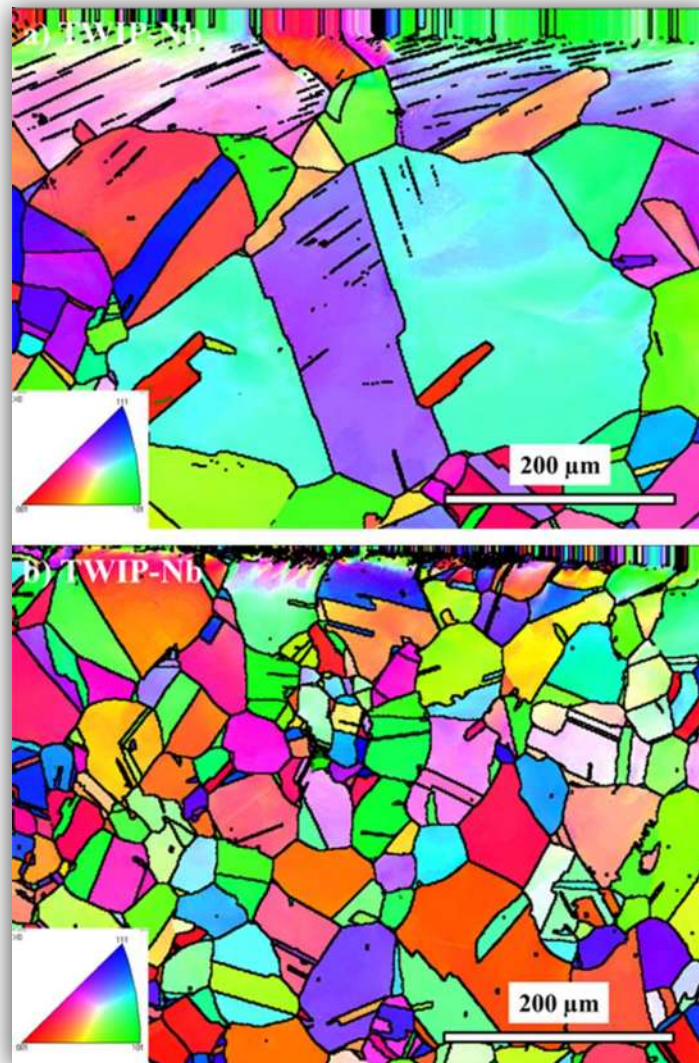


Figura 87. Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Nb, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

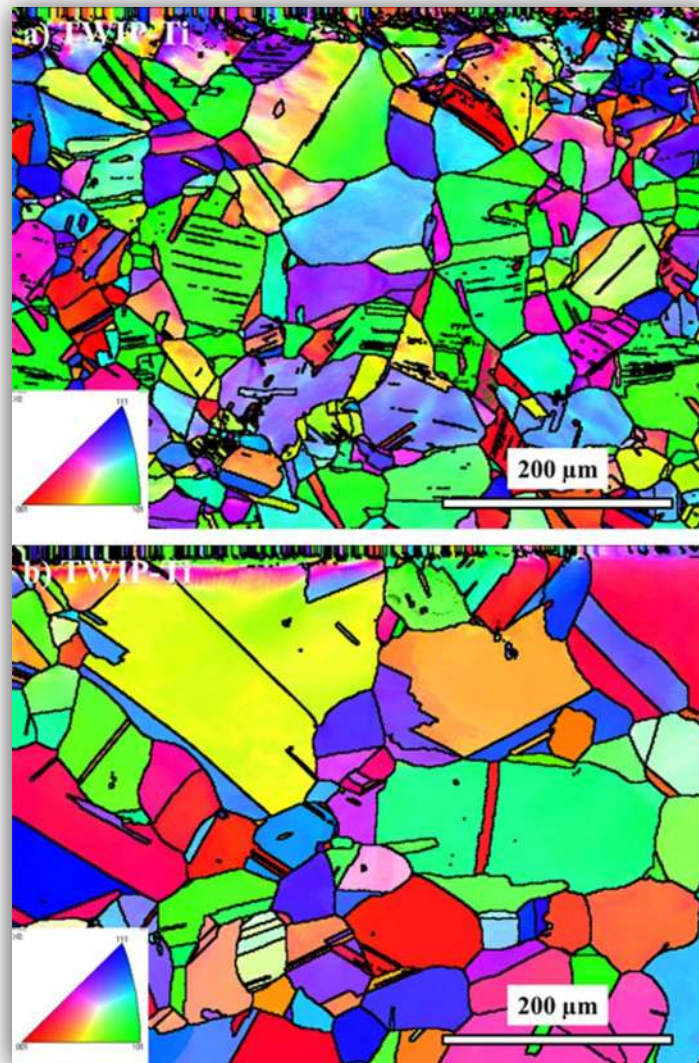


Figura 88. Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Ti, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

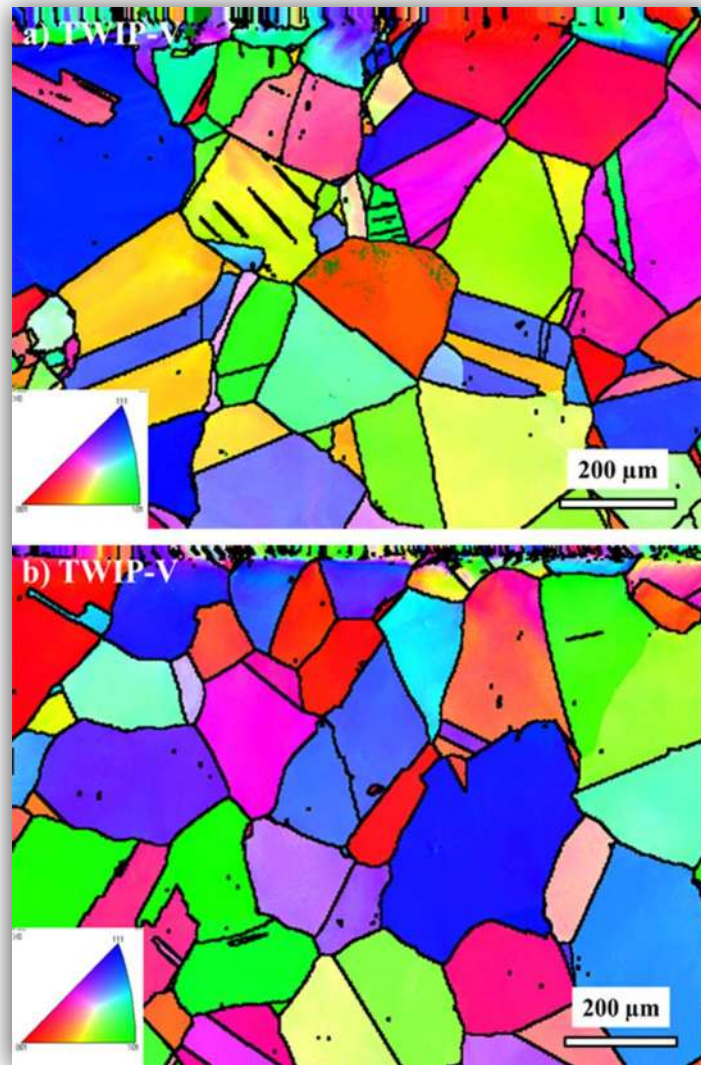


Figura 89. Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-V, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

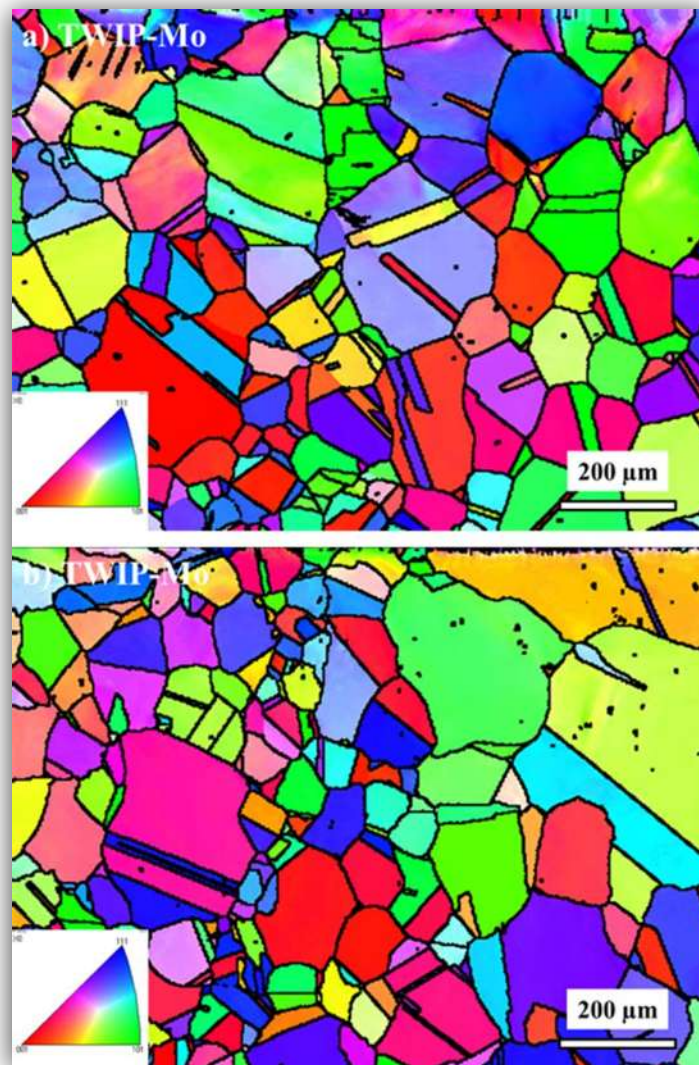


Figura 90. Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Mo, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

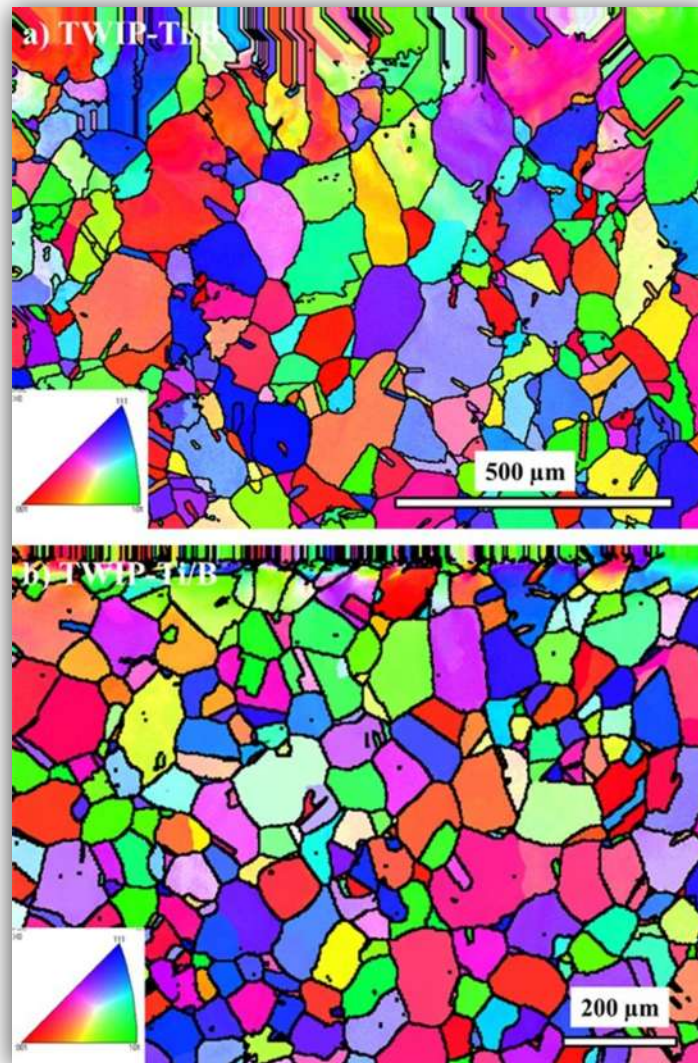


Figura 91. Micrografías MEB-EBSD, mostrando IPF (Figura Inversa de Polo), de la sección transversal de la muestra desgastada para el acero TWIP-Ti/B, a baja (a) 0.219 m/s y 103.5 N y alta velocidad de deslizamiento (b) 0.868 m/s y 103.5 N.

En estas imágenes se puede observar que no existe una clara tendencia de textura de deformación preferencial hacia la zona donde ocurrió la máxima deformación plástica, siendo la componente tipo Brass la que presenta una ligera tendencia [90-95], un análisis más centrado en la zona de máxima deformación plástica podría dar resultados más satisfactorios. Por otro lado, se distingue ligeramente la presencia de texturas de recristalización tipo Goss y Cube, las cuales son producto de las diferentes etapas de



acondicionamiento termo-mecánico a que fueron sometidos los aceros TWIP bajo estudio y que son características de metales FCC [90-95].

Es conveniente mencionar que las Figuras de Polo Inversas (IPF) solo muestran de manera cualitativa las orientaciones preferenciales, que resultan tanto de la condición de partida del material (condición de solubilizado) como de la deformación plástica sufrida durante el contacto tribológico, sin embargo, para conocer con mayor precisión las componentes de orientación específicas desarrolladas durante las diferentes etapas (solubilizado y deformación plástica), es necesario realizar un análisis detallado de las funciones de densidad de orientación (ODF, Orientation Distribution Function).

Además, de acuerdo a la literatura y como se viene mencionando, se puede hacer mención a 2 tipos de textura de recristalización presentes bajo las condiciones de partida de los materiales bajo estudio (condición de solubilizado), que como ya se mencionó son la Goss y Cube. En este sentido, Bracke y colaboradores [96] reportaron que la textura tipo Cube es la que predomina después de la aplicación de un tratamiento térmico a un acero TWIP (Fe22Mn0.6C); mientras que Saleh y colaboradores [97] encontraron que la textura tipo Goss es otra textura predominante después de la aplicación de un tratamiento térmico de recocido, también en un acero TWIP (Fe24Mn3Al2Si1Ni0.06C). Por otro lado, respecto a las texturas de deformación en aceros TWIP, Barbier, Fang y colaboradores [98, 99], mostraron que la componente de textura tipo Copper en la dirección de deslizamiento $\langle 111 \rangle$ es la predominante durante un ensayo de tracción a temperatura ambiente; mientras que Peng y colaboradores [100, 101] reportaron que durante un ensayo de compresión la textura principal tiende a ser de tipo Brass. Resultados similares fueron encontrados en la presente investigación dada las características de estado de esfuerzos presentes durante los ensayos de desgaste.



CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES



CAPITULO IV. CONCLUSIONES.

Las conclusiones obtenidas durante el presente trabajo de investigación doctoral son las siguientes:

1.- Los aceros TWIP bajo estudio en condición de solubilizado presentan la fase austenita estable, con tamaño de grano en el rango de 37.9 a 147.6 μm , el cual tiende a disminuir por efecto de la adición de elementos microaleantes. Las propiedades mecánicas de los aceros TWIP aumentan ligeramente por efecto de la adición de elementos microaleantes.

2.- En general la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio mejora al aumentar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), debido a la formación de una película protectora contra el desgaste, que minimiza el contacto directo metal-metal y favorece el incremento en la resistencia al desgaste.

3.- La carga tiene un efecto menor que la velocidad de deslizamiento, debido a las altas temperaturas generadas durante el contacto tribológico (arriba de 450°C), que limitan el efecto de endurecimiento por deformación sobre la superficie en contacto.

4.- El coeficiente de fricción tiende a disminuir de 0.9 a 0.4 conforme se incrementa la velocidad de deslizamiento de 0.219 a 0.868 m/s, lo cual se debe a la formación de una capa protectora contra el desgaste que reduce el contacto entre ambas superficies (aceros TWIP y contracara). Por otro lado, el coeficiente de fricción tiene una ligera tendencia también a disminuir con el incremento de la carga, asociado a la formación de una tribocapa que reduce el contacto metal-metal.

5.- Las temperaturas medidas cerca de la superficie confirmaron que tanto al aumentar la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s) como la carga (52.6 – 154.4 N), también se incrementa la temperatura, lo que favorece el incremento de una capa de óxido, que mejora la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio.



6.- La morfología de las superficies desgastadas muestra altas concentraciones de óxidos, que tienden a aglomerarse conforme se aumenta la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), lo que redundaría en una mayor capacidad de protección contra el desgaste. También se detectó la presencia de elementos de la contracara (Mo, W, Cr y V), en las condiciones de alta velocidad (0.603 y 0.868 m/s) y carga (103.5 y 154.4 N), producto de la adhesión entre el pin y contracara debido a las altas temperaturas generadas durante las diferentes condiciones de ensayo.

7.- Los análisis de difracción de rayos-X de las superficies desgastadas, mostraron a la magnetita (Fe_3O_4) y hematita (Fe_2O_3) como los principales óxidos responsables de la resistencia al desgaste, y en menor proporción otros óxidos más complejos (MnFe_2O_3 , FeSiO y Mn_2AlO_4). Por otro lado, también se corroboró que no se presentan transformaciones de fase durante las condiciones de ensayo, y que la única fase presente es la austenita (FCC).

8.- Las morfologías de los fragmentos de desgaste mostraron grandes placas de óxido que fueron desprendidas a altas velocidades de deslizamiento (0.603 y 0.868 m/s). Por otro lado, a bajas velocidades de deslizamiento (0.219 m/s) se encontraron placas más pequeñas, además de finas partículas de óxido, lo que demuestra mayor estabilidad de la capa de óxido a velocidades altas de deslizamiento. Mediante MEB-EDS se corroboró la presencia de elementos de la contracara a velocidades altas de deslizamiento, producto de la adhesión entre el pin y contracara.

9.- El análisis de difracción de rayos-X de los fragmentos de desgaste, evidencia los óxidos responsables de la resistencia al desgaste (magnetita (Fe_3O_4) y hematita (Fe_2O_3)), así como los óxidos complejos (MnFe_2O_3 , FeSiO y Mn_2AlO_4) producto de las altas concentraciones de Mn, Si y Al presentes en los aceros TWIP bajo estudio.

10.- El análisis del espesor de capa de óxido muestra que este aumenta con el incremento de la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), lo cual significa que la resistencia al



desgaste en los aceros TWIP bajo estudio está ligada al espesor de capa de óxido, es decir, una capa de mayor espesor genera mejor resistencia al desgaste.

11.- Los análisis EBSD de contraste de banda (BC) indican que el grado de deformación plástica por debajo de la superficie en contacto, tiende a disminuir con el aumento de la velocidad de deslizamiento (0.219 – 0.868 m/s), lo que sugiere que tanto la temperatura como la capa de óxido, tienen gran influencia en el nivel de deformación plástica que ocurre por debajo de la superficie en contacto, es decir, una mayor temperatura genera mayor espesor de óxido y esto en su conjunto disminuye el grado de deformación por debajo de la superficie en contacto, mejorando de esta manera la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio.

12.- Los análisis EBSD de maclas (CSL-3) y límites de grano mostraron alta deformación plástica en la zona inmediata al contacto tribológico, la cual se caracteriza por límites de grano de ángulo bajo ($\theta < 3^\circ$) producto de la alta deformación plástica que ocurre en esta zona. Por otro lado, mediante esta técnica no se tiene evidencia clara de la presencia masiva de maclas de deformación (CSL-3).

13. Los análisis de figuras de polo inversas (EBSD-IPF) mostraron ligeras tendencias de textura, tanto en la condición de partida (tratamiento térmico de solubilizado) donde se detectan componentes "Goss" y "Cube", así como en la zona de alta deformación plástica por debajo de la superficie de contacto en las probetas ensayadas, donde se detectan los componentes "Copper y Brass".

