



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN  
NICOLAS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS  
MATERIALES

“CARACTERIZACIÓN METALOGRÁFICA, ESTRUCTURAL Y MECÁNICA  
DE UN ACERO AVANZADO DE BAJA DENSIDAD AUSTENÍTICO DEL  
SISTEMA Fe-Mn-Al-C MICROALEADO CON Nb EN CONDICIÓN DE  
TRATAMIENTO TÉRMICO Y TERMOMECAÁNICO”

Tesis que para obtener el grado de  
Maestro en Metalurgia y Ciencia de los Materiales

Presenta:  
ING. NETZA IRERI RAMOS FABIÁN

Director de tesis:  
DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS  
Departamento de Metalurgia Mecánica IIMM-UMSNH

Morelia, Michoacán, México. Marzo 2024.



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

Of. Núm. ST/IIMM-13-2024

Morelia Mich., 26 de febrero de 2024

**ING. NETZA IRERI RAMOS FABIÁN**

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada "*Caracterización metalográfica, estructural y mecánica de un acero avanzado de baja densidad austenítico del sistema Fe-Mn-Al-C microaleado con Nb en condición de tratamiento térmico y termomecánico*", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

93002670	Dr. Ignacio Mejía Granados	Presidente
01003062	Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde	Vocal
91002524	Dr. Gerardo Antonio Rosas Trejo	Vocal
19000243	Dr. Francisco Vapeani Guerra López	Vocal
01001531	Dr. José Lemus Ruiz	Vocal
03003795	Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas	Suplente

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



Dr. Ariosto Medina Flores  
Director

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

#HumanistaPorSiempre



## AGRADECIMIENTOS

### **Instituciones:**

Al **Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT)** por el apoyo financiero otorgado durante la realización de este proyecto de investigación. Su contribución fue fundamental durante mis estudios de maestría.

A la **Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH)** por ser mi casa de estudios desde mi formación de licenciatura y durante los dos años del programa de maestría. Su compromiso con la excelencia ha sido fundamental para mi formación académica.

Al **Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIMM)** por brindarme el espacio académico y los recursos necesarios para llevar a cabo la presente investigación y por permitirme realizar mis estudios de maestría durante estos dos años.

### **Personas:**

A mi asesor y director de tesis **Dr. Ignacio Mejía Granados**, por su orientación, apoyo y dedicación a lo largo de este proyecto de investigación. Su sabiduría, paciencia y compromiso fueron fundamentales para el éxito de este trabajo. Estoy profundamente agradecida por su guía, sus comentarios constructivos y su inspiración constante, gracias por creer en mí y ayudarme a alcanzar mis metas académicas.

A los integrantes de mi comité tutorial **Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde, Dr. Francisco Vapeani Guerra, Dr. Gerardo Rosas Trejo y Dr. José Lemus Ruiz**, por sus consejos, críticas y comentarios a lo largo de este proyecto. Agradezco sinceramente su tiempo, esfuerzo y compromiso al revisar este documento y proporcionar comentarios constructivos que contribuyeron significativamente a mejorar la calidad del trabajo.

A todo el personal técnico de los distintos departamentos dentro del IIMM, en especial a **Tony, Yorsh, Simón y Giovanni** por su apoyo y disposición para ayudar cada que lo requería, han sido parte fundamental para concluir este proyecto con éxito.

A mis compañeros del grupo de trabajo, **Marcos y Antonio** por su apoyo y amistad a lo largo de estos dos años, aprecio profundamente la ayuda y motivación que me han brindado.



## DEDICATORIA

*A mis padres cuyo amor, sacrificio y apoyo incondicional han sido la fuerza detrás de cada logro que he alcanzado. Gracias por creer en mí y por ser mi mayor motivación en cada paso que he dado.*

*A mis hermanos, Laura, Francisco, Morelia y Miguel, por su apoyo y comprensión. Ustedes han sido una parte importante en cada etapa de mi vida, ya que me inspiran a dar lo mejor día con día.*