14.- El principal mecanismo de desgaste actuante bajo las condiciones presentadas es la reacción triquímica (desgaste oxidativo), característica de aleaciones base hierro que presentan la condición de deslizamiento en seco bajo un ambiente con la presencia de oxígeno, y actuando en menor proporción el adhesivo, lo cual en conjunto es influenciado por las altas temperaturas generadas durante los diferentes ensayos.



15.- En general, los resultados obtenidos en la presente investigación indican que los elementos microaleantes tienen poca influencia sobre la resistencia al desgaste de los aceros TWIP bajo estudio, debido al fenómeno de “oxidación”, que tiende a igualar las características de todos los aceros (TWIP-REF, Nb, Ti, V, Mo y Ti/B).



Referencias Bibliográficas:

- [1] B. Donnay, J. Herman, and V. Leroy. “Microstructure evolution of C-Mn steels in the hot deformation process: the stripcam model”. *Trans. Am. Soc. Met.* Vol. 46. 2007. Pág. 1470.
- [2] J. R. Pablo, “Estudio de la resistencia al desgaste de aceros alto manganeso de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados”, Tesis de Maestría (2013), Instituto de Investigaciones Metalúrgicas-UMSNH (México).
- [3] G. Frommeyer, E. J. Drewes, and B. Engl. “Physical and mechanical properties of iron-aluminium-(Mn, Si) lightweight steels”. *Metall. Res. Technol.* Vol. 97. 2000. Págs.1245-1253.
- [4] Committee on automotive applications, International Iron and Steel Institute, Advanced high strength steel (AHSS) application guidelines, 2009, Págs. 1-13.
- [5] A. V. Giraldo. “El acero Hadfield re-vicitado”. *Revista colombiana de materiales.* 2012. Vol. 3. Págs. 1-24.
- [6] J. H. Hall. “Wear mechanism of XDTM ZL201–TiB₂ in situ composite”. *Trans AIME Iron Steel Div* 1929. Págs. 382-384.
- [7] V. N. Krivobok. “Effect of temperature on the mechanical properties, characteristics, and processing of austenitic stainless steels”. *Trans ASST.* 1929. Pág. 893.
- [8] W. Tofaute, and K. Linden. “Transformations in solid state of manganese steels containing to 1.2% C and 17% Mn”. *Arch Eisenhuttenwes.* 1936. Pág. 515.
- [9] P. Chévenard. “A Theoretical Study of the Young's Moduli of Binary Solid Solutions”. *Métaux.* 1935. Pág. 203.
- [10] A. R. Troiano, and FT. McGuire. “A Study of the Iron-rich Iron-manganese Alloys”. *Trans ASM.* 1943. Pág. 346.
- [11] W. Schmidt. “C₆₀: a new form of carbon”. *Arch Eisenhuttenwes.* 1929-1930. Pág. 293.
- [12] H. C. Doepken. ”Tensile properties of wrought austenitic manganese steel in the temperature range from+ 100 to—196 C”. *J. Met.* 1952. Pág. 166.
- [13] H. M. Otte. “The formation of stacking faults in austenite and its relation to martensite”. *Acta Metall.* 1957. Pág. 614.



- [14] C. H. White, and R. W. K. Honeycomb. “Structural Changes during the Deformation of High Purity Iron–Manganese–Carbon Alloys”. JISI. 1962. Pág. 457.
- [15] K. S. Raghavan, A. S. Sastri, and M. J. Marcinkovski. “Nature of the Work-hardening Behavior in Hadfields Manganese steel”. Trans AIME. 1969. Pág. 1569.
- [16] W. N. Roberts. “Dislocations and persistent slip bands in fatigued copper”. Trans AIME. 1964. Pág. 372.
- [17] A. S. Sastri. “Effect of austenitizing conditions on the kinetics of martensite formation in certain medium-alloy steels”. Proc ICSMA 3. 1973. Pág. 15.
- [18] Y. G. Kim, T. W. Kim, and S. B. Song.” Composition and temperature dependence of tensile properties of austenitic Fe-Mn-Al-C alloys”. In: Proc. ISATA conference. 1993. Pág 115.
- [19] O. Grassel, L. Kruger, G. Frommeyer, and L. W. Meyer. “High Strength Fe-Mn(AL, Si) TRIP/TWIP Steels development—properties—application”. Mater. Sci. Eng. 2000. Págs 305-311.
- [20] B. C. de Cooman, L. Chen, S. K. Han, S. K. Kim, and H. Voswinckel. “Review of the Mechanical properties of high strength, high-Mn TWIP steels for automotive applications”. Microstructure and Texture in Steels. 2009. Págs. 165-183.
- [21] E. Silveira, I. Eizagirre, X. Azpipoz, C. Jiménez y A. M. Irisarri “Efecto de la velocidad de deformación y la temperatura sobre las propiedades mecánicas de un acero de alta resistencia”. Anales de Mecánica de la Fractura 25. Vol. 1. 2009. Págs. 127-132.
- [22] G. Frommeyer (Max Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf), E. J. Drewes and B. Engl (Thyssen Krupp Stahl AG, Duisburg). “Physical and mechanical properties of iron-aluminium-Mn-Si lightweight steels”. ISIJ Int. 2001. Pág 113.
- [23] G. E. Dieter. Mechanical Metallurgy. Edit. Mc. Graw Hill. 1928.
- [24] W. D. Callister. Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Edit. Reverte, Tercera edición.
- [25] F. S. James. Introducción a la Ciencia de Materiales para Ingenieros, Edit. Prentice Hall. Cuarta edición.
- [26] S. Allain, J. P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, and N. Guelton. “Correlations between the calced stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys”. Mater. Sci. Eng. 2003. Págs. 158-162.



- [27] B. C. de Cooman, L. Chen, S. K. Han, S. K. Kim, H. Voswinckel. “Review of the Mechanical properties of high strength, high-Mn TWIP steels for automotive applications”. *Microstructure and Texture in Steels*. 2009. Págs. 165-183.
- [28] W. Bleck, K. Phiu-on, C. Heering, G. Hirt. “Hot workability of as-cast high Manganese-High Carbon Steels. Institute of ferrous Metallurgy”. *Mater. Sci. Eng.* 2007. Págs 114-125.
- [29] Y. K. Lee, “Effect of isothermal transformation temperature on amount of retained austenite and its thermal stability in a bainitic Fe–3%Si–0.45%C–X steel”. *Scripta Mater.* 2002. Págs 805-809.
- [30] W. S. Yang. “Strain hardening behavior of a Fe–18Mn–0.6C–1.5Al TWIP steel”. *J. Mater. Sci.* Vol. 25. 1990. Págs. 1821-1823.
- [31] P. H. Adler, G. B. Olson, and W. S. Owen. “Strain Hardening of Hadfield Manganese Steel”. *Metall. Trans.* 1986. Págs. 1725-1737.
- [32] R. P. Reed. “Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels”. *Mater. Sci. Eng.* 2004. Págs.158-162.
- [33] J. L. González. *Metalurgia Mecánica*. Edit. Limusa. 2003. Págs. 115-128.
- [34] B. Bhattacharya, A. S. Sharma, S. S. Hazra, and R. K. Ray. “A Study of Microstructures and Tensile Properties of Two Fe- Mn-Al-Si-C Alloys”, *Metall. Mater. Trans.* 2009. Págs. 1190-1202.
- [35] G. Frommeyer, U. Brux and P. Neumann. “Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes”, *ISIJ Int.* Vol. 43. 2003. Págs. 438-446.
- [36] R. A. Grange, W. B. Seens, W. S. Holt and T. M. Garvey. “Effect of Boron and kind of Boron addition upon the properties of steels”. *Transactions of the A. S. M.* 1940. Vol. 42. Págs. 75-111.
- [37] R. Vogel and G. Tamman. “Effect of Boron and kind of Boron addition upon the properties of steels”. *Transactions of the A. S. M.* 1940. Vol. 42. Págs. 75-111.
- [38] H. W. Yen, M. H. Huag, C. P. Scott and J. R. Yang. “Interactions between deformation-induced defects and carbides in a vanadium-containing TWIP steel”. *Scripta Materialia*. 2012. Vol. 66. Págs. 1018-1023.
- [39] H. Mohrbacher. “The effects of niobium microalloying in second generation advanced high strength steels”. *International Steel Technologies Symposium*. 2008. Taiwan. Págs. 1-12.



- [40] V. Lazic, D. Milosavljevic, S. Aleksandrovic, P. Marinkovic, G. Bogdanovic, and B. Nedeljkovic. “Carbide type influence on tribological properties of hard faced steel layer-Part I-Theoretical considerations”, *Tribology in Industry*. Vol. 32, 2010. Págs. 11-20.
- [41] R. K. Amin, G. Butterworth, and F. B. Pickering. “Hot working and forming process”, *Metals Society*. London, Pág. 27.
- [42] R. W. K. Honeycombe, and R. F. Mehl. “Transformation from austenite in alloy steels”, *Metall. Trans. A*. Vol. 7, 1976. Págs. 915-936.
- [43] J. G. Speer, and S.S. Hansen. “Austenitic recrystallization and carbonitride precipitation in niobium microalloyed steels”, *Metall. Trans. A*. Vol. 20, 1989. Págs. 25-38.
- [44] H. Nordberg, and B. Aronsson. “Solubility of niobium carbide in austenite”, *J. Iron Steel Inst*. Vol. 206, 1968. Págs. 1263-1266.
- [45] T. Gladman. “On the theory of the effect of precipitate particles on grain growth in metals”, *Proc. Royal Society*. Vol. 294, 1976. Págs. 298-309.
- [46] A. Le Bon, J. Rofes-Vernis, and C. Rossard, “Recrystallization and precipitation during hot working of a Nb-bearing HSLA steel”, *Metal Science*. Vol. 9, 1975. Págs. 36-40.
- [47] L. A. Leduc, and C. M. Sellars, *Proceedings of Thermo-mechanical Processing of Microalloyed Austenite*, Eds. by A. J. DeArdo, G. A. Ratz and P. J. Wray, AIME, Pittsburgh, 1981, Pág. 641.
- [48] J. P. Chateau, A. Dumay, S. Allain and A. Jacques. “Precipitation hardening of a FeMnC TWIP steel by vanadium carbides”. In *Int. J. Phys. : Conference Series*. 2010. Vol. 240. IOP Publishing.
- [49] D. Li, Y. Feng, S. Song, Q. Liu, Q. Bai, G. Wu and F. Ren. “Influences of Nb-microalloying on microstructure and mechanical properties of Fe-25Mn-3Si-3Al TWIP steel”. *Mater. Design*. 2015. Vol. 84. Págs. 238-244.
- [50] I. Mejía, A. E. Salas-Reyes, A. Bedolla-Jacuinde, J. Calvo and J. M. Cabrera. “Effect of Nb and Mo on the hot ductility behavior of a high-manganese austenitic Fe-21Mn-1.3Al-1.5Si-0.5C TWIP steel”. *Mater. Sci. Eng. A*. 2014. Vol. 616. Págs. 229-239.
- [51] I. Mejía, A. E. Salas-Reyes, J. Calvo and J. M. Cabrera. “Effect of Ti and B microadditions on the hot ductility behavior of a High-Mn austenitic Fe-23Mn-1.5Al-1.5Si-0.5C TWIP steel”. *Mater. Sci. Eng. A*. 2015. Vol. 648. Págs. 311-329.



- [52] G. R. Razavi, M. S. Rizi and H. M. Zadeh. “Effect of a Mo addition on the properties of High-Mn steel”. *Materiali in Tehnologije*. 2013. Vol. 47. Págs. 611-614.
- [53] C. Scott, B. Remy, J. L. Collet, A. Cael, C. Bao, F. Danoix and C. Curfs. “Precipitation strengthening in high manganese austenitic TWIP steel”. *Int. J. Mater. Res.* 2011. Vol. 102. Págs. 538-549.
- [54] Y. Zhao, J. Wang, S. Zhou and X. Wang. “Effects of rare earth addition on microstructure and mechanical properties of a Fe-15Mn-1.5Al-0.6C TWIP steel”. *Mater. Sci. Eng. A*. 2014. Vol. 608. Págs. 106-113.
- [55] A. R. Lansdown, and A. L. Price. “Materials to Resist Wear”. Pergamon Books Inc. 1986. Págs. 136-315.
- [56] H. Kato. “Effects of supply of fine oxide particles onto rubbing steel surfaces on severe– mild wear transition and oxide film formation”. *Tribol Int.* 2008. Págs. 735-742.
- [57] I. A. Inman, P. K. Datta, H. L. Du, J. S. Burnell-Gray, S. Pierzgalski, and Q. Luo. “Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces”. *Tribol Int.* 2005. Págs. 812-818.
- [58] I. I. Garbar. “Gradation of oxidational wear of metals”. *Tribol. Int.* Vol. 35, Issue 11, November 2002, Págs. 749–755.
- [59] Y. Salinas Escutia, “Análisis de la resistencia al desgaste por deslizamiento no-lubricado de un acero avanzado de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleado con Ti”, Tesis de Licenciatura (2014), Instituto Tecnológico de Morelia.
- [60] J. F. Archard, “Contact and Rubbing of Flat Surfaces”. *J. Appl. Phys.* 1953. Págs: 981-988.
- [61] A. Bahrami. “Effects of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 steel”. *Wear*. 2005. Págs. 846–851.
- [62] S. Battacharya. “A friction and wear study of hadfield manganese steel”. *Wear*. Vol. 9. 1966. Págs. 451-461.
- [63] D. N. Hanlon and W. M. Rainforth. “The rolling sliding wear response of conventionally processed and spray formed high speed steel at ambient and elevated temperature”. *Wear*. Vol. 255. 2003. Págs. 956-966.
- [64] S. Llo, A. Tomala, E. Badisch. “Oxidative wear kinetics in unlubricated steel sliding contact”, *Tribol. Int.* 2011. Págs. 1208-1215.



- [65] S. C. Lim. “The relevance of wear-mechanism maps to mild-oxidational wear”, *Tribol. Int.* Vol. 35. 2002. Págs. 717-723.
- [66] H. So, D. S. Yu, and C. Y. Chuang. “Formation and wear mechanism of tribo-oxides and the regime of oxidational wear of steel”, *Wear.* Vol. 253. 2002. Págs. 1004-1015.
- [67] F. Zhang, T. Lei. “A study of friction-induced martensitic transformation for austenitic manganese steel”, *Wear.* 1997. Págs. 195-198.
- [68] S. M. Hsu, M. C. Shen and A. W. Ruff. “Wear prediction for metals”, *Tribology International.* 1997. Págs. 377-383.
- [69] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, and J.R. Pablo. “Sliding wear behavior of a high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel microalloyed with Nb”, *Wear.* Vol. 301. 2013, Págs. 590-597.
- [70] ASTM: ASTM E92-82, Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, Vol. 3.01, Sec. 3 (2001).
- [71] ASTM: ASTM E 8M-04, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric), Vol. 3.01, Sec. 3 (2001).
- [72] F. Prieto-García, A. M. Bolarín, Miró, F. Sánchez De Jesús and M. A. Méndez Marzo. “Efecto del sistema de agitación sobre la codepositación de alúmina en recubrimientos de niquelado químico compuesto.” *Superficies y Vacío.* 2004, Pág. 17.
- [73] B. S. Necula, I. Apachitei, L. E. Fratila-Apachitei, C. Teodosiu, J. Duszczyk. ”Stability of nano-/microsized particles in deionized water and electroless nickel solutions”. *Journal of Colloid and Interface Science.* 2007. Pág. 314.
- [74] F. Reyes-Calderon, I. Mejía, A. Boulaajaj, and J. M. Cabrera. “Effect of microalloying elements (Nb, V, Ti) on the hot flow behavior of high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel”. *Mater. Sci. Eng. A.* Vol. 560. 2013. Págs. 552–560.
- [75] M. C. M. Farias, R. M. Souza, A. Sinatora, and D. K. Tanaka, “The influence of applied load, sliding velocity and martensitic transformation on the unlubricated sliding wear of austenitic stainless steels”. *Wear.* 2007. Págs. 773-781.
- [76] S. B. Sakrani and J. L. Sullivan. Iron oxide films in tribological surfaces of alloy steel. In *third international conference on thin film physics and applications.* 1998. Págs. 175-179.
- [77] H. So. “The mechanism of oxidational wear”. *Wear.* Vol. 184. 1995. Págs. 161-167.



- [78] F. Bowden and P. Tabor. “The Friction and Lubrication of Solids”. Tribology. 1950. Págs. 5-57.
- [79] D. Prasad. “The roles of hardness in sliding behavior of metals”. Wear Vol.175. 1994. Págs. 63- 69.
- [80] I. Hutchings. “Friction and Wear of Engineering Materials”. Wear. 1992. Págs. 103-105.
- [81] T. F. T. Quinn, J. L. Sullivan, and D. M. Rowsan, “Origins and development of oxidational wear at low ambient temperatures”. Wear. Vol. 94. 1984. Págs. 175-191.
- [82] F. E. Kennedy, “Thermal and thermomechanical effects in dry sliding”. Wear. Vol. 100. 1984. Págs. 453-476.
- [83] S. H. Park, I. S. Chung and T. W. Kim. “Characterization of the high-temperature oxidation behavior in Fe-25Mn-1.5Al-0.5C alloy”. Oxidation of Metals. 1998. Págs. 349-371.
- [84] I. M. Hutchings. “Wear-resistant materials: into the next century”. Mater. Sci. Eng. A. Vol. 184. 1994. Págs. 185-195.
- [85] W. M. Rainforth, R. Stevens and J. Nutting. “Deformation structures induced by sliding contact”. Philosophical Magazine A. Vol. 66. 1992. Págs. 621-641.
- [86] N. P. Suh. “The delamination theory of wear”. Wear. Vol. 25. 1973. Págs. 111-124.
- [87] W. Bleck, and K. Phiu-on. “Effects of microalloying in multi phase steels for car body manufacture”. Microstructure and texture in steels, Springer London. 2009. Págs: 145-163.
- [88] J. Rawers, and M. Grujicic. “Effects of metal composition and temperature on the yield strength of nitrogen strengthened stainless steels”. Mater. Sci. Eng. A. Vol. 207. 1996. Págs. 188-194.
- [89] D. Tabor. “The hardness of solids”. Rev. Phys. Technol. Vol. 3. 1970. Págs. 1-145.
- [90] O. Bouazis, S. Allain, C. P. Scott, P. Cugy and D. Barbier. “High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships”. Solid State Mater. Sci.. Vol. 15. 2011. Págs. 141-168.
- [91] S. H. Wang, Z. Y. Zhang, G. D. Wang, J. L. Liu and G. F. Liang. “Microstructure and mechanical properties of strip in Fe-23Mn-3Si-3Al TWIP steel by twin roll casting”. ISIJ Int. Vol. 49. 2009. Págs. 1340-1346.
- [92] V. H. Brocado-Guerrero. “Análisis de textura de aceros laminados”. Tesis Doctoral. Universidad Autónoma de Nuevo León, México. 2013. Pág. 48.



- [93] V. Randle and O. Engler. “Introduction to Texture Analysis: Macrostructure, microstructure and orientation mapping”. CRC Press LLC, EUA. 2000. Pág. 388.
- [94] D. J. Dingley and V. Randle. “Microtexture determination by electron backscatter diffraction”. J. Mat. Sci.. Vol. 27. 1992. Págs. 4545-4566.
- [95] A. A. Saleh, E. V. and A. A. Gazder. “Microstructure and texture evolution in a twinning-induced-plasticity steel during uniaxial tension”. Acta Materialia. 2013. Vol. 61. Págs. 2671-2691.
- [96] L. Bracke, K. Verbeken and L. A. Kestens. “Texture generation and implications in TWIP steels”. Scripta Materialia. 2012. Vol. 66. Págs. 1007-1011.
- [97] A. A. Saleh, E. V. and A. A. Gazder. “Texture evolution of cold rolled and annealed Fe-24Mn-3Al-2Si-1Ni-0.06C TWIP steel”. Mater. Sci. Eng. A. 2011. Vol. 528. Págs. 4537-4549.
- [98] D. Barbier, N. Gey, N. Bozzolo, S. Allain and M. Humbert. “EBSD for analyzing the twinning microstructure in fine-grained TWIP steels and its influence on work hardening”. J. Microsc. 2009. Vol. 235. Págs. 67-78.
- [99] X. H. Fang, Y. A. N. G. Ping, F. Y. Lu and M. E. N. G. Li. “Dependence of deformation twinning on grain orientation and texture evolution of high manganese TWIP steels at different deformation temperatures”. J. Iron Steel Res. Int. 2011. Vol. 18. Págs. 46-52.
- [100] C. T. Peng, M. D. Callaghan, H. Li, K. Yan, K. D. Liss, T. D. Ngo and C. H. Choi. “On the compression behavior of an austenitic Fe-18Mn-0.6C-1.5Al twinning-induced plasticity steel”. Steel Res. Int. 2013. Vol. 84. Págs. 1281-1287.
- [101] C. T. Peng, M. D. Callaghan and H. Li. “Post-deformation microstructure and texture characterization of Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel”. Steel Res. Int. 2015. Vol. 86. Págs. 1461-1468.
- [102] S. Kikuchi. “Diffraction of cathode rays by mica”. Proc. Acad.. 1928. Vol. 4. Págs. 271-474.
- [103] M. N. Alam, M. Blackman and D. W. Pashley. “High-angle Kikuchi patterns”. Proc. Royal Soc. London. 1954. Vol. 221. Págs. 224-242.
- [104] K. Shinohara. “Diffraction of cathode rays by single crystals”. Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Res. 1932. Vol. 20. Págs. 39-51.
- [105] H. Boersch. “About bands in electron diffraction”. Physikalische Zeitschrift. 1937. Vol. 38. Págs. 1000-1004.



- [106] K. Artmann. “On the theory of Kikuchi envelops”. Zeitschrift fuer Physik. 1947. Vol. 124. Págs. 80-104.
- [107] J. A. Venables and C. J. Harland. “Electron back scattering patterns – new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope”. Phil. Mag. 1973. Vol. 27. Págs. 1193-1200.
- [108] Oxford Instruments. 2009 HKL Technology. Advanced EBSD School. Denmark.
- [109] M. Melchior. “Modelling of texture and hardening of TWIP steel”. PhD Thesis. Université catholique de Louvain. Louvain, France. 2009.
- [110] A. Rollett, F. J. Rohrer, G. S. and M. Hatherly. “Recrystallitation and related anneling phenomena”. Ed. Elsevier. 2004.
- [111] V. M. Segal. “Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation”. Mater. Sci. Eng. A. 1999. Vol. 271. Págs. 322-333.



Recomendaciones y trabajo futuro

- Debido al proceso de oxidación presente durante las condiciones de deslizamiento en seco, el efecto que podría tener la adición de los elementos microaleantes (Nb, Ti, V, Mo y Ti/B), se ve prácticamente anulado, de ahí que el presente autor, sugiera mostrar resultados de resistencia al desgaste bajo condiciones con lubricación o con ausencia de oxígeno, donde presumiblemente el efecto del maclaje y la adición de los elementos microaleantes sería más cuantificable.
- Realizar análisis EBSD con un paso más pequeño ($0.02 \mu\text{m}$ aproximadamente), para poder determinar si existen o no maclas de deformación por debajo de la superficie en contacto, y así determinar una posible correlación entre el nivel de maclaje y los resultados de desgaste.
- Realizar análisis ODFs para determinar con mayor precisión, las posibles texturas de deformación generadas durante el proceso de desgaste, y poder correlacionarlas también con los resultados de desgaste.



ANEXOS

ANEXO A.

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

La técnica de difracción de electrones retro-dispersados (del inglés Electron Backscattered Diffraction, EBSD) se basa en la adquisición de los patrones de dispersión de las muestras en volumen analizadas mediante un microscopio electrónico de barrido, acoplado con un detector EBSD HKL Technology®. El descubrimiento principal de esos patrones se remonta a 1928 cuando Kikuchi [102] dirigió un rayo de electrones de 50 keV hacia un plano de clivaje de Calcita con un ángulo incidente de 6° . A partir de ahí se llevaron a cabo diversas investigaciones para el desarrollo de la técnica [103-107]. El patrón de electrones retro-dispersados (del inglés Electron Back-scattering Pattern, EBSP) consiste en una agrupación de líneas que se interceptan entre sí, llamadas bandas o líneas de Kikuchi (KB) (Figura 92). Las KB pueden ser explicadas con razonamientos puramente geométricos a partir del conocimiento de la Ley de Bragg sobre la difracción de los planos cristalinos. La formación de un EBSP se describe a continuación:

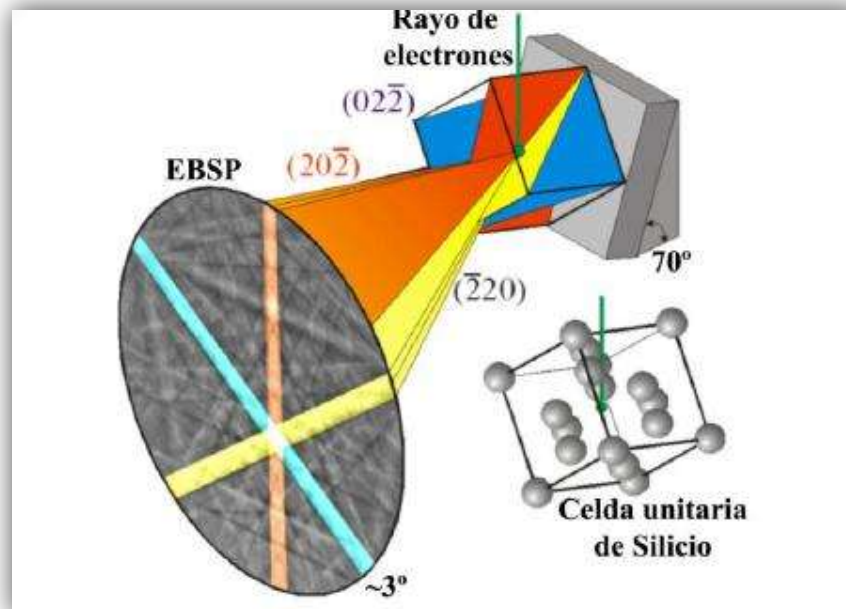


Figura 92. Tres planos de la familia $\{220\}$ son proyectados sobre la pantalla de fósforo como pares de conos casi planos (solo una pequeña parte del cono se muestra). Los conos interceptan como hipérbolas y definen las esquinas de las bandas de Kikuchi [108].

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

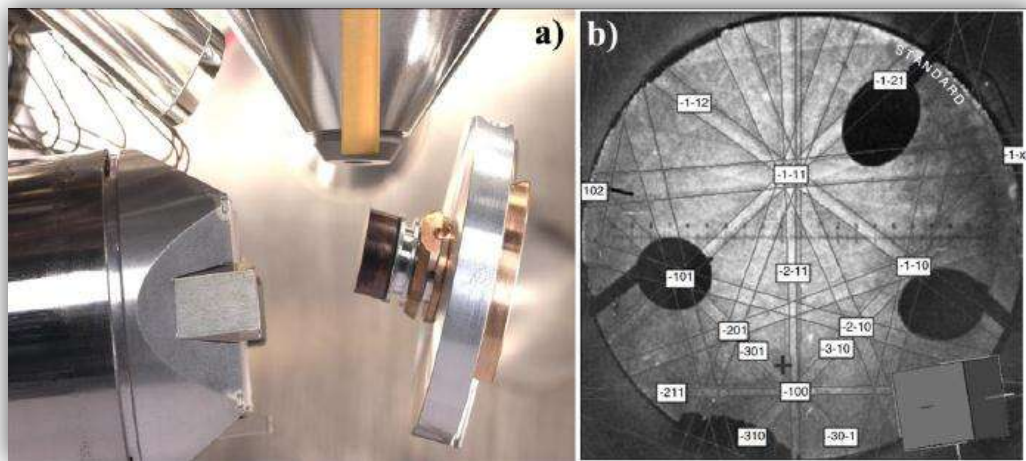


Figura 93. a) Vista lateral del detector de EBSD, la muestra de análisis, la pantalla de fósforo y el diodo detector de dispersión, b) Primeros patrones de electrones retro-dispersados (EBSP) indexados por Venables [107].

El hardware de adquisición de EBSD comprende una cámara CCD (del inglés Coupling Charge Detector o Detector de Carga Acoplada) muy sensible y un sistema para el procesamiento de imágenes. Cuando el rayo primario interactúa con la red cristalina, los electrones retro-dispersados de baja energía son canalizados en diferentes caminos que producen interferencias constructivas y destructivas. El software controla la adquisición de



datos mediante el escaneo del haz sobre la muestra en un área mallada de muestras inclinadas entre 60° y 70° con respecto a la horizontal, obteniendo la solución de los patrones de difracción en cada punto y almacenando los datos, Figura 93(a). Adicionalmente, se requiere el uso de un software para analizar, manipular y mostrar los datos recolectados, lo cual permite realizar un análisis microestructural muy completo: el estudio de las orientaciones cristalinas, el análisis de fases existentes, la caracterización y análisis de la distribución de los límites de grano, así como la evolución de la microtextura durante el proceso de deformación, Figura 93(b).

ANEXO B.

Análisis de la orientación y texturas cristalinas por EBSD.

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

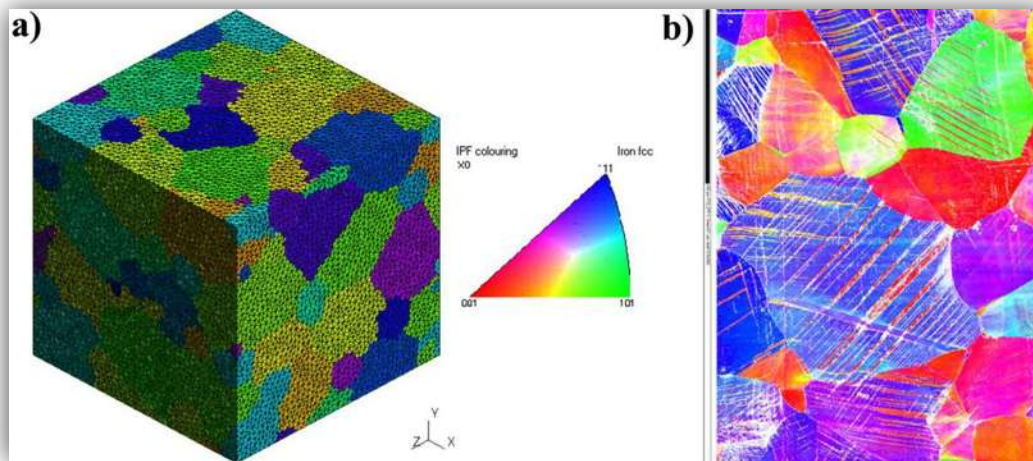


Figura 94. a) Ejemplo de un modelo estadístico representativo de la microestructura real, b) mapa de EBSD de la microestructura de un acero TWIP [109].

Dado que muchas propiedades de los materiales son anisotrópicas, el estudio de la textura tiene numerosas aplicaciones, entre las que destaca el control de los procesos de conformado. La textura está representada matemáticamente por una función de distribución de orientaciones (del inglés: Orientation Distribution Function, ODF), la cual define la probabilidad $f(g)$ que un volumen elemental (dv) presente una determinada orientación cristalina (g). La ODF puede obtenerse experimentalmente mediante MEB-EBSD, Figura 94(a), basada en la cuantificación de la fracción de volumen de cada orientación en el área mapeada, Figura 94(b), o puede derivarse de una figura de polos obtenida mediante difracción de rayos-X o neutrones. Las texturas que suelen encontrarse en metales fcc, sus



respectivas componentes, así como los ángulos de Euler correspondientes se resumen en la Tabla 10.

Tabla 10. Índices de Miller y ángulos de Euler de las orientaciones con texturas para materiales FCC [110, 111].

TIPO	COMPONENTE	{hkl} <uvw>	Ángulos de Euler (Bunge)		
			φ_1	θ	φ_2
Deformación	Bs	{011} <211>	35	45	0
	S	{123} <634>	55	35	65
	Cu	{112} <111>	90	30	45
	Shear ₁	{001} <110>	0	0	45
	Shear ₂	{111} <110>	0	55	45
	Shear ₃	{112} <110>	0	35	45
Recristalización	Goss	{011} <001>	0	45	0
	Cube	{001} <100>	0	0	0
	RC _{RD1}	{013} <100>	0	20	0
	RC _{RD2}	{023} <100>	0	35	0
	RC _{ND1}	{001} <310>	20	0	0
	RC _{ND2}	{001} <320>	35	0	0
	P	{011} <122>	70	45	0
	Q	{013} <231>	55	20	0
	R	{124} <211>	55	75	25



ANEXO C.

Publicaciones en revistas con arbitraje estricto.

- C. 1. V. H. Mercado, I. Mejía, and A. Bedolla-Jacuinde, “Dry sliding wear behavior of a high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel microalloyed with Ti”, Materials Research Society (2014). Publicado.
- C. 2. V. H. Mercado, I. Mejía, and A. Bedolla-Jacuinde, “Effect of load and sliding rate on the wear behavior of Ti-containing TWIP steel”, Journal of Materials Engineering and Performance (2016). Aceptado.
- C. 3. V. H. Mercado, I. Mejía, Y. Salinas-Escutia, and A. Bedolla-Jacuinde, “Wear resistance under non-lubricated condition of Nb-containing TWIP steel”, Materials Research Society (2016). En revisión.



Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1765 © 2015 Materials Research Society
DOI: 10.1557/opl.2015.807

Dry Sliding Wear Behavior of a High-Mn Austenitic Twinning Induced Plasticity (TWIP) Steel Microalloyed with Ti

V.H. Mercado, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde

Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio “U-5”, Ciudad Universitaria, 58066 Morelia, Michoacán, México. E-mail: vic_210583@yahoo.com.mx, imejia@umich.mx

ABSTRACT

High-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steels are the object of intense worldwide scientific study due to the promising combination of strength and ductility of these alloys. Mechanical behavior of this family of new generation steels has been extensively studied recently. However, limited information regarding their tribological properties is available in the literature. The aim of this research work is to study the wear behavior of a high-Mn austenitic Fe-20Mn-1.5Si-1.5Al-0.4C TWIP steel microalloyed with Ti. The wear behavior was evaluated under dry sliding condition by the “pin-on-ring” method. For this purpose, solution-treated samples were worn for 10 km against a counterface disc made of hardened AISI M2 steel, under loads of 52, 103 and 154 N, and at speeds of 0.20, 0.60 and 0.86 m/s. The wear resistance was evaluated from the average wear rate. Wear debris and worn surfaces were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS). The Ti addition to TWIP steel slightly improved the wear resistance particularly at a speed of 0.86 m/s and at loads of 52 and 103 N. Results show that the wear resistance increases with increasing sliding speed. This is attributed to the formation of an oxide layer acting as a protective layer against wear, which suggests that the main wear mechanism for the studied TWIP steel under these conditions is oxidative.

INTRODUCTION

High-Mn austenitic TWIP steels are currently one of the most attractive metallic materials for structural applications in the automobile, high speed-train and building industries due to their unique combination of strength and elongation [1,2]. These steels can provide both high strength and large ductility because twins produce plastic deformation and, at the same time, twin boundaries act as an obstacle for the dislocations movement [2]. The occurrence of twinning strongly depends on the stacking fault energy, which in turn depends on the chemical composition and temperature [3]. Reyes-Calderón et al. [4] have reported that the presence of microalloying elements such as Ti in high-Mn TWIP steel has a direct effect on the hot deformation activation energy (Q_{HW}), which increases up to 16%. However, very little information is available in the literature concerning steels of the Fe-Mn-Al-Si system. The literature on the wear behavior of high-Mn austenitic steels was initially focused on the Hadfield steels, because this kind of steel has been widely used for railway switches and crossings for more than a century [5]. The good wear resistance of this kind of steel in the presence of impact loads is directly related to rapid work hardening, which is attributed to fine mechanical twinning, stacking fault-dislocation interactions, and carbon atom-dislocation interactions [6-8]. In the last years, the study of mechanical behavior of new generation TWIP steels has been extensively studied. However, there are just a few studies strictly focused on their tribological properties.

The main objective of this work is to study the wear behavior of a high-Mn austenitic Fe-20Mn-1.5Si-1.5Al-0.4C TWIP steel microalloyed with Ti, particularly the effect of the sliding rate and load on the wear rate.

EXPERIMENTAL DETAILS

A high-Mn austenitic Fe-20Mn-1.5Si-1.5Al-0.4C TWIP steel microalloyed with Ti was melted under laboratory conditions using high purity raw materials, in a 25 kg capacity induction furnace. Chemical composition of the studied TWIP steel is shown in **Table I**.

Table I. Chemical analysis of the studied TWIP steel microalloyed with Ti (wt %).

TWIP Steel	C	Mn	Al	Si	Ti	Fe
TWIP-Ti	0.40	20	1.5	1.5	0.03	Bal.

Rectangular specimens were homogenized at 1200 °C for 5h and slowly cooled down to room temperature. Specimens were reheated at 1200 °C and rolled to 60 % thickness reduction, followed by solution heat treatment at 1150 °C for 1h and then water quenched. The wear behavior was evaluated under dry sliding conditions by the ‘‘pin-on-ring’’ method. For this purpose, solution-treated samples of 10 x 10 x 15 mm³ were worn for 10 km against a 6 cm diameter counter face disc made of hardened (63HRC) AISI M2 tool steel. The experiments were undertaken at room temperature and both pin and counter face were polished with 1 μm diamond paste. The applied loads were 52, 103 and 154 N, and the linear sliding rates were 0.20, 0.60 and 0.86 m/s. Wear debris and worn surfaces were characterized using scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS).

DISCUSSION

Wear resistance as a function of the average wear rate

Fig. 1 shows the average wear rate as a function of the applied load during the sliding wear test of the studied Fe-20Mn-1.5Si-1.5Al-0.4C TWIP steel microalloyed with Ti after 10 km sliding distance.

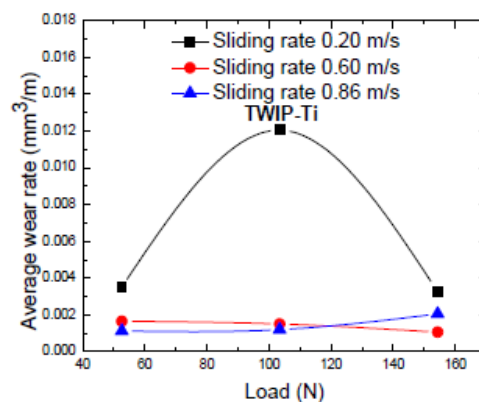


Figure 1. Average wear rate of the studied TWIP-Ti steel under different conditions of sliding wear.

TWIP-Ti steel shows that wear rate decreases at high sliding rate (0.86 and 0.60 m/s) and the effect of load is very low at these higher sliding speeds. However, at low sliding rate (0.20 m/s) the average wear rate tends to decrease as the applied load increases. It is well-known that applied load, speed rate and type of contact (rolling or/and sliding) are traditionally considered as the most important parameters in the wear testing of materials [9-11], which is entirely in accordance with the current TWIP steel. On the other hand, all mechanisms known for strengthening of bulk metals can be activated locally in the surface layer during tribological contact, e.g., deformation hardening, grain refinement, hard phase generation, solute strengthening, particle strengthening, etc. [12]. The most marked difference in the wear behavior was noted for the experiments at 103 N and 0.2 m/s, where the average wear rate is the highest, which is associated with the formation of an oxide protective layer against wear. This oxide layer is supposed to get a large thickness since it must be well attached to the substrate, and the level of attachment may be defined by the degree of deformation of the substrate just below the oxide layer, as shown in **Fig. 2**. The authors consider that the Ti-microalloyed steel, due to the presence of TiC precipitates, develops a very low deformation below the worn surface, which allows the formation of a protective thick oxide layer. When this thick layer detaches from the substrate, large lamellas will be observed from the wear debris, as shown in **Fig. 5b**. The effect of TiC as particle-strengthening below the worn surface maybe negligible for more severe wear conditions (154 N and 0.86 m/s) and wear rate consequently increases. Many authors [13-14] have determined that at high loads, the contact temperature is increased. This temperature may be greater than 400 °C if the sliding rate and contact pressure are sufficiently high, which induces the oxidative wear of steels.