*A mis amigos Víctor, Alonso, Tony, Karla, Sergio, Giovanni, Hugo, Martín y Lizeth, a cada uno de ustedes con los que he compartido risas, experiencias, alegrías y estrés les agradezco por hacer de esta experiencia una aventura inolvidable, sus palabras de aliento y apoyo me han impulsado a seguir adelante en los momentos que me complico la vida. Ustedes que se han alegrado por cada pequeño logro como si fuera propio, gracias. Cada conversación, cada consejo y cada momento compartido ha dejado una huella imborrable en mi corazón. Aunque tomemos diferentes caminos, sé que nuestra amistad perdurara mucho más allá de esta institución.*



## ÍNDICE GENERAL

<b>ÍNDICE DE TABLAS .....</b>	<b>iv</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS.....</b>	<b>v</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS.....</b>	<b>ix</b>
<b>RESUMEN .....</b>	<b>x</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xi</b>
<b>CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
1.    Justificación.....	2
2.    Objetivos .....	2
1.2.1 <i>Objetivo general</i> .....	2
1.2.2 <i>Objetivos específicos</i> .....	2
3.    Hipótesis.....	3
4.    Metas científicas/tecnológicas .....	4
<b>CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y ESTADO DEL ARTE.....</b>	<b>5</b>
2.1    Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS).....	5
2.1.1 <i>Generaciones de los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS)</i> .....	5
2.2    Generalidades de los aceros avanzados de baja densidad .....	6
2.2.1 <i>Clasificación de los aceros de baja densidad</i> .....	7
2.2.2 <i>Aplicaciones de los aceros de baja densidad</i> .....	8
2.3    Aceros avanzados de baja densidad austeníticos.....	9
2.4    Diagramas de equilibrio de fases de los aceros avanzados de baja densidad .....	10
2.4.1 <i>Diagramas de equilibrio de fases</i> .....	10
2.4.2 <i>Fase austenita</i> .....	13
2.4.3 <i>Fase ferrita</i> .....	13
2.4.4 <i>Fase kappa</i> .....	13
2.4.5 <i>Fases B2 y DO3</i> .....	15
2.4.6 <i>Fase Mn-β</i> .....	16
2.5    Efecto de los elementos de aleación en el sistema Fe-Mn-Al-C .....	17
2.5.1 <i>Efecto del contenido de Al</i> .....	17
2.5.2 <i>Efecto del contenido de Mn</i> .....	17
2.5.3 <i>Efecto del contenido de C</i> .....	17
2.6    Efecto de los elementos microaleantes en aceros avanzados.....	18
2.6.1 <i>Boro</i> .....	18
2.6.2 <i>Vanadio</i> .....	18
2.6.3 <i>Titanio</i> .....	19
2.6.4 <i>Efecto del contenido del Nb como microaleante en aceros avanzados</i> .....	19



2.7	Deformación plástica en caliente.....	20
2.7.1	<i>Deformación en caliente.....</i>	20
2.7.2	<i>Mecanismos de ablandamiento.....</i>	20
2.7.2.1	<i>Recuperación dinámica.....</i>	20
2.7.2.2	<i>Recristalización dinámica.....</i>	22
2.7.3	<i>Efecto de los precipitados en la recristalización dinámica.....</i>	24
2.8	Mecanismos de endurecimiento en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C..	25
2.8.1	<i>Endurecimiento por solución solida.....</i>	25
2.8.2	<i>Endurecimiento por refinamiento de grano.....</i>	25
2.8.3	<i>Endurecimiento por precipitación.....</i>	25
2.9	Tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación.....	26
2.10	Propiedades de tracción de los aceros austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C.....	27
2.11	Estado del arte.....	28
<b>CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....</b>		<b>32</b>
3.1	Diagrama de flujo del procedimiento experimental.....	32
3.2	Diseño de la composición química de aceros avanzados de baja densidad.....	33
3.3	Predicción de fases mediante el programa JMatPro® 9.1.2.....	33
3.4	Fabricación de los aceros de baja densidad en el horno de inducción al vacío.....	34
3.4.1	<i>Materias primas y balance de carga.....</i>	34
3.4.2	<i>Fabricación de lingoteras.....</i>	35
3.4.3	<i>Proceso de fabricación por fundición en horno de inducción al vacío.....</i>	35
3.5	Seccionamiento de lingotes.....	36
3.6	Análisis químico.....	37
3.6.1	<i>Espectroscopia de emisión por chispa.....</i>	37
3.6.2	<i>Microanálisis químico por SEM-EDS.....</i>	37
3.7	Tratamientos de acondicionamiento microestructural.....	37
3.7.1	<i>Tratamiento térmico de homogeneizado.....</i>	37
3.7.2	<i>Tratamiento térmico de laminación en caliente.....</i>	38
3.7.3	<i>Tratamiento térmico de solubilizado.....</i>	39
3.7.4	<i>Tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación.....</i>	40
3.8	Caracterización metalográfica.....	41
3.8.1	<i>Preparación metalográfica.....</i>	41
3.8.2	<i>Ataque químico.....</i>	41
3.8.3	<i>Microscopia óptica (MO).....</i>	42
3.8.4	<i>Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS).....</i>	42
3.8.5	<i>Ensayos de EBSD.....</i>	42
3.8.5.1	<i>Preparación de muestras.....</i>	42
3.8.5.2	<i>Post-procesamiento.....</i>	43
3.9	Caracterización estructural.....	43
3.9.1	<i>Difracción de rayos-X (DRX).....</i>	43
3.10	Caracterización mecánica.....	43
3.10.1	<i>Microdureza Vickers (HV).....</i>	43