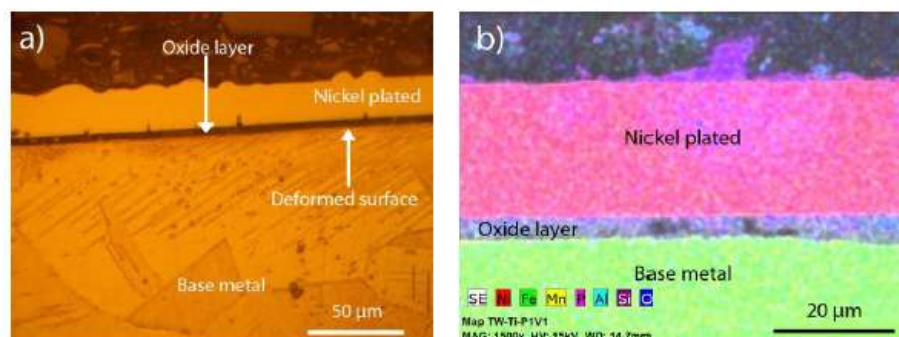


Figure 2. LOM and SEM micrographs showing detail of the oxide and deformed surface layers of the TWIP-Ti steel.

Results of Mejía et al. [15] about average wear rate of non-microalloyed TWIP steel show similar trends: wear rate decreases at high sliding rate (0.86 m/s). However, at low sliding rate (0.20 m/s) the average wear rate tends to decrease as the applied load increases. Despite the fact that the TWIP-Ti steel is harder, the wear behavior is similar to the non-microalloyed steel, although a better wear resistance associated to a higher hardness would be expected, according to Archard's law [16]. The most marked difference in the wear behavior was noted for the experiments at 52 and 154 N and 0.2 m/s, where the average wear rate is lower for the TWIP-Ti steel.

Worn surfaces

Fig. 3 shows high magnification SEM images of the worn surface of TWIP-Ti steel. As can be seen, the worn surface topography is covered with oxides, which are distributed between asperities. The worn surface is smooth and exhibits the distinct feature of an elevated, oxidized plateau with defined borders from its surroundings. Loosely adhering granular debris are lying on the surface, appearing to be the outcome of the layer's disintegration. According to Inman et al. [17], mild-oxidational wear is developed under the present tribological conditions and it is evidenced by the oxidation of acting bodies' debris. At room temperatures these debris remain in the form of loose particles, whilst from 500 °C the particles become compacted and sintered together to form a wear protective “glaze” layer. Interrelation and interdependence of tribo-oxidation and fragmentation or delamination of the surface layers of metals are the basis of mild wear operating conditions [18].

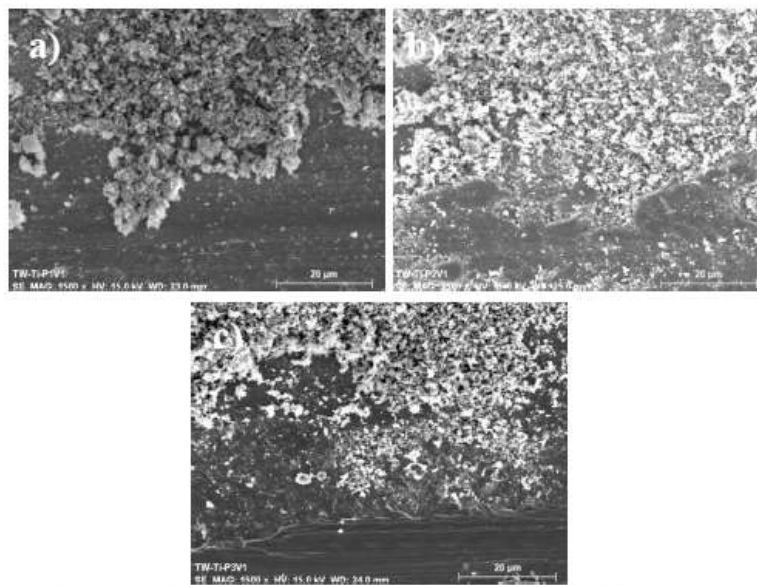


Figure 3. Worn surface morphologies of the TWIP-Ti steel after different conditions of sliding wear: (a) 52 N and 0.20 m/s; (b) 103 N and 0.20 m/s; (c) 154 N and 0.20 m/s.

It is well-known that the tribological functions of oxides formed during friction processes prevent the metallic contact between sliding surfaces and serve as a supplementary and effective lubricant [19]. In the case of mild-oxidative wear of ferrous surfaces, the contact temperature is high enough to cause local “hot-spot” oxidation. This oxide film is thin, patchy, brittle, and spalls off at a critical thickness. SEM-EDS analysis of the worn surface shows that the films contain significant quantities of oxygen as well as the constituents of TWIP-Ti steel (Mn, Al and Si), as shown in **Fig. 4a** at low sliding rate and load. It is worth noting that the typical constituents of the AISI M2 counterface disc such as Mo, W, Cr and V are contained at high sliding rate and load condition (see **Fig. 4b**), which suggests mass transfer by severe wear condition.

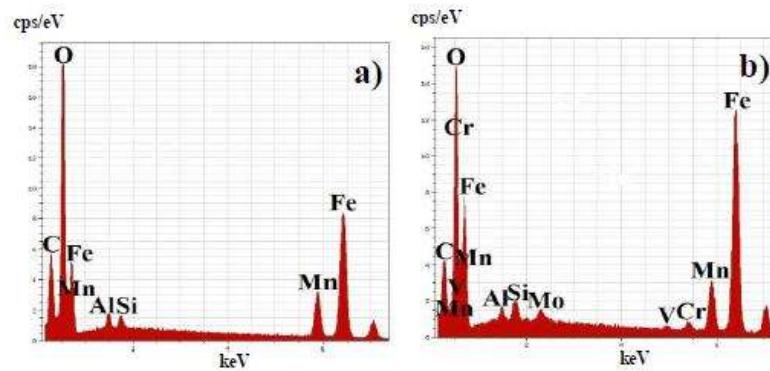


Figure 4. SEM-EDS analysis of worn surface for the TWIP-Ti steel. (a) 0.20 m/s and 52 N and (b) 0.86 m/s and 154 N.

Wear debris analysis

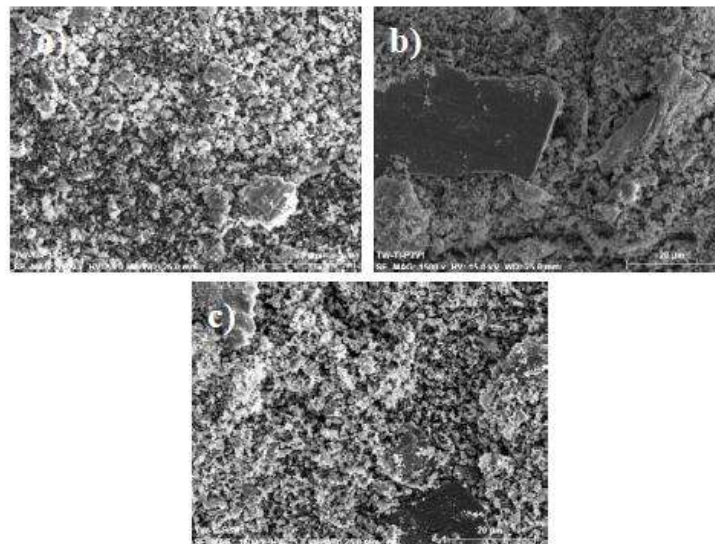


Figure 5. SEM micrographs of wear debris for the TWIP-Ti steel: (a) 52 N and 0.20 m/s; (b) 103 N and 0.20 m/s; (c) 154 N and 0.20 m/s.

Fig. 5 shows the wear debris of the TWIP-Ti steel. In general, wear debris of this steel consists of a mixture of oxide particles and plate-like metallic powders. Straffelini et al. [13] have demonstrated that the formation of rounded and agglomerated oxide particles is a result of oxidative wear. These results suggest that one of the main wear mechanisms in the TWIP steel microalloyed with Ti is oxidative under the test conditions.

CONCLUSIONS

The studied microalloyed TWIP-Ti steel shows a significant increase of the wear resistance in terms of average wear rate as the sliding speed increased from 0.20 to 0.86 m/s at any applied



load. The load had very low influence on the wear rate for the tests undertaken at 0.86 m/s sliding speed. On the other hand, a decrease in wear rate was noted for the speed of 0.20 m/s and it was attributed to the development of a protective oxide layer. The main wear mechanism in microalloyed TWIP-Ti steel may be oxidative; particularly at 0.86 m/s sliding speed, the oxidation level is so high that the effect of load is negligible in determining the wear rate. The Ti-microalloying addition to present TWIP steel slightly improved the wear resistance only for the applied loads of 56 and 154 N and at sliding speed of 0.20 m/s, which could be associated with precipitation and strain hardening.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología-México) for the support during the project CB-2012-01-0177572. The present research project was also supported by the Coordinación de la Investigación Científica-UMSNH (México) (CIC-1.8). V.H. Mercado's studies are sponsored by the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología-México), N.B. [242326].

REFERENCES

1. O. Grässel, L. Krüger, G. Frommeyer and L.W. Meyer, *J. Plasticity* **16**, 1392-1409 (2000).
2. O. Bouaziz and N. Guelton, *Mater. Sci. Eng. A* **319-321**, 246-249 (2001).
3. A. Soulami, K.S. Choi, Y.F. Shen, W. Liu, X. Sun and M.A. Khaleel, *Mater. Sci. Eng. A* **528**, 1402-1408 (2011).
4. F. Reyes-Calderón, I. Mejía and J.M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* **562**, 46-52 (2013).
5. P. Clayton, R. Devanathan, N. Jin and R.K. Steele, *International Conference on Rail Quality and Maintenance for Modern Rail Way Operation*, edited by J.J. Kalker (Kluwer Academic Publishers, Delft, 1992), pp. 41-51.
6. K.S. Raghavan, A.S. Sastri and M.J. Marcinkowski, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* **245**, 1569-1575 (1969).
7. Dj. Drobnjak and J.G. Parr, *Metall. Mater. Trans. B* **1**, 759-765 (1970).
8. C.H. White and R.W.K. Honeycombe, *J. Iron Steel Int.* **200**, 457-466 (1963).
9. S.M. Hsu, M.C. Shen and A.W. Ruff, *Tribol. Int.* **30**, 377-383 (1997).
10. M.C.M. Farias, R.M. Souza, A. Sinatora and D.K. Tanaka, *Wear* **263**, 773-781 (2007).
11. S.C. Lim, *Tribol. Int.* **35**, 717-723 (2002).
12. W.D. Callister Jr., *Materials Science and Engineering-An Introduction*, (John Wiley and Sons, Inc., New York, 2003), pp. 188-191.
13. G. Straffelini, D. Trabucco and A. Molinari, *Wear* **250**, 485-491 (2001).
14. T.F.T. Quinn, J.L. Sullivan and D.M. Rowsan, *Wear* **94**, 175-191 (1984).
15. I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde and J.R. Pablo, *Wear* **301**, 590-597 (2013).
16. J.F. Archard, *J. Appl. Phys.* **24**, 981-988 (1953).
17. I.A. Inman, P.K. Datta, H.L. Du, J.S. Burnell-Gray, S. Pierzgalski and Q. Luo, *Tribol. Int.* **38**, 812-818 (2005).
18. I.I. Garbar, *Tribol. Int.* **35**, 749-755 (2002).
19. H. Kato, *Tribol. Int.* **41**, 735-742 (2008).



12/2017

ScholarOne Manuscripts

Journal of Materials Engineering and Performance

Preview

From: asthanar@uwstout.edu

To: vic_210583@yahoo.com.mx

CC:

Subject: Journal of Materials Engineering and Performance - Decision on Manuscript ID JMPEP-16-06-10842

Body: 19-Sep-2016

Dear Mr. Mercado Lemus:

Manuscript ID JMPEP-16-06-10842 entitled "Effect of load and sliding rate on the wear behavior of Ti-containing TWIP steel" which you submitted to the Journal of Materials Engineering and Performance, has been reviewed. The comments of the reviewer(s) are included at the bottom of this letter.

The reviewer(s) have recommended publication, but also suggest some minor revisions to your manuscript. Therefore, I invite you to respond to the reviewer(s)' comments and revise your manuscript.

To revise your manuscript, log into <https://mc.manuscriptcentral.com/jmep> and enter your Author Center, where you will find your manuscript title listed under "Manuscripts with Decisions." Under "Actions," click on "Create a Revision." Your manuscript number has been appended to denote a revision.

You will be unable to make your revisions on the originally submitted version of the manuscript. Instead, revise your manuscript using a word processing program and save it on your computer. Please also highlight the changes to your manuscript within the document by using the track changes made in MS Word or by using bold or colored text.

Once the revised manuscript is prepared, you can upload it and submit it through your Author Center.

When submitting your revised manuscript, you will be able to respond to the comments made by the reviewer(s) in the space provided. You can use this space to document any changes you make to the original manuscript. In order to expedite the processing of the revised manuscript, please be as specific as possible in your response to the reviewer(s).

IMPORTANT: Your original files are available to you when you upload your revised manuscript. Please delete any redundant files before completing the submission.

Because we are trying to facilitate timely publication of manuscripts submitted to the Journal of Materials Engineering and Performance, your revised manuscript should be uploaded as soon as possible. If it is not possible for you to submit your revision in a reasonable amount of time, we may have to consider your paper as a new submission.

Once again, thank you for submitting your manuscript to the Journal of Materials Engineering and Performance and I look forward to receiving your revision.

Sincerely,

Dr. Rajiv Asthana

Editor in Chief, Journal of Materials Engineering and Performance

asthanar@uwstout.edu



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Effect of load and sliding rate on the wear behavior of Ti-containing TWIP steel

V.H. Mercado^{a*}, I. Mejía^a, A. Bedolla-Jacuinde^a

^aInstituto de Investigaciones Metalúrgicas,
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo,
Edificio “U-5”, Ciudad Universitaria, 58066 Morelia, Michoacán, México.

* Corresponding author. Tel.: +52 (443) 322 3500 Ext: 4034; Fax: +52 (443) 322 3500
Ext: 4010. E-mail address: vic_210583@yahoo.com.mx, i.mejia_granados@gmail.com



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Abstract

This work studied the effects of load and sliding rate on the wear behavior under dry sliding contact of a Ti-containing high-Mn austenitic Fe–21Mn–1.2Si–1.6Al–0.45C TWIP steel. The wear behavior was investigated using a pin-on-ring configuration. For this purpose, as-solution heat treated samples were worn at different loads (53, 104, 154 N) and sliding rates (0.22, 0.60, 0.87 m/s). TWIP steels in as-solution condition were characterized by optical microscopy (LOM), X-ray diffraction (XRD) and tensile and Vickers hardness test. Likewise, wear debris and worn surfaces were characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (SEM–EDS) and XRD. In addition, worn surfaces were nickel-plated autocatalytically in order to protect the oxide and deformed surface layers generated under wear test conditions. In general, wear resistance of the studied TWIP steels increases at high sliding rate, Ti addition to TWIP steel moderately improves the wear behavior and the main wear mechanism is oxidative.

Keywords: Twinning induced plasticity (TWIP) steel; Ti-microalloying element; Pin-on-ring configuration; Sliding wear; Electroless nickel plating technique.

1. Introduction

Nowadays, high-Mn austenitic steels offer a perfect combination of high strength and ductility by so-called twinning induced plasticity (TWIP) mechanism. This “twinning” deformation mechanism has been extensively studied in the past for many researches around the world [1-4]. It is well-known, that the automotive industry increasingly requires structural parts with excellent properties of strength, ductility and impact, where TWIP steels have demonstrated a high potential for improving both safety of passengers and lower fuel consumption [5-7].

Recently, novel advanced high-strength steels (AHSS) are being researched and developed [8], which are characterized by a complex physical metallurgy, i.e., solid solution and precipitation hardening, phase transformations, grain refinement and microalloying elements in the composition. It is well-known that Ti, Nb, V and B additions significantly improve the microstructure and strength of AHSS’s [9], particularly where yield strength is relatively low, such as TWIP steels. Different types of microalloying elements added in



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

small quantities, less than 0.2 wt %, can form carbides, nitrides and carbonitrides. These microalloying elements can generate an improvement in mechanical properties by grain refinement and precipitation hardening, acceleration or retardation of phase transformations and by affecting the diffusion kinetics. In this context, Scott et al. [10] have reported that addition of microalloying elements Ti, Nb and V to high-Mn steels improves the mechanical properties in both hot and cold rolled condition, and Ti additions produce the highest increase of yield strength. Currently, there is not much information available in the literature about Fe-Mn-Al-Si system. Initially, studies on wear behavior of high-Mn steels was focused in Hadfield steels, which have been widely used for wear resistant parts in industries such as railroad, mining and foundry[11]. The good wear behavior under impact loads in this kind of steels is associated to high work hardening that induces γ to α or ϵ -martensite transformation, formation of twins and dislocation interactions [12-15]. Wear and friction studies in Hadfield steels conducted by Bhattacharyya [16] shown that in dry condition, both friction coefficient and wear rate increased at low sliding rate [16]. In the last years, the new generation TWIP steels have been extensively studied, particularly the effect of chemical composition on the deformation mechanisms, mechanical properties, stacking fault energy (SFE) and phase transformations during cold deformation processes [17-21]. However, there are not many studies focused on their tribological properties. Recently, Mejía et al. [22] worked with TWIP steels and found that wear resistance improve as applied load increases. On the other hand, Si et al. [23] determined that $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation improves wear resistance in high-silicon and high-manganese steels. This research work focuses on the effects of load and sliding rate on the wear behavior of Ti-free and Ti-containing high-Mn austenitic TWIP steels.

2. Material and methods

Ti-free (TW-NM) and Ti-containing (TW-Ti) Fe-21Mn-1.2Si-1.6Al-0.45C TWIP steels were made in an induction furnace in the Foundry Lab of the Metallurgical Research Institute-UMSNH. Chemical compositions of the studied TWIP steels are shown in Table 1. Samples from the ingots were homogenized at 1200 °C and and rolled to 65% thickness reduction, followed by solution heat treatment at 1150 °C. As-solution treated condition



TWIP steels were characterized by optical microscopy (LOM), X-ray diffraction (XRD), Vickers hardness and uniaxial tensile tests.

Table 1. Chemical analysis of studied TWIP steels (wt %).

TWIP Steel	Elements (wt. %)						
	C	Mn	Al	Si	Ti	N	Fe
TW-NM	0.45	21	1.6	1.2	-	0.012	Bal.
TW-Ti	0.45	21	1.6	1.2	0.05	0.022	Bal.