3.10.2 Ensayos de tracción uniaxial.....	44
<b>CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>46</b>
4.1 Análisis químico .....	46
4.2 Predicción de fases mediante el programa JMatPro® 9.2.1.....	47
4.2.1 Diagramas de equilibrio de fases .....	47
4.2.2 Isopletas.....	49
4.2.3 Diagramas de transformación TTT y CCT.....	52
4.3 Condición de solidificación (As-Cast).....	53
4.3.1 Microscopía óptica de luz (LOM) .....	53
4.3.2 Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers .....	54
4.3.3 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS).....	55
4.4 Condición de tratamiento térmico y termo-mecánico de laminación en caliente .....	58
4.4.1 Microscopía óptica de luz (LOM) .....	58
4.4.2 Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers .....	60
4.4.3 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS).....	61
4.4.4 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD) .....	63
4.4.5 Difracción de rayos-X .....	65
4.5 Condición de tratamiento térmico de solubilizado .....	66
4.5.1 Microscopía óptica de luz (LOM) .....	66
4.5.2 Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers .....	67
4.6 Condición de tratamiento térmico de envejecimiento .....	67
4.6.1 Microscopía óptica de luz (LOM) .....	69
4.6.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS).....	71
4.6.3 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD) .....	72
4.6.4 Difracción de rayos-X .....	73
4.7 Evolución del tamaño de grano promedio .....	74
4.8 Evolución de la microdureza Vickers .....	75
4.9 Discusión global de resultados .....	76
4.10 Ensayos de tracción uniaxial .....	78
<b>CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES .....</b>	<b>82</b>
<b>CUMPLIMIENTO DE METAS CIENTÍFICAS/TECNOLÓGICAS .....</b>	<b>83</b>
<b>TRABAJO FUTURO.....</b>	<b>84</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>85</b>



## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 3.1</b> Rango de composición química de los aceros LD (% en peso).....	33
<b>Tabla 3.2</b> Balance de carga para fundiciones de aceros LD de referencia y microaleado. ....	34
<b>Tabla 4.1</b> Composición química de los aceros LD (% en peso). ....	46
<b>Tabla 4.2</b> Temperaturas de formación, estabilización y % de fases presentes en los diagramas de equilibrio. ....	48
<b>Tabla 4.3</b> Tamaño de dendrita promedio y microdureza Vickers obtenidos en condición de solidificación. ....	55
<b>Tabla 4.4</b> Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers obtenidos en condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	60
<b>Tabla 4.5</b> Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers obtenidos en condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	67
<b>Tabla 4.6</b> Propiedades mecánicas de los aceros LD obtenidas a partir de los ensayos de tracción uniaxial.....	80



## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b> Representación esquemática de los aceros AHSS [11].	5
<b>Figura 2.2</b> Diagramas de equilibrio de fases del sistema cuaternario Fe-Mn-Al-C en función del % de C con 15% en peso de Mn y variación del contenido de Al. (a) Al=4%, (b) Al=7% y (c) Al=10% [35].	10
<b>Figura 2.3</b> Diagramas de equilibrio de fases del sistema cuaternario Fe-Mn-Al-C en función del % de Al y Mn. (a) Al variable con 0.85% C y 20% Mn, (b) Mn variable con 0.85% C y 7% Al [35].	11
<b>Figura 2.4</b> Diagrama TTT de la descomposición de la solución sólida austenítica en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si [35].	12
<b>Figura 2.5</b> Representación esquemática de la celda unitaria del carburo- $\kappa$ [44].	14
<b>Figura 2.6</b> Estructuras cristalinas de las fases a) B2 y b) DO <sub>3</sub> en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C [50].	16
<b>Figura 2.7</b> Representación de las etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos y, e) Crecimiento de granos [64].	21
<b>Figura 2.8</b> Jerarquía de microestructuras en metales policristalinos deformados por deslizamiento: a) Dislocaciones, b) Límites de dislocaciones, c) Bandas de deformación y transición dentro de un grano, d) Bandas de corte y e) Barreras densas de dislocaciones [67].	22
<b>Figura 2.9</b> Esquema de la recristalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recristalización, b) El crecimiento de un grano recristalizado estáticamente, c) El crecimiento de un grano recristalizado dinámicamente y d) Cinética de la recristalización [63].	23
<b>Figura 2.10</b> Esquema de la evolución de la precipitación de las partículas de carburo kappa durante el proceso de envejecimiento [45].	26
<b>Figura 2.11</b> Diagrama de las propiedades de tracción a temperatura ambiente medidas de los aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C con diversos contenidos de Mn [82].	27



<b>Figura 3.1</b> Diagrama de flujo del procedimiento experimental.....	32
<b>Figura 3.2</b> Lingotera de acero comercial ASTM A36.....	35
<b>Figura 3.3</b> Horno de inducción al vacío de la marca CONSARC. ....	36
<b>Figura 3.4</b> Ciclo de tratamiento térmico de homogeneizado.....	38
<b>Figura 3.5</b> Ciclo de tratamiento térmico de homogenización y termo-mecánico de las cinco etapas de laminación en caliente de los aceros LD.....	39
<b>Figura 3.6</b> Ciclo de tratamiento térmico de solubilizado. ....	39
<b>Figura 3.7</b> Diagrama TTT de la descomposición de la solución sólida austenítica [35]. ....	40
<b>Figura 3.8</b> Ciclo de tratamiento térmico de envejecimiento del acero LD. ....	41
<b>Figura 3.9</b> Huella de microdureza Vickers. ....	44
<b>Figura 3.10</b> Geometría y dimensiones de probetas planas para ensayos de tracción uniaxial. ....	44
<b>Figura 3.11</b> a) Placa rectificada a 3 mm de espesor. b) Probetas de tracción uniaxial en condición de laminación en caliente, solubilizado y envejecido.....	45
<b>Figura 4.1</b> Diagramas de fases en equilibrio de los aceros a, c) LDA-REF y b, d) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1. ....	47
<b>Figura 4.2</b> Diagramas de fase metaestable de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1. ....	49
<b>Figura 4.3</b> Isopletras en función del contenido de a) Al, b) Mn y c) C calculadas mediante JMatPro® 9.2.1 para el acero LDA-REF. ....	50
<b>Figura 4.4</b> Isopletras en función del contenido de a) Al, b) Mn y c) C calculadas mediante JMatPro® 9.2.1 para el acero LDA-Nb. ....	51
<b>Figura 4.5</b> Isopletra en función del contenido de Nb calculada mediante JMatPro® 9.2.1.....	52
<b>Figura 4.6</b> Diagramas de transformación isotérmica (TTT) de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1.....	52
<b>Figura 4.7</b> Diagramas bajo enfriamiento continuo (CCT) de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1.....	53