The average grain size was determined using the Sigma Scan Pro 5.0[®] software in accordance with the Jeffries procedure described in ASTM E-112 [24]. Reduced ASTM-E8 [25] tensile test specimens were machined from the as-solution treated plates and tested in uniaxial tension up to strain-to-failure in an INSTRON-5585H universal testing machine. Strain hardening exponent (n) of the TWIP steels was calculated using the Hollomon model [26]. The wear behavior was evaluated under dry sliding condition using a pin-on-ring configuration. As-solution treated samples ($9 \times 10 \times 14 \text{ mm}^3$) were worn for 10 km against a 60 mm diameter counterface ring made of quenched and tempered (Q+T) AISI M2 tool steel (63 HRC). Wear tests were carried out at room temperature at different loads (53, 104 and 154 N) and sliding rates (0.22, 0.60 and 0.87 m/s), and both pin and counterface were polished with 3 micron diamond paste ($R_a=0.24\mu\text{m}$) before each test. Friction coefficient was measured during each test by a load cell and the weight losses were measured by a precision balance. Wear resistance was determined as a wear rate from the volume loss of unit sliding distance (mm^3/m), where the volume loss was achieved by the mass loss divided by the density of the TWIP steel (7300 kg/m^3). Wear debris and worn surfaces were characterized using scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) and XRD. XRD patterns were recorded using $\text{CuK}\alpha$ radiation with scanning rate of $0.015 \text{ }^\circ\text{s}^{-1}$ over a 2θ range from 20° to 120° . Vickers hardness was measured with a force of 100 kgf (HV/100) according to ASTM E 384 [27].

The worn surfaces were nickel-plated autocatalytically by the technique of electroless nickel plating, in order to protect the oxide and deformed surface layers generated under

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

wear test conditions. The chemical composition of the solution used is shown in **Table 2**, and the work conditions were as follows: pH = 4.5, temperature = 85 ° C, test time = 4 hours (all conditions). The specimens were then subjected to polishing at a speed of 150 rpm. It is worth noting that polishing was carried out with reasonably low pressure and using low flow of water in order to avoid altering the oxide layer generated during different wear test conditions. Finally, polished specimens were characterized using optical microscope (LOM), scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS).

Table 2. Chemical composition of the electroless nickel plating solution [28, 29].

Component	Chemical composition	Quantity
Water	H ₂ O	500 ml
Nickel sulfate	NiSO ₄	43.81 g
Sodium hypophosphite	NaH ₂ PO ₂	22.08 g
Propionic acid	C ₃ H ₆ O ₂	6.175 g
Lactic acid	C ₃ H ₆ O ₃	21.375 g
Lead	Pb	0.002 g
Sodium acetate (acetic acid)	CH ₃ COONa	34.2 g

3. Results and discussion

3.1. As-solution heat treated condition: microstructure, XRD and mechanical properties.

Optical micrographs in as-solution heat treated condition for the studied TWIP steels are shown in **Fig. 1**. As shown from micrographs, the microstructure consists mainly of equiaxed austenite grains and the presence of annealing twins is evident in some grains. The average grain size is 113.9 ± 79.7 and $37.9 \pm 27.8 \mu\text{m}$, for Ti-free and Ti-containing TWIP steels, respectively.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

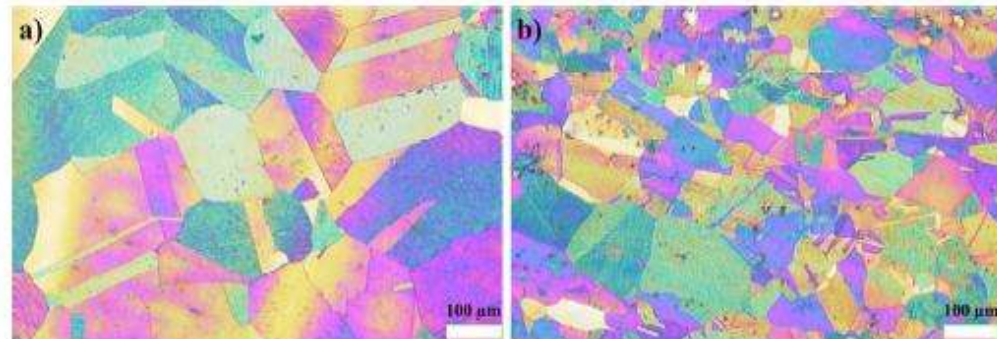


Fig. 1. Optical micrographs of the studied TWIP steels in as-solution heat treated condition. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

XRD patterns in the as-solution heat treated condition for the TWIP steels are shown in **Fig. 2**. Before wear test, XRD results showed a complete austenite (FCC) phase. It is worth noting that was not detected any phase transformation, and all specimens appear to be single phase. Mechanical properties results reveal that TWIP steels in as-solution heat treated condition have yielding strength (YS, 0.2% offset) of 355-378 MPa, ultimate tensile strength (UTS) of 791-814 MPa and elongation (EL) to fracture of 62-78.4%, as shown **Table 3**. In this case, YS and UTS values are closer for both TWIP steels, but %EL to fracture of Ti-containing TWIP steel is lower than Ti-free one, which is associated to the presence of Ti(C,N) precipitates along austenite grain boundaries [30].

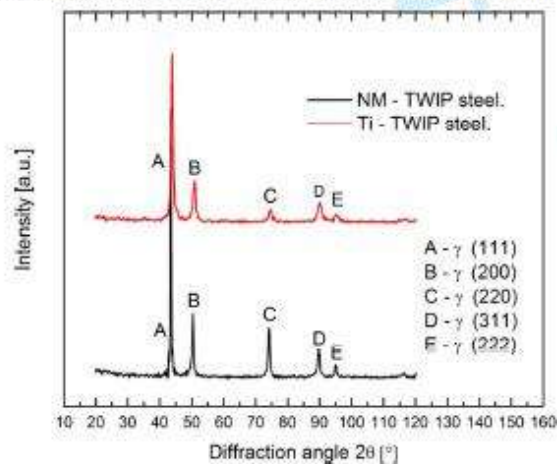


Fig. 2. XRD patterns of the studied TWIP steels in as-solution heat treated condition.



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Table 3. Mechanical properties of the studied TWIP steels in as-solution heat treated condition.

TWIP steel	YS (0.2 % offset) (MPa)	UTS (MPa)	Elongation to fracture (%)	Strain hardening exponent, n_H	Hardness HV/50 (MPa)
TW-NM	355	791	78.4	0.46	207 ± 5 (2030 ± 49)
TW-Ti	378	814	62	0.46	224 ± 4 (2197 ± 39)

It is worth mention that studied TWIP steels exhibit strain hardening exponent (n_H) far higher (0.46) than conventional carbon steels. In this case, the increase in strain hardening rate is associated with twin boundaries acting as obstacles to dislocation glide, i.e., a significant reduction in the dislocation slip mean free path. The observed increase in n_H value indicates that twinning strengthening mechanism plays an important role in the studied TWIP steels. On the other hand, Vickers hardness value of Ti-containing TWIP steel is slightly higher (224 HV/50 (2197 MPa)) than the Ti-free one (207 HV/50 (2030 MPa)), which is associated with Ti addition by solid-solution and precipitation hardening, and grain refinement as can be seen in **Fig. 1b**.

3.2. Wear resistance and friction coefficient results

Average wear rate of the studied TWIP steels as a function of sliding rate after 10 km sliding distance during wear test is shown in **Fig. 3**.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

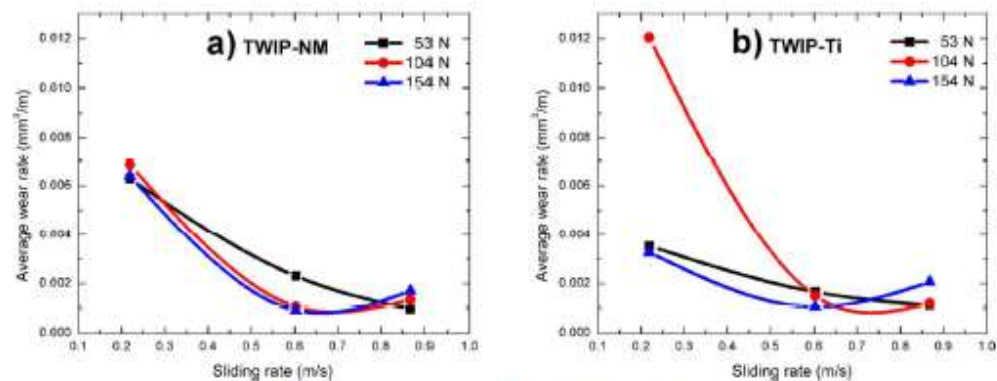


Fig. 3. Average wear rate of the studied TWIP steels. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

As shown from **Fig. 3**, both TWIP steels show similar trends, i.e., wear rate decreases as sliding rate increases, and the applied load appears to have no significant effect. On the other hand, at low sliding rate (0.22 m/s) the average wear rate tends to decrease as the applied load increases, particularly in the Ti-containing TWIP steel. Several researchers suggest that applied load and sliding rate are the main parameters in the wear testing of materials [31-33], which is completely in agreement with the present TWIP steel. Moreover, it is well-known that strengthening mechanism of bulk metals such as deformation hardening, grain refinement, hard phase generation, solute strengthening and particle strengthening, are also activated during tribological contact [34]. It is worth mentioning that the most marked difference in the experiments was at 0.22 m/s and 104 N, where the average wear rate exhibits the highest value, which is associated with changes in both friction coefficient and oxide layer thickness, as will be discussed further on (see **Figs. 4** and **14**). In this context, oxide layer is suggested to get a large thickness and well attached to substrate, whose attachment level is defined by the deformation level in the subsurface. The present authors suggest that the Ti-containing TWIP steel develops low deformation below the worn surface due to the presence of TiC precipitates, which promotes the evolution of a protective thick oxide layer. In this way, if the oxide layer is removed from substrate, then large lamellas are remarkable in the wear debris, which is discussed further in section 3.4 (**Fig. 11d**). The effect of TiC as particle-strengthening below the worn

surface can be more significant for more severe wear conditions (154 N and 0.87 m/s), and therefore wear rate decreases.

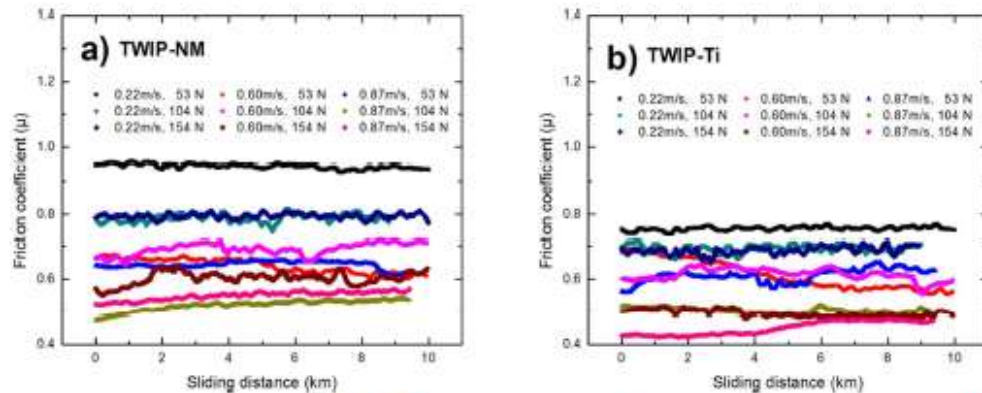


Fig. 4. Friction coefficient (μ) evolution as a function of sliding distance. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Figs. 4 and 5 show the friction coefficient (μ) under different conditions of sliding rate and load of the present TWIP steels as a function of sliding distance. In general, friction coefficient results indicate that this parameter tends to a steady state regime, and it varies between 0.4 and 1 for all test conditions. It is also clear that the friction coefficient value is higher at low load (53 N), and lower at high sliding rate (0.87 m/s). The increase in friction coefficient is associated to direct metal-on-metal contact, which promotes the adhesion mechanism. On the other hand, the reduction in friction is caused by development of an oxide layer on the worn surface, which prevents the metal-on-metal contact.

It is clear that friction coefficient (μ) decreases as sliding rate increases; such a reduction is associated with a thicker oxide layer acting as an effective lubricant. Bhattacharya's research work [16] on Hadfield steel wear shows that under dry friction, friction coefficient and wear rate tend to decrease as sliding rate increases, which is typical of hard materials with slightly negative slope in μ values in a large range of sliding rates. On the other hand, Straffelini et al. [35] and Quinn et al. [36] have determined that at high loads and sliding rates, the contact temperature is increased. This increase in temperature could be higher than 400 °C if the sliding rate and contact pressure conditions are high enough, and consequently oxidative wear is strongly promoted due to a lower μ , as shown in Fig. 5.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Research work of the present authors [22] about wear behavior of Nb-containing TWIP steel show similar results, i.e., wear rate decreases as sliding rate increases. It was also found that at low sliding rate, wear rate tends to decrease as applied load increases. It is worth noting that wear behavior is similar in both Ti-free and Ti-containing TWIP steel; although according to Archard's law [37], it would expect higher wear resistance with higher hardness. In this case, Ti-containing TWIP steel showed greater wear resistance for the experiments at sliding rate of 0.22 m/s and loads of 53 and 154 N, where the average wear rate was lower compared to Ti-free TWIP steel.

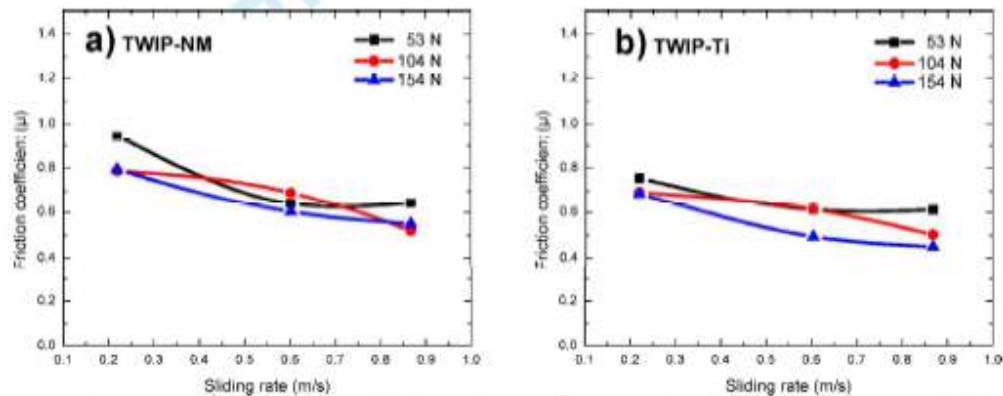


Fig. 5. Friction coefficient as a function of sliding rate. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

3.3. Worn surfaces analysis

Figs. 6 and 8 show SEM images of the worn surfaces of the Ti-free and Ti-containing TWIP steels, respectively. It is evident that the topography of the worn surface is covered with oxide formations, which are distributed mostly between asperities. It is clear that worn surface is smooth and it shows an elevated and oxidized plateau with well-defined borders. Also, poorly adhering granular debris are along the surface, which are the result of the disintegration of layers. On the basis the above, it is evident that mild-oxidational wear behavior predominates in the current tribological conditions, which is evidenced by the oxidation of contact bodies and the formation of wear debris, as mentioned by Inman et al. [38]. In this way, at low temperatures these debris remain in the form of detached particles, while at temperatures higher than 500 °C the particles become compacted and sintered

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

together in order to form a protective layer against wear. According to Garbar [39], the interdependence between tribo-oxidation and fragmentation of the surface layers in metals and metal alloys is the basis of mild-oxidational wear.

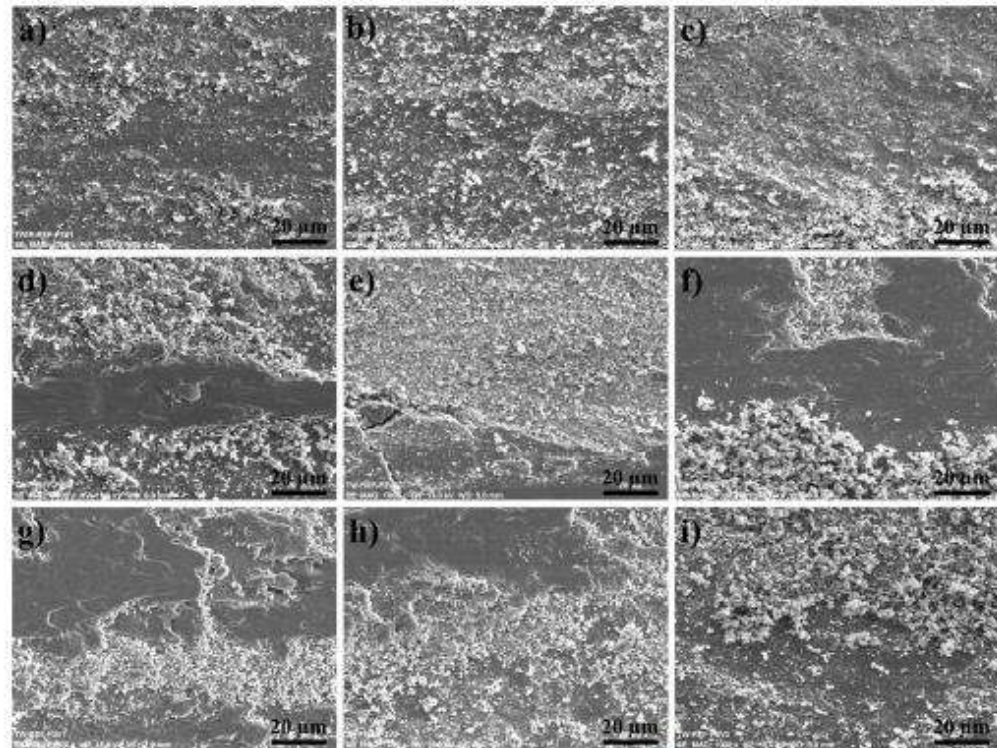


Fig. 6. Worn surface morphologies of Ti-free TWIP steel after different conditions of sliding wear. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

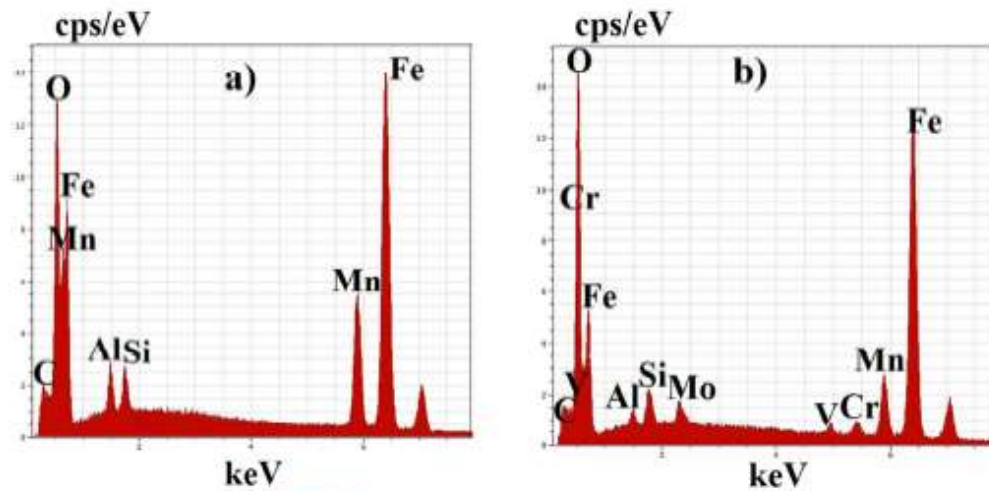


Fig. 7. SEM-EDS analysis of worn surface for Ti-free TWIP steel. (a) 0.22 m/s and 53 N and (b) 0.87 m/s and 154 N.