<b>Figura 4.8</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de solidificación. a, b) Acero LDA-REF y c, d) Acero LDA-Nb. ....	54
<b>Figura 4.9</b> Escaneo lineal en las islas de ferrita- $\delta$ de los aceros de baja densidad a) LDA-REF y b) LDA-Nb. ....	55
<b>Figura 4.10</b> Micrografías de los aceros avanzados LDA-REF en condición de solidificación a) microestructura, b, c) precipitados de carburos kappa y d) mapeo químico elemental de una isla de ferrita- $\delta$ . ....	56
<b>Figura 4.11</b> Micrografías de los aceros avanzados LD austeníticos microaleados con Nb en condición de solidificación a, c) microestructura, b) precipitados de carburos kappa y d) mapeo químico elemental de precipitados de NbC y MnN. ....	57
<b>Figura 4.12</b> Micrografías del acero avanzado LDA-REF en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente en la a-b) 3ª y c-d) 5ª etapa de laminación. ....	58
<b>Figura 4.13</b> Micrografías del acero avanzado LDA-Nb en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente en la a-b) 3ª y c-d) 5ª etapa de laminación. ....	59
<b>Figura 4.14</b> Micrografías SEM de los aceros avanzados LDA-REF en la 5ª etapa de laminación en caliente. a) Fase kappa modulada, b, c) precipitados de MnS y AlN y d) EDS de AlN. ....	62
<b>Figura 4.15</b> Micrografías SEM de los aceros avanzados LDA-Nb en la 5ª etapa de laminación en caliente. a) Fase kappa modulada, b, c) precipitados de NbC y d) EDS de NbC. ....	63
<b>Figura 4.16</b> Mapas EBSD del a) LDA-REF y b) LDA-Nb en la 5ª etapa de laminado en caliente. ....	64
<b>Figura 4.17</b> ODFs en la 5ª etapa de laminado en caliente de la fase austenita en los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb. ....	64
<b>Figura 4.18</b> Patrones de difracción de rayos-X de los aceros LD en la 5ª etapa de laminación en caliente. ....	65



<b>Figura 4.19</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de solubilizado a-b) LDA-REF y c-d) LDA-Nb a diferentes aumentos. ....	66
<b>Figura 4.20</b> Microdureza y micrografías en condición de tratamiento térmico de envejecimiento de 0 a 20 horas.....	68
<b>Figura 4.21</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de 2.5 h de tratamiento térmico de envejecimiento a, b) LDA-REF y c, d) LDA-Nb. ....	69
<b>Figura 4.22</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de 20 h de tratamiento térmico de envejecimiento a, b) LDA-REF y c, d) LDA-Nb. ....	70
<b>Figura 4.23</b> Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de 20 h de tratamiento térmico de envejecimiento a, b) LDA-REF y c, d) LDA-Nb. ....	71
<b>Figura 4.24</b> Mapas EBSD del a) LDA-REF y b) LDA-Nb en condición de tratamiento térmico de envejecimiento.....	72
<b>Figura 4.25</b> ODFs de la fase austenita en tratamiento térmico de envejecimiento en los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb. ....	73
<b>Figura 4.26</b> Patrones de difracción de rayos-X de los aceros LD condición de tratamiento térmico de envejecimiento.....	73
<b>Figura 4.27</b> Picos de fase kappa asociado a la austenita de los aceros LD condición de tratamiento térmico de envejecimiento. ....	74
<b>Figura 4.28</b> Tamaño de grano en la sección longitudinal y transversal de las diferentes condiciones de estudio. ....	75
<b>Figura 4.29</b> Microdureza Vickers en las diferentes condiciones estudiadas. ....	76
<b>Figura 4.30</b> Grafica global de la evolución del tamaño de grano promedio, microdureza Vickers y micrografías de LOM en los aceros LDA-REF y LDA-Nb.....	77
<b>Figura 4.31</b> Curvas esfuerzo deformación de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb en las condiciones de laminación en caliente, solubilizado y envejecido.....	78
<b>Figura 4.32</b> Propiedades mecánicas obtenidas a partir de los ensayos de tracción uniaxial de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb. ....	80