Moreover, Kato [40] has determined that oxides formed during friction processes prevent the metallic contact between surfaces reducing the friction coefficient, which significantly improves the wear resistance. Typically, mild-oxidational wear in ferrous alloys is product of high temperatures in the contact surface, which induces local “hot-spot” oxidation. Thus, the resulting oxide layer is thin, patchy and brittle, which spalls off at a critical thickness. SEM-EDS characterization of the worn surface reveals the existence of significant quantities of oxygen and the main constituents (Mn, Al and Si) of the studied TWIP steels, as seen from Figs. 7a and 9a at low sliding rate and load. It is clear that elements of the counterface ring (AISI M2 tool steel) such as Mo, W, Cr and V are contained at high sliding rate and load condition (as shown in Figs. 7b and 9b), which indicates that mass transfer is greater due to more severe wear condition. It is also worth noting that oxygen content increases as the sliding rate and load increases, which indicates that oxidation wear is being promoted by a repeated process of formation and destruction of the oxide layer, as can be seen in the present work.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

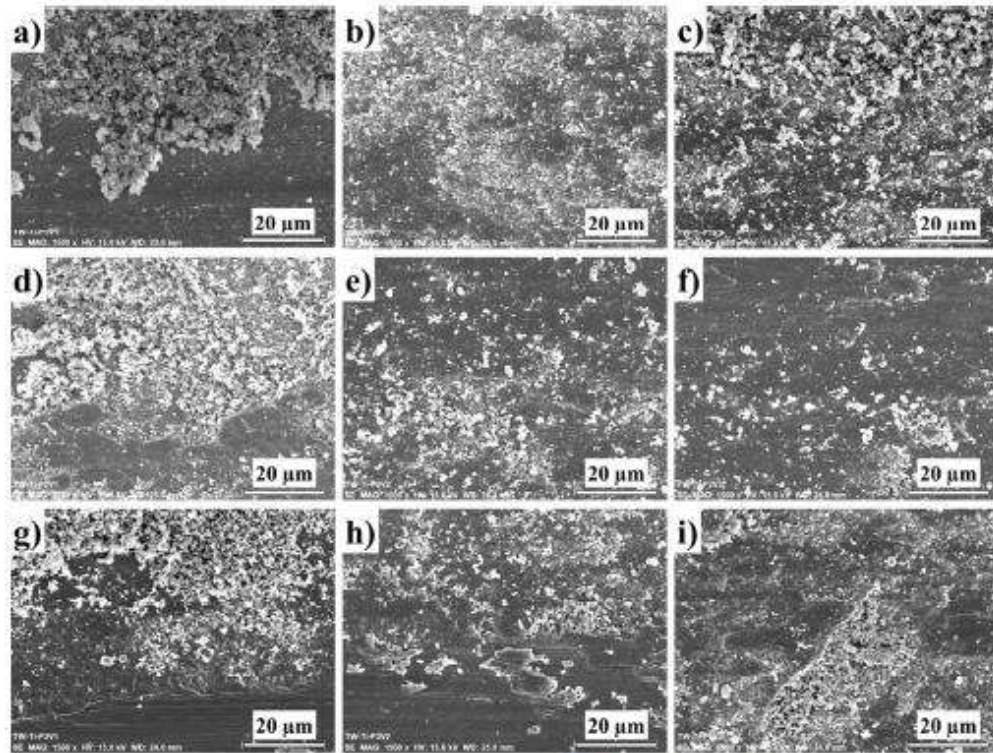


Fig. 8. Worn surface morphologies of Ti-containing TWIP steel after different conditions of sliding wear. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

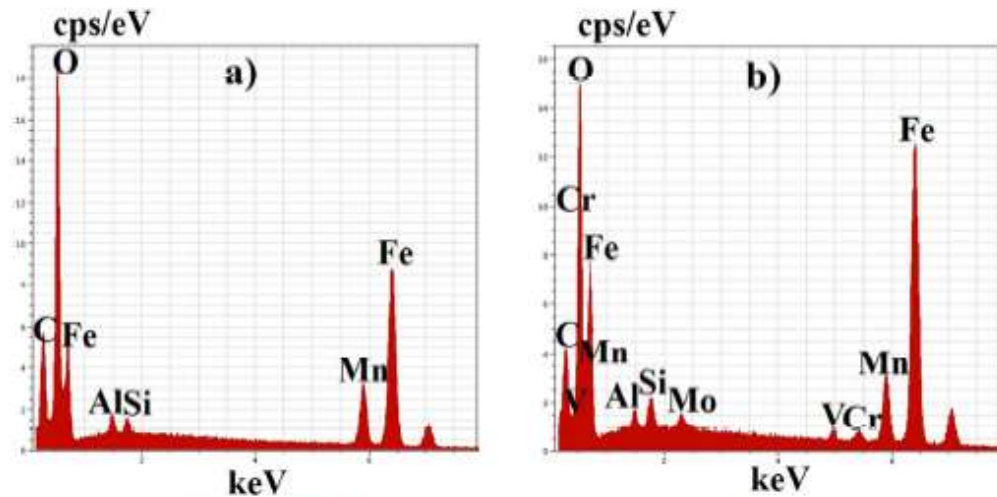


Fig. 9. SEM-EDS analysis of worn surface for Ti-containing TWIP steel. (a) 0.22 m/s and 53 N and (b) 0.87 m/s and 154 N.

3.4. Wear debris analysis

Figs. 10 and 11 show SEM micrographs of the wear debris of Ti-free and Ti-containing TWIP steels, respectively. As can be seen from micrographs, wear debris of both studied TWIP steels consists of a mixture of oxide, agglomerated oxide and plate-like metallic particles. In this case, the formation of rounded and agglomerated oxide particles is a result of oxidative wear, as noted by Straffelini et al. [35]. The above results show that the main wear mechanism of the studied TWIP steels is oxidative at all sliding rate and load conditions.

XRD patterns of wear debris for both TWIP steels for all conditions of sliding rate and load are shown in Fig. 12. As shown from X-ray diffraction data, the present oxide phases are predominantly composed of a mixture of Fe_2O_3 and Fe_3O_4 , and minor amounts of other complex compounds as MnFe_2O_3 , FeSiO and Mn_2AlO_4 , which can be formed due to high content of Mn, Si and Al in the TWIP steel. X-ray diffraction analyses also revealed that FCC austenite was formed, particularly at higher sliding rate and load, and neither α - nor ϵ -martensite phase was detected. The presence of FCC austenite in the wear debris suggests that base metal particles have been removed by oxide particles during wear tests.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

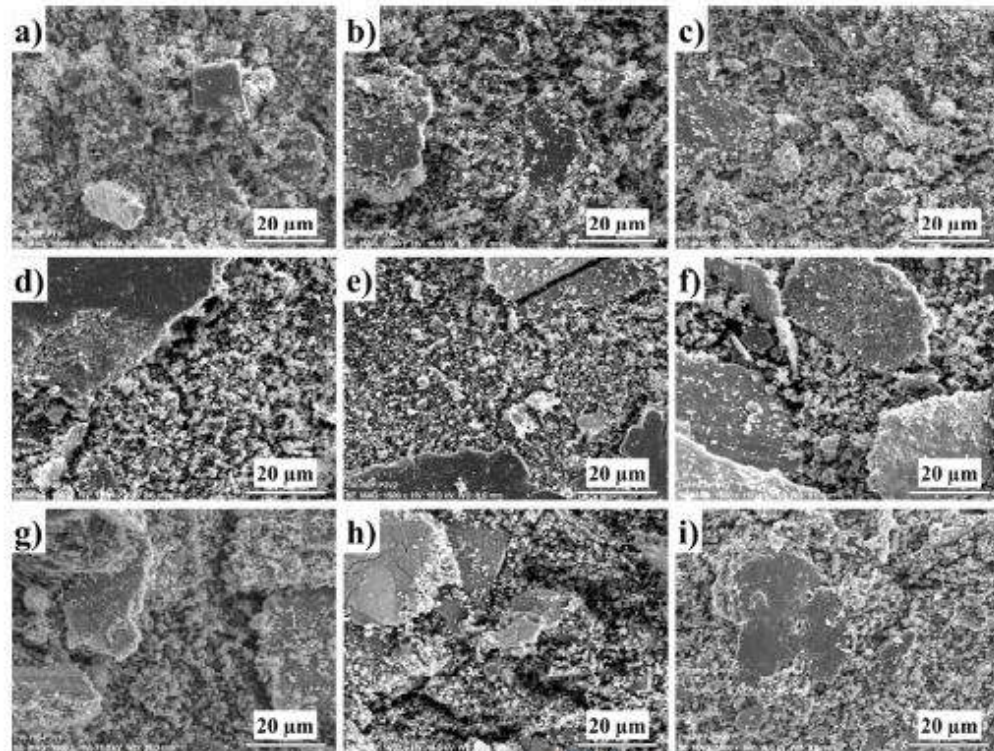


Fig. 10. SEM micrographs of wear debris for the Ti-free TWIP steel. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

On the other hand, the presence of Fe_3O_4 oxide is more noticeable as sliding rate and load increase. It is clear that this type of oxide is promoted by high temperature. According to above evidences, it is clear that oxidation is accelerated during sliding and the most important wear mechanism in the present TWIP steels is oxidative wear.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

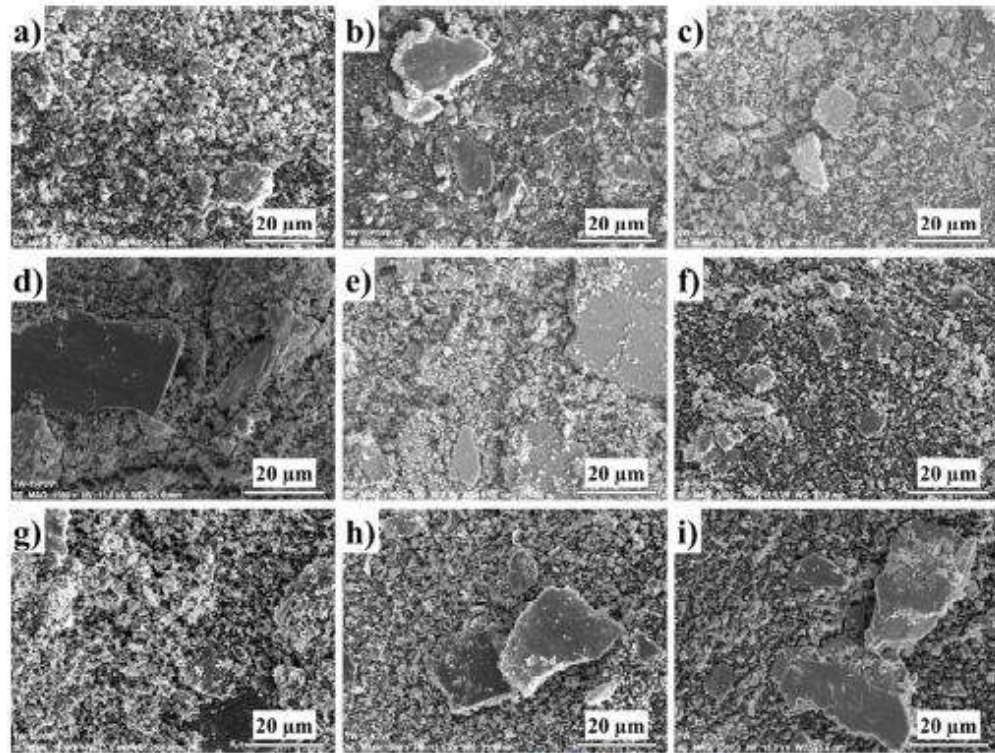


Fig. 11. SEM micrographs of wear debris for the Ti-containing TWIP steel. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

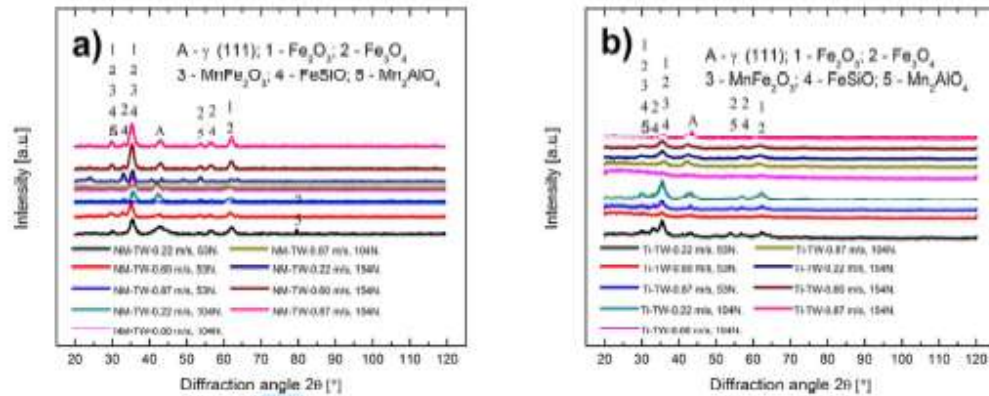


Fig. 12. XRD patterns of wear debris for TWIP steels. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel, after different conditions of sliding wear.

3.5. Oxide and deformed layers

Fig. 13 shows SEM images of nickel-plated autocatalytically worn surfaces, in which three different zones are clearly marked: i) coating Ni-P, ii) tribo-oxide layer, and iii) base metal. Fig. 14 shows average thickness of the oxide layer formed during the tribological contact in all conditions. An increment in thickness of oxide layer as load increases can be observed, particularly at 154 N, where this phenomenon is more easily appreciated, which is according to Chen et al. [41] and follow an oxidational common behavior. On the other hand, at low (53 N) and medium (104 N) loads it is not detected a common behavior but it could be explained by less adherence to substrate, as reported by Jackson et al. [42]. It is worth noting that in this research work the oxide layer thickness significantly increases, particularly for severe wear conditions (high sliding rate and high load), which promotes a decrease in the friction coefficient, and consequently the wear rate decreases, i.e., improvement of the wear resistance.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

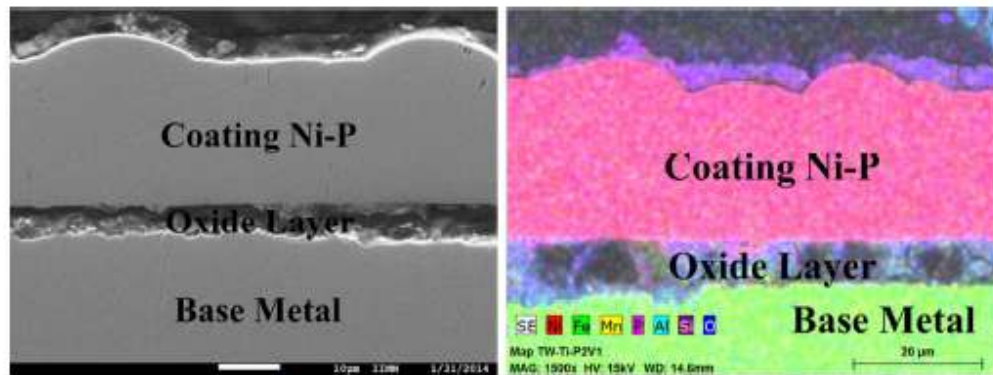


Fig. 13. SEM images of nickel-plated autocatalytically worn surfaces (104 N and 0.22 m/s).

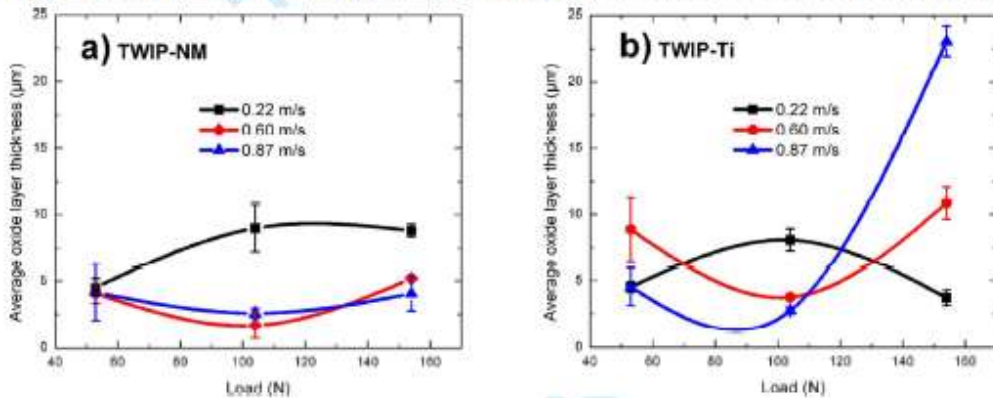


Fig. 14. Average oxide layer thickness as a function of load. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Figs. 15 and 16 show deformed layer formed during the tribological contact in all conditions for Ti-free and Ti-containing TWIP steels, respectively. It is observed a highly deformed layer thickness of approximately 5-10 μm that extends less strongly up to 25-30 μm below the surface, which is a product of the high plastic deformation in this region (deformed layer). It is also worth noting that a thin mechanically mixed layer (MML) is formed in the highly deformed zone. It is well-known that MMLs are related to modifications of the material during the sliding process, such as plastic deformation, phase transformation and material transfer [43-45]. Farias et al. and Rigney et al. [32, 46] found in their investigations about austenitic steels and ductile materials that under severe plastic deformation conditions this MML is very probably to be developed. In the present work, it



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

has been found that MML becomes developed under wear conditions, particularly at high load and sliding rate, as can be seen in Figs. 15 and 16. In this context, Torres et al. [47] reported that at high sliding speed and temperature, severe plastic deformation will take place, producing an increment in MML as sliding speed and temperature increase, reducing the wear rate. In the same way, Young Jr. et al. and Ghazali et al. [48-49] reported that this MML could act as a protective layer against wear, reducing the friction coefficient. In this case, authors consider that both oxide layer and MML could be acting together as lubricants, reducing the friction coefficient and becoming the contact surface more wear protective.

On the other hand, it is worth noting that austenitic grains tend to be oriented in the sliding direction due to the frictional contact product of the interaction between counterface (disc made of M2 tool steel) and the base material (TWIP steels) and the applied loads. Tarassov et al. [50] have also reported this type of deformed layer formed during tribological contact in their research of friction effect on subsurface layer microstructure in austenitic and martensitic steels. It is worth mentioning that in the present work it was possible to reveal austenitic grain boundaries and deformed layer thickness, using a special etchant solution based in sodium metabisulfite, as mentioned in the material and methods section. It is well-known that deformed layer can change the friction coefficient, particularly at high applied load and sliding rate generating a surface more resistant to wear, as observed in the present work. Present authors consider that fine layer of deformation twins could be generated below the worn surface under the tribological contact conditions. However, is necessary more studies for understand the effect of deformed layer on wear behavior in this type of TWIP steels, particularly the deformation twins mechanism under dry sliding wear.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

more studies for understand the effect of deformed layer on wear behavior in this type of TWIP steels, particularly the deformation twins mechanism under dry sliding wear.

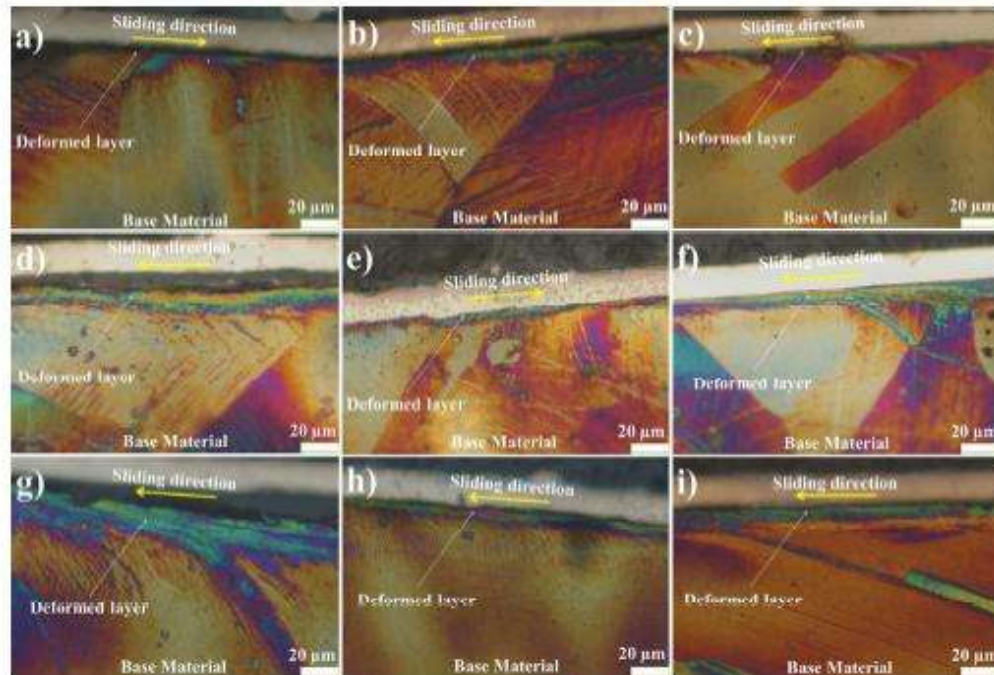


Fig. 16. LOM micrographs of deformed layers for the Ti-free TWIP steel, 500x. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

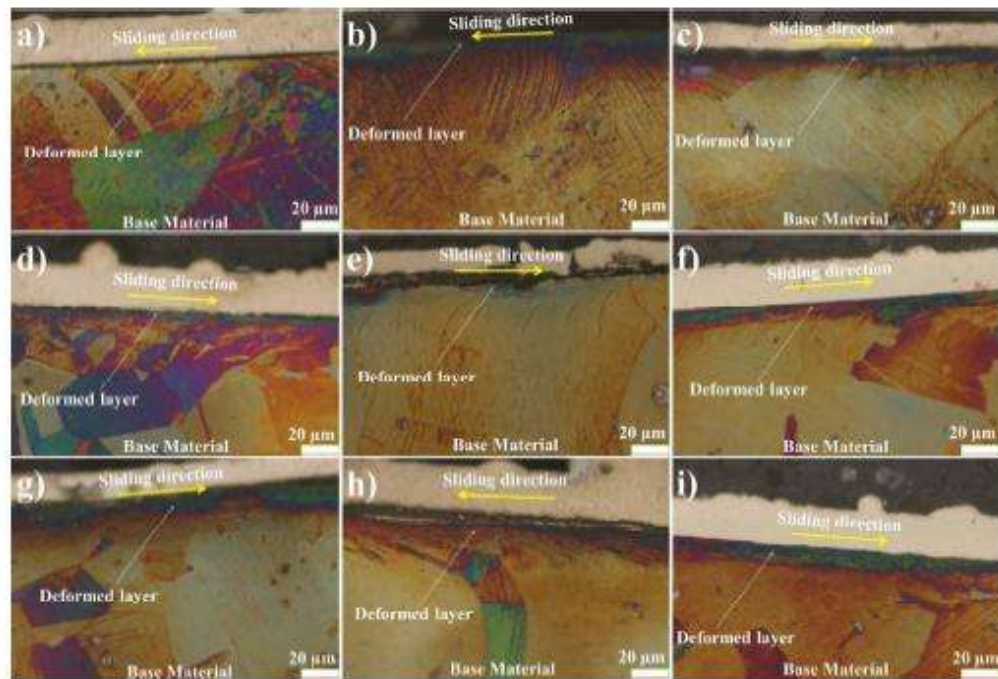


Fig. 17. LOM micrographs of deformed layers for the Ti-containing TWIP steel, 500x. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

Conclusions

The main conclusions of the present research work are as follows:

1. In general, the present TWIP steels show an important increase of the wear resistance at high sliding rates.
2. The improvement of wear resistance at high sliding rate and load is associated with an increase of the oxide layer thickness and a decrease of the friction coefficient.
3. The Ti addition to present TWIP steel moderately improves the wear resistance, particularly at low load and sliding rate.
4. The developed wear debris of the studied TWIP steels is predominantly Fe_2O_3 and Fe_3O_4 . Also, minor amounts of other complex compounds such as $MnFe_2O_3$, $FeSiO$ and Mn_2AlO_4 were detected.



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

5. A deformed layer with little depth is formed during tribological contact for the studied TWIP steels.
6. The most important wear mechanism of the studied TWIP steels is oxidative wear, particularly at high sliding rate.

Acknowledgments

Authors would like to thank the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología-México) for the support during the project CB-2012-01-0177572. The present research project was also supported by the Coordinación de la Investigación Científica-UMSNH (México) (CIC-1.8). V.H. Mercado's studies are sponsored by the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología- México), N.B. [242326].

References

- [1] P.H. Adler, G.B. Olson, and W.S. Owen. Strain hardening of Hadfield manganese steel. *Metall. Mater. Trans. A*, 1986, 17, p 1725–1737
- [2] S. Allain, J.-P. Chateau, and O. Bouaziz, Constitutive model of the TWIP effect in a polycrystalline high manganese content austenitic steel, *Steel Res. Int.*, 2002, 73, p 299–300
- [3] L. Chen, H.-S. Kim, S.-K. Kim, and B.C. De Cooman, Localized deformation due to Portevin-Le Chatelier effect in 18Mn-0.6C TWIP austenitic steel, *ISIJ Int.*, 2007, 47, p 1804–1812
- [4] A. Saeed-Akbari, J. Imlau, U. Prah1, and W. Black, Derivation and variation in composition-dependent stacking fault energy maps based on subregular solution model in high-manganese steels, *Metall. Mater. Trans. A*, 2009, 40, p 3076–3090
- [5] S.-K. Kim, and K.-G. Chin, Development of high Manganese TWIP steel with 980 MPa tensile strength, in: L. Oldham (ed.), *Proc. of the Int. Conf. on New Developments in Advanced High-Strength Sheet Steels*, Association for Iron & Steel Technology, Orlando, 2008, p 249–256
- [6] H. Hofmann, J.U. Becker, S. Göklü, H. Richter, and I. Thomas, X-IP® 1000: Properties of an austenitic super high strength high manganese steel–status and outlook, in: B.



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

- Fuchsbauer, H.J. Wieland (eds.), Proc. of the 2nd Int. Conf. for Steels in Cars and Trucks SCT 2008, Future trends in steel development, processing technologies and applications: bringing the automotive, supplier and steel industries together, Wiesbaden, Germany, Verlag Stahleisen, Dusseldorf 2008, p 34–42
- [7] L. Chen, J.-K. Kim, S.-K. Kim, G.-S. Kim, K.-G. Chin, and B.C. De Cooman, Stretch-flangeability of high Mn TWIP steel, *Steel Res. Int.*, 2010, 81, p 552-568
- [8] A. Grajcar, E. Kalinowska-Ozgowicz, M. Opiela, B. Grzegorzczuk, and K. Golombek, Effects of Mn and Nb on the macro- and microsegregation in high-Mn high-Al content TRIP steels, *Arch. Mater. Sci. Eng.*, 2011, 49, p 5-14
- [9] W. Bleck, and K. Phiu-on, in: Haldar, A., Suwas, S., and Bhattacharjee, D., (Eds.), *Microstructure and Texture in Steels: And Other Materials*, E-Publishing, Springer Verlag, London, 2009, p 145-146
- [10] C. Scott, B. Remy, J.-L. Collet, A. Cael, C. Bao, F. Danoix, B. Malard, and C. Curfs, Precipitation strengthening in high manganese austenitic TWIP steels, *Int. J. Mat. Res.*, 2011, 102, p 538-549
- [11] P. Clayton, R. Devanathan, N. Jin, and R.K. Steele, A review of bainitic steels for wheel/rail contact, in: J.J. Kalker, D.F. Cannon, O. Orringer (Eds.), *International conference on rail quality and maintenance for modern railway operation*, Kluwer Academic Publishers, Delft, 1992, p 41-51
- [12] R.W. Cahn, *The Encyclopedia of Ignorance*, Pergamon Press, New York, 1977
- [13] K.S. Raghavan, A.S. Sastri, and M.J. Marcinkowski, Nature of the work-hardening behavior in Hadfield's manganese steel, *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, 245, p 1569-1575
- [14] Dj. Drobnjak, and J.G. Parr, Deformation substructure and strain-hardening characteristics of metastable Fe-Mn austenites, *Metall. Mater. Trans. B*, 1970, 1, p 759-765
- [15] C.H. White, and R.W.K. Honeycombe, Structural changes during the deformation of high-purity Iron-Manganese-Carbon alloys, *J. Iron Steel Inst.*, 1963, 200, p 457-466
- [16] S. Bhattacharyya, Friction and wear study of manganese Hadfield steel, *Wear*, 1966, 9, p 451-461



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

[17] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, and D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, 2011, 15, p 141-168

[18] B. C. De Cooman, O. Kwon, and K. G. Chin, State-of-the-knowledge on TWIP steel, *Mater. Sci. Technol.*, 2012, 28, p 513-527

[19] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo, and M. Humbert, Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions, *Mater. Sci. Eng. A*, 2009, 500, p 196-206

[20] S. Vercammen, B. Blanpain, B.C. De Cooman, and P. Wollants, Cold rolling behavior of an austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning, *Acta Mater.*, 2004, 52, p 2005-2012

[21] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, and N. Guelton, Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 2004, 387-389, p 158-162

[22] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, and J.R. Pablo, Sliding wear behavior of a high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel microalloyed with Nb, *Wear*, 2013, 301, p 590-597

[23] H. Si, R. Xiong, F. Song, Y. Wen, and H. Peng, Wear resistance of austenitic steel Fe-17Mn-6Si-0.3C with high silicon and high manganese, *Acta Metall. Sin.*, 2014, 27, p 352-358

[24] ASTM, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, in ASTM Standard E 112, 2010, ASTM International, West Conshohocken, PA, <http://dx.doi.org/10.1520/E0112-10>

[25] ASTM, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, in ASTM Standard E8/E8M, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, http://dx.doi.org/10.1520/E0008_E0008M-11

[26] J.H. Hollomon, Tensile deformation, *Trans. AIME*, 1945, 12, p 1-22

[27] ASTM, Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, in ASTM Standard E384, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, <http://dx.doi.org/10.1520/E0384-11E01>



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

[28] F. Prieto-García, A.M. Bolarín, F. Sánchez de Jesús, and M.A. Méndez, Efecto del sistema de agitación sobre la codepositación de alúmina en recubrimientos de niquelado químico compuesto, *Superficies y Vacío*, 2005, 18, p 38-46 (in Spanish)

[29] B.S. Necula, I. Apachitei, L.E. Fratila-Apachitei, C. Teodosiu, and J. Duszczuk, Stability of nano-/micro-sized particles in deionized water and electroless nickel solutions, *J. Colloid Interface Sci.*, 2007, 314, p 514-522

[30] A.E. Salas-Reyes, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, A. Boulaajaj, J. Calvo, and J.M. Cabrera, Hot ductility behavior of high-Mn austenitic Fe-22Mn-1.5Al-1.5Si-0.45C TWIP steels microalloyed with Ti and V, *Mater. Sci. Eng. A*, 2014, 611, p 77-89

[31] S.M. Hsu, M.C. Shen, and A.W. Ruff, Wear prediction for metals, *Tribol. Int.*, 1997, 30, p 377-383

[32] M.C.M. Farias, R.M. Souza, A. Sinatora, and D.K. Tanaka, The influence of applied load, sliding velocity and martensitic transformation on the unlubricated sliding wear of austenitic stainless steels, *Wear*, 2007, 263, p 773-781

[33] S.C. Lim, The relevance of wear-mechanism maps to mild-oxidational wear, *Tribol. Int.*, 2002, 35, p 717-723

[34] W.D. Callister Jr, *Materials Science and Engineering-An Introduction*, 7th ed., John Wiley and Sons, Inc., New York, 2007

[35] G. Straffelini, D. Trabucco, and A. Molinari, Oxidative wear of heat treated steels, *Wear*, 2001, 250, p 485-491

[36] T.F.T. Quinn, J.L. Sullivan, and D.M. Rowsan, Origins and development of oxidational wear at low ambient temperatures, *Wear*, 1984, 94, p 175-191

[37] J.F. Archard, Contact and rubbing of flat surfaces, *J. Appl. Phys.*, 1953, 24, p 981-988

[38] I.A. Inman, P.K. Datta, H.L. Du, J.S. Burnell-Gray, S. Pierzgalski, and Q. Luo, Studies of high temperature sliding wear of metallic dissimilar interfaces, *Tribol. Int.*, 2005, 38, p 812-818

[39] I.I. Garbar, Gradation of oxidational wear of metals, *Tribol. Int.*, 2002, 35, p 749-755

[40] H. Kato, Effects of supply of fine oxide particles onto rubbing steel surfaces on severe-mild wear transition and oxide film formation, *Tribol. Int.*, 2008, 41, p 735-742

[41] R.Y. Chen, and W.Y.D. Yuen, Review of the high-temperature oxidation of iron and carbon steels in air or oxygen, *Oxid. Met.*, 2003, 59, p 433-468



1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

[42] P.R.S. Jackson, and G.R. Wallwork, The oxidation of binary iron-manganese alloys, *Oxid. Met.*, 1983, 20, p 1-17

[43] W. M. Rainforth, Microstructural evolution at the worn surface: a comparison of metals and ceramics, *Wear*, 2000, 245, p 162-177

[44] W. Rainforth, A. Leonard, C. Perrin, A. Bedolla-Jacuinde, Y. Wang, H. Jones, and Q. Luo, High resolution observations of friction-induced oxide and its interaction with the worn surface, *Tribol. Int.*, 2002, 35, p 731-748

[45] P. Heilmann, J. Don, T. C. Sun, and D. A. Rigney, Sliding wear and transfer, *Wear*, 1983, 91, p 171-190

[46] D. A. Rigney, Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials, *Wear*, 2000, 245, p 1-9

[47] H. Torres, M. Varga, F. Widder, U. Cihak-Bayr, O. Viscovik, and M. Rodríguez Ripoll, Experimental simulation of high temperature sliding contact of hot rolled steel, *Tribol. Int.*, 2016, 93, p 745-754

[48] J. L. Young Jr, D. Kuhlmann-Wilsdorf, and R. Hull, The generation of mechanically mixed layers (MMLs) during sliding contact and the effects of lubricant thereon, *Wear*, 2000, 246, p 74-90

[49] M. J. Ghazali, W. M. Rainforth, and M. Z. Omar, A comparative study of mechanically mixed layers (MMLs) characteristics of commercial aluminium alloys sliding against alumina and steel sliders, *J. Mater. Process. Tech.*, 2008, 201, p 662-668

[50] S. Y. Tarassov, and A. V. Kolubaev, Effect of friction on subsurface layer microstructure in austenitic and martensitic steels, *Wear*, 1999, p 228-234

Table captions

Table 1. Chemical analysis of studied TWIP steel (wt %).

Table 2. Chemical composition of the electroless nickel plating solution [22, 23].

Table 3. Mechanical properties of the studied TWIP steels in as-solution heat treated condition.

Figure captions

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Fig. 1. Optical micrographs of the studied TWIP steels in as-solution heat treated condition. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Fig. 2. XRD patterns of the studied TWIP steels in as-solution heat treated condition.

Fig. 3. Average wear rate of the studied TWIP steels. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Fig. 4. Friction coefficient (μ) evolution as a function of sliding distance. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Fig. 5. Friction coefficient as a function of sliding rate. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Fig. 6. Worn surface morphologies of Ti-free TWIP steel after different conditions of sliding wear. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

Fig. 7. SEM–EDS analysis of worn surface for Ti-free TWIP steel. (a) 0.22 m/s and 53 N and (b) 0.87 m/s and 154 N.

Fig. 8. Worn surface morphologies of Ti-containing TWIP steel after different conditions of sliding wear. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

Fig. 9. SEM–EDS analysis of worn surface for Ti-containing TWIP steel. (a) 0.22 m/s and 53 N and (b) 0.87 m/s and 154 N.

Fig. 10. SEM micrographs of wear debris for the Ti-free TWIP steel. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

Fig. 11. SEM micrographs of wear debris for the Ti-containing TWIP steel. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

Fig. 12. XRD patterns of wear debris for TWIP steels. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel, after different conditions of sliding wear.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Fig. 13. SEM images of nickel-plated autocatalytically worn surfaces (104 N and 0.22 m/s).

Fig. 14. Average oxide layer thickness as a function of load. (a) Ti-free TWIP steel and (b) Ti-containing TWIP steel.

Fig. 15. LOM micrographs of deformed layers for the Ti-free TWIP steel, 500x. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.

Fig. 16. LOM micrographs of deformed layers for the Ti-containing TWIP steel, 500x. (a) 53 N and 0.22 m/s, (b) 53 N and 0.60 m/s, (c) 53 N and 0.87 m/s, (d) 104 N and 0.22 m/s, (e) 104 N and 0.60 m/s, (f) 104 N and 0.87 m/s, (g) 154 N and 0.22 m/s, (h) 154 N and 0.60 m/s, and (i) 154 N and 0.87 m/s.



18/7/2016

Zimbra:

Zimbra:

imejia@umich.mx

Re: MRS manuscript-simD.1-abs074.

De : Jorge López Cuevas <jlc667@gmail.com>

lun, 18 de jul de 2016 12:14

Asunto : Re: MRS manuscript-simD.1-abs074.

Para : Ignacio Mejía Granados <imejia@umich.mx>

Dear Ignacio Mejía:

Thank you very much for sending us your paper for the proceedings of Symposium D1, Advanced Structural Materials (XXV International Materials Research Congress (IMRC) 2016.

We will keep you informed about the reviewing process for your paper.

Best regards,

Dr. Jorge López-Cuevas
co-organizer Symposium D1, IMRC 2016

2016-07-15 22:42 GMT-05:00 Ignacio Mejía Granados <imejia@umich.mx>:
July 15, 2016.

Proceedings of Symposium D1, Advanced Structural Materials
XXV International Materials Research Congress (IMRC) 2016

Dear Organizers (Editors):

I send you in attached file the manuscript titled: "Wear Resistance under Non-Lubricated Condition of Nb-Containing TWIP Steel", Authors: V.H. Mercado, I. Mejía, Y. Salinas-Escutia, A. Bedolla-Jacuinde (MRS manuscript-simD.1-abs074 file), Keywords: steel, tribology, Nb, for publication to the MRS proceedings. I also send attached copyright form completed and signed. Please, let me know if you receive the files in their entirety. Thank you very much for your time and consideration.

Sincerely,

Dr. Ignacio Mejía Granados (Corresponding author),
Professor and Researcher.
Department of Mechanical Metallurgy,
Instituto de Investigaciones Metalúrgicas,
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.
Edif. U-5, Ciudad Universitaria,
58066-Morelia, Mich.
México.

Tel.: +52 (443) 322 3500 Ext: 4034;
Fax: +52 (443) 322 3500 Ext: 4010.

<https://zeus.umich.mx/h/printmessage?id=30458&1>

1/2



Wear Resistance under Non-Lubricated Condition of Nb-Containing TWIP Steel

V.H. Mercado¹, I. Mejía¹, Y. Salinas-Escutia¹, A. Bedolla-Jacuinde¹.

¹Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio “U-5”, Ciudad Universitaria, 58066 Morelia, Michoacán, México. E-mail: vic_210583@yahoo.com.mx, imejia@umich.mx

ABSTRACT

Twinning induced plasticity (TWIP) steels are one of the most attractive advanced high-strength steels for structural applications due to their unique combination of strength and ductility, which is associated with so-called “mechanical twinning”, where twins act as strong obstacles to the dislocation motion. In this context, Nb addition to TWIP steel increases the strength and refines grain size by nanoscale NbC precipitates. Nowadays, high-manganese TWIP steels are extensively studied. However, information in the specialized literature about their tribological properties is limited. This research work studies the wear behavior of high-manganese austenitic Fe–20Mn–1.5Si–1.5Al–0.4C TWIP steel microalloyed with Nb. The wear behavior was evaluated under non-lubricated sliding condition using the “pin-on-ring” technique. As-solution heat treated samples were worn under loads of 53, 104 and 154 N, and at sliding speeds of 0.22, 0.60 and 0.87 m/s. The wear resistance was evaluated in terms of the loss weight. Wear debris and worn surfaces were characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) and X-ray diffraction (XRD). In general, results show that the wear resistance significantly improves as the sliding speed increases. On the other hand, Nb addition to present TWIP steel produces a slight increase of the wear resistance. Also, it was found that the oxide layer plays a significant role in the wear resistance behavior of this kind of steel.