## LISTA DE ABREVIATURAS

**AHSS:** Aceros avanzados de alta resistencia.

**LD:** Baja densidad.

**LDA:** Baja densidad austeníticos.

**LDA-REF:** Acero de baja densidad austenítico de referencia.

**LDA-Nb:** Acero de baja densidad austenítico microaleado con Nb.

**DRX:** Recristalización dinámica.

**EBSD:** Difracción de electrones por retrodispersión

**ODF:** Orientation of Density Functions.

**MO:** Microscopia óptica.

**MEB:** Microscopia electrónica de barrido.

**DRX:** Difracción de rayos-X.

**UTS:** Resistencia máxima a la tracción.

**YS:** Resistencia a la cedencia.

**TEL:** Elongación total.

**TTT:** Diagramas de transformación isotérmica.

**CCT:** Diagrama de transformación bajo enfriamiento continuo.

**PTT:** Diagramas de precipitación.



## RESUMEN

Los aceros de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C presentan una buena combinación de resistencia y ductilidad, disponiendo de una excelente combinación de propiedades físicas y mecánicas ideales para aplicaciones en la industria aeronáutica, automotriz y militar, tales como alta resistencia mecánica, buen rendimiento a la fatiga, resistencia a la oxidación a elevada temperatura, elongación total y baja densidad, alcanzando una reducción en densidad de hasta 20% respecto a los aceros convencionales.

El presente proyecto de investigación tiene como objetivo estudiar el efecto de la adición de Nb en la microestructura y propiedades mecánicas de un acero avanzado de baja densidad austenítico del sistema Fe-Mn-Al-C en condición de tratamiento térmico y termo-mecánico. Para lo cual, se diseñaron y fabricaron en horno de inducción al vacío aceros LD austeníticos, uno de referencia y otro microaleado con 0.25% Nb. Una vez fabricados dichos aceros se acondicionaron microestructuralmente mediante los tratamientos térmicos y termo-mecánicos de homogenización, laminación en caliente, solubilizado y envejecimiento por precipitación para eliminar la estructura dendrítica, obtener un refinamiento de grano y precipitación de la fase kappa. Asimismo, se caracterizaron metalográficamente por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB), mientras que para la caracterización estructural se utilizó difracción de rayos-X (DRX) y difracción de electrones por retrodispersión (EBSD) para caracterizar la orientación cristalográfica de las fases presentes. Además, se realizaron ensayos de tracción uniaxial y de microdureza Vickers para determinar las propiedades mecánicas del material.

Los resultados muestran que la adición de Nb generó un alto grado de recristalización dinámica, refinamiento de grano y endurecimiento por precipitación. Así, durante el acondicionamiento microestructural se obtuvo una microestructura equiaxial y uniforme, tamaño de grano austenítico de hasta 16.4  $\mu\text{m}$ , dureza de 392.6 HV, y partículas de NbC y carburos kappa de tamaño nanométricos después de la quinta etapa de laminación en caliente. Se determinó que las mejores condiciones de tratamiento térmico de envejecimiento para obtener los valores de dureza más altos es con temperatura de 550 °C y tiempo de permanencia de 2.5 h. Finalmente, se obtuvieron las mejores propiedades mecánicas (esfuerzo máximo de 1023 MPa y 32 % de elongación) en el acero LDA-Nb en condición de envejecimiento con 2.5 h de permanencia.



**Palabras clave:** Aceros de baja densidad, deformación, carburos kappa, niobio, precipitación.

## ABSTRACT

The low-density (LD) steels of the Fe-Mn-Al-C system present a good combination of strength and ductility, having an excellent combination of physical and mechanical properties which are ideal for applications in the aeronautical, automotive and military industries, such as high mechanical strength, good fatigue performance, high temperature oxidation resistance, total elongation and low density, reaching a reduction in density of up to 20% with respect to conventional steels.

The present research work aims to study the effect of Nb addition on the microstructure and mechanical properties of an advanced austenitic low-density steel of the Fe-Mn-Al-C system under heat and thermo-mechanical treatment conditions. For this purpose, austenitic LD steels were designed and fabricated in a vacuum induction furnace, one as a reference and the other microalloyed with 0.25wt.% Nb. Once these steels were manufactured, they were microstructurally conditioned by heat and thermo-mechanical treatments of homogenization, hot-rolling, solubilization and precipitation aging to eliminate the dendritic structure, obtain grain refinement and precipitation of the kappa phase. They were also characterized metallographically by light optical microscopy (LOM) and scanning electron microscopy (SEM). For structural characterization, X-ray diffraction (XRD) and electron backscatter diffraction (EBSD) were used to characterize the crystallographic orientation of the phases present. In addition, uniaxial tensile and Vickers microhardness tests were carried out to determine the mechanical properties of the material.

The results show that the Nb addition to austenitic LD steel generated a high degree of dynamic recrystallization, grain