INTRODUCTION

Recently, a new generation of steels with high properties of strength and ductility is developed; they are so-called twinning induced plasticity (TWIP) steels [1]. TWIP steels are being used in the automotive industry in order to increase the safety of passengers [2]. It is well-known that TWIP steels have excellent properties of absorption energy on impact, which is perfect for structural applications on cars [3]. The high combination of strength and ductility in this kind of steels is attributed to the “twinning” deformation mechanism, where twins act as obstacles for the dislocation movement “Hall-Petch effect” [4-5]. On the other hand, new research work on TWIP steels are focus in increase their mechanical properties by different ways such as phase transformation, precipitation hardening, grain refinement and microalloying elements. It is important to note that yield strength is one of the parameters that is relatively low in this kind of steels. In this way, the addition of different microalloying elements such as V, B, Ti or Nb can improve the mechanical properties by the formation of (C, N) precipitates [6-8]. However, not many information concerning to their tribological properties is available in literature. The aim of the present research work is to study the wear behavior of the TWIP steel microalloyed with Nb, under dry sliding conditions.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Nb-containing Fe-20Mn-1.5Si-1.5Al-0.4C TWIP steel was fabricated under laboratory conditions in an induction melting furnace. Chemical composition of the present TWIP steel is shown in **Table I**.

Table I. Chemical composition of the studied TWIP steel (wt. %).

TWIP Steel	Elements (wt. %)						
	C	Mn	Al	Si	Nb	N	Fe
TW-Nb	0.40	20	1.5	1.5	0.080	0.010	Bal.

Specimens from ingots were homogenized at 1200 °C and rolled to 65% thickness reduction, followed by solution heat treatment at 1200 °C. The wear resistance was determined by the “pin-on-ring” configuration under dry sliding conditions and evaluated in terms of weight loss. As solution heat-treated samples with dimensions of 10 x 10 x 12 mm³ were worn for 10 km against 60 mm diameter counter face ring made of AISI M2 steel with hardness of 63 HRC. Wear test conditions were carried out at room temperatures at different loads (53, 104, 154 N) and sliding rates (0.22, 0.60 y 0.87 m/s), both pin and ring were polished with 3 µm diamond paste. Wear debris and worn surfaces were characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) and X-ray diffraction (XRD).

RESULTS AND DISCUSSION

Wear resistance as a function of the weight loss

Weight loss of the studied Fe-20Mn-1.5Si-1.5Al-0.4C TWIP steel microalloyed with Nb (TWIP-Nb) as a function of sliding rate and load after 10 km of sliding distance during wear tests is shown in **Fig. 1**.

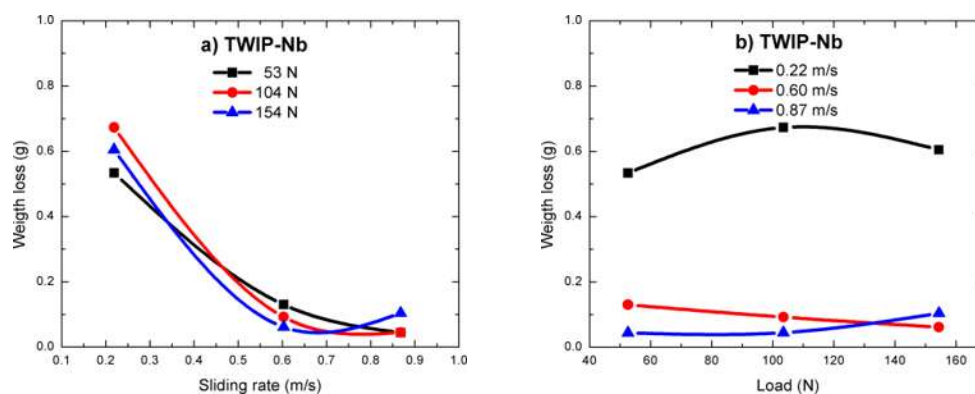


Figure 1. Weight loss of the studied TWIP-Nb steel under different conditions of (a) sliding rate and (b) load.

Wear results of the present TWIP-Nb steel shown that weight loss decreases as sliding rate increases (see **figure 1a**), and the effect of load appears to be similar in the three levels of sliding rate (0.22 to 0.87 m/s) (see **figure 1b**). It is well known that sliding

rate and applied load are two of the main parameters that determinate the wear resistance [9-10]. The weight loss reduction is associated with the formation of an oxide protective layer against wear, acting as an effective lubricant (see **figure 2**). In this way, oxide layer is suggested to get a large thickness and well attached to substrate, where the attachment level is defined by the deformation in the substrate. The authors suggest that TWIP-Nb develops low deformation under the worn surface by the presence of NbC precipitates, which promotes the evolution of a protective thick oxide layer. In this context, it is evident the presence of large lamellas in wear debris (see **figures 5b** and **5c**) and the effect of NbC as particle-strengthening under worn surface is more evident as sliding rate increases and wear resistance consequently increases. On the other hand, several authors [11-13] have found that temperatures up to 550 °C are developed on the contact surface, if the contact pressure and sliding rate are sufficiently high, which promotes oxidation in steels. In this context, it is worth noting that the highest superficial temperatures registered during the tribological contact in the present work were at high sliding rates (0.60 and 0.87 m/s).

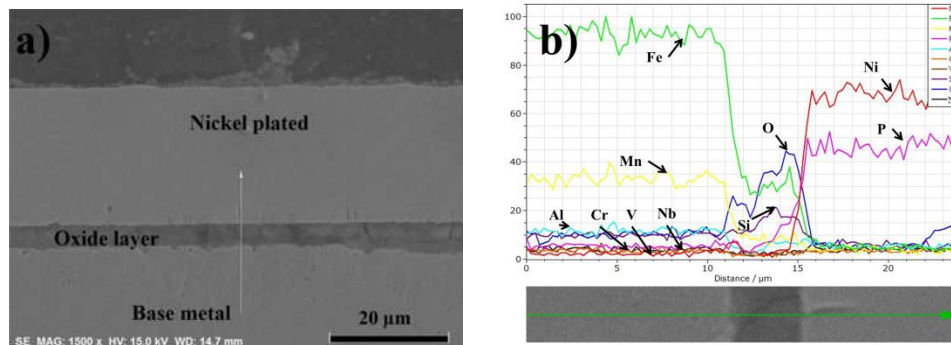


Figure 2. SEM micrograph showing details of the thickness oxide layer of the TWIP-Nb steel. (a) SEM analysis of the different layers and (b) Line-scan of the different contained elements.

Worn surfaces analysis

SEM images with oxygen (O) mapping of the worn surfaces after wear tests in the present TWIP-Nb steel are shown in **figure 3**. It is evident that the worn surface is covered with oxides, which are distributed between asperities. It is also clear that worn surfaces are smooth and show a high oxidized plateau with defined borders. Moreover, poorly adhering granular debris is covering the surfaces, which is product of the breakdown of layers. Stott [14] suggest that the interrelation between oxidation and fragmentation of the surface layers in metal alloys is the basis of mild-oxidational wear. In this way, it is well-known that mild-oxidational wear is product of the high temperatures (up to 500 °C) generated during a tribological contact, at these higher temperatures the wear debris become compacted and sintered in order to form a protective layer against wear [15], as shown the present TWIP steel. It is also observed in **figure 3** that the level of smoothing tends to increase as sliding rate increases (0.22 to 0.87 m/s), which could be related with the level of protection of the oxide layer that tends to increase as sliding rate increases.

On the other hand, SEM-EDS characterization of the worn surfaces in the present TWIP-Nb steel reveals the presence of high quantities of oxygen and the constituents of the base material such as Fe, Mn, Al, Si and C (see **figure 4a**). It is also worth noting that

elements of the ring (counterface) such as Mo, W, Cr and V are contained at high sliding rate and applied load (see **figure 4b**), which suggest that mass transfer is acting in combination with oxide formation in order to reduce the weight loss at high sliding rates (0.60 and 0.87 m/s) and loads (103 and 154 N). Antler [16] and Feng [17] found that the mass transfer is the key variable in determinate the wear behavior of metals, which is consistent with the results of the present work.

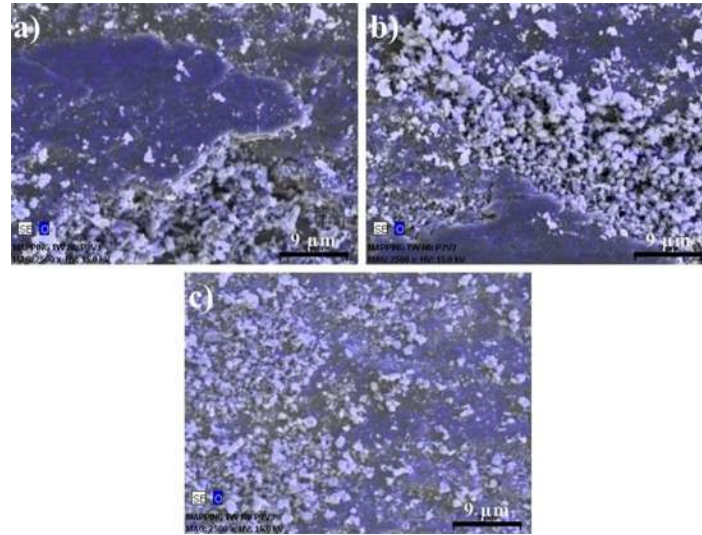


Figure 3. Worn surface morphologies with oxygen mapping (blue color) of TWIP-Nb steel after different conditions of sliding wear. (a) 104 N and 0.22 m/s, (b) 104 N and 0.60 m/s, (c) 104 N and 0.87 m/s.

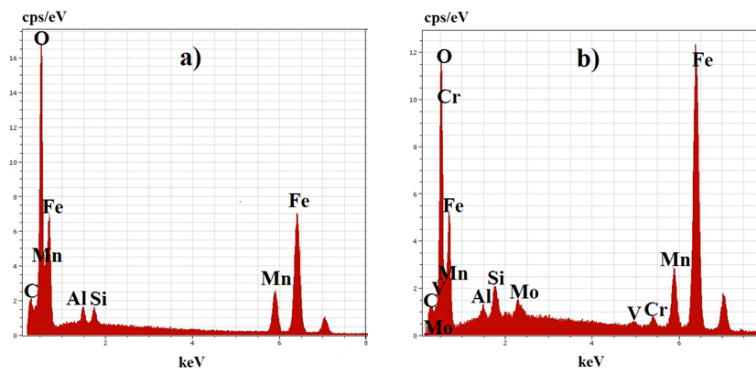


Figure 4. SEM-EDS analysis of worn surface for the TWIP-Nb. (a) 104 N and 0.22 m/s and (b) 104 N and 0.87 m/s.

Wear debris analysis

Figure 5 shows SEM micrographs with oxygen (O) mapping of wear debris in the present TWIP-Nb steel under dry sliding conditions. It is clear that wear debris is a mixture of agglomerated oxides and plate-like metallic particles. As can be seen in **figure 5**, the rounded and agglomerated particles is result of the oxide layer degradation, which suggest that oxidation is the main wear mechanism in the studied TWIP steel. Similar results were reported in literature by many others researches around the world [11, 18-19].

Figure 6 represents XRD patterns of wear debris in the present TWIP-Nb steel. It was detected some oxides phases of different stoichiometry: Fe_2O_3 and Fe_3O_4 as the main phases, and other complex compounds in minor amounts such as MnFe_2O_3 , FeSiO and Mn_2AlO_4 . It is important to note the presence of austenite phase (FCC) in the wear debris, which suggests that base metal have been removed by oxide particles during wear test conditions.

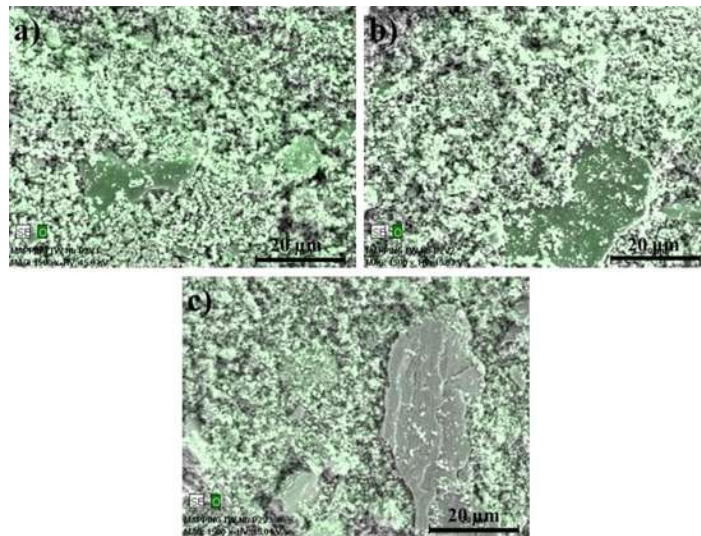


Figure 5. Wear debris morphologies with oxygen mapping (green color) of TWIP-Nb steel after different conditions of sliding wear. (a) 104 N and 0.22 m/s, (b) 104 N and 0.60 m/s, (c) 104 N and 0.87 m/s.

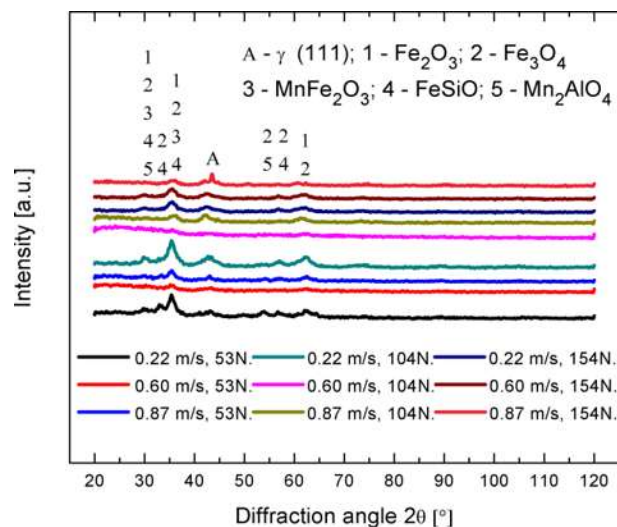


Figure 6. XRD patterns of wear debris for TWIP-Nb steel after different conditions of sliding wear.



CONCLUSIONS

The main conclusions on the wear behavior of the present TWIP-Nb steel are as follow:

1. Weight loss decreases as sliding rate increases (0.22 to 0.87 m/s), which can be associated to an oxide layer that acts as an effective lubricant against wear. The load has a minor effect on the applied sliding rates.
2. Wear resistance mainly improves at high sliding rates (0.60 to 0.87) and high applied loads (104 to 154 N).
3. Transfer mass from the counterface (AISI M2 steel) to the contact surface was detected at high sliding rates (0.60 and 0.87 m/s). This transfer mass appears to be acting in combination with the oxide formation, increasing the wear resistance in the present TWIP-Nb steel.
4. Two main oxides were detected in the wear debris after different conditions of sliding wear: Fe_2O_3 and Fe_3O_4 . Also, some other complex compounds were detected in minor amount: MnFe_2O_3 , FeSiO and Mn_2AlO_4 .

ACKNOWLEDGMENTS

Authors would like to thank the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología-México) for the support during the project CB-2012-01-0177572. The present research project was also supported by the Coordinación de la Investigación Científica-UMSNH (México) (CIC-1.8). V.H. Mercado's studies are sponsored by the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología- México), N.B. [242326].

REFERENCES

1. H. Hofmann, J. U. Becker, S. Göklü, H. Richter and I. Thomas, *Proc. of the 2nd Int. Conf. for Steels in Cars and Trucks SCT 2008*, edited by B. Fuchsbaauer and H.J. Wieland, Germany, Verlag Stahleisen, Dusseldorf 2008, pp. 34–42.
2. O. Grässel, L. Krüger, G. Frommeyer and L. W. Meyer, *J. Plasticity* **16**, 1392-1409 (2000).
3. D. Cornette, P. Cugy, A. Hildenbrand and M. Bouzekri, *Revue de Metallurgie* **102**, 905-918 (2005).
4. S. Allain, J. -P. Chateau, and O. Bouaziz, *Steel Res. Int.* **73**, 299-300 (2002).
5. I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaeferrer and D. Raabe, *Mater. Sci. Eng. A* **527**, 3552-3560 (2010).
6. W. Bleck, and K. Phiu-on, *Microstructure and Texture in Steels: And Other Materials*, edited by A. Haldar, S. Suwas, and D. Bhattacharjee, E-Publishing, Springer Verlag, London, 2009, pp. 145-146.
7. A. E. Salas-Reyes, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, A. Boulaajaj, J. Calvo and J. M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* **611**, 77-89 (2014).
8. F. Reyes-Calderón, I. Mejía and J. M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* **562**, 46-52 (2013).
9. M. C. M. Farias, R. M. Souza, A. Sinatora and D. K. Tanaka, *Wear* **263**, 773-781 (2007).
10. S. C. Lim, *Tribol. Int.* **35**, 717-723 (2002).
11. G. Straffelini, D. Trabucco and A. Molinari, *Wear* **250**, 485-491 (2001).



12. J. Jiang, F. H. Stott and M. M. Stack, *Wear* **256**, 973-985.
13. T. F. T. Quinn, J. L. Sullivan and D. M. Rowsan, *Wear* **94**, 175-191 (1984).
14. F. H. Stott, *Tribol. Int.* **31**, 61-71 (1998).
15. I. A. Inman, P. K. Datta, H. L. Du, J. S. Burnell-Gray, S. Pierzgalski and Q. Luo, *Tribol. Int.* **38**, 812-818 (2005).
16. M. Antler, *Wear* **7**, 181-203 (1964).
17. I. M. Feng, *J. Appl. Phys.* **23**, 1011-1019 (1952).
18. I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde and J. R. Pablo, *Wear* **301**, 590-597 (2013).
19. R. Y. Chen and W. Y. D. Yuen, *Oxid. Met.* **59**, 433-468 (2003).



ANEXO D.

Presentaciones en congresos.

- D. 1. V. H. Mercado, I. Mejía, and A. Bedolla-Jacuinde, “Dry sliding wear behavior of a high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel microalloyed with Ti”, International Materials Research Congress, Cancún, México, August 2014.
- D. 2. V. H. Mercado, I. Mejía, Y. Salinas-Escutia, and A. Bedolla-Jacuinde, “Wear resistance under non-lubricated condition of Nb-containing TWIP steel”, International Materials Research Congress, Cancún, México, August 2016.



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2014

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

This is to certify that *Victor Hugo Mercado, Ignacio Mejia Granados, Arnoldo Bedolla Jacuinde* presented the contribution: **DRY SLIDING WEAR BEHAVIOR OF A HIGH-MANGANESE AUSTENITIC TWINNING INDUCED PLASTICITY (TWIP) STEEL MICROALLOYED WITH TITANIUM**, in the Advanced Structural Materials Symposium at the XXIII International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 17th to 21th, 2014.

Sincerely,

Armando Salinas Rodríguez
President



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2016

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

This is to certify that *Victor Hugo Mercado Lemus, Ignacio Mejía Granados, Yair Salinas Escutia, Arnoldo Bedolla Jacuinde* presented the contribution: **WEAR RESISTANCE UNDER NON-LUBRICATED CONDITION OF Nb-CONTAINING TWIP STEEL**, in the Advanced Structural Materials Symposium at the XXV International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 14th to 19th, 2016.

Sincerely,

José Gerardo Cabañas Moreno
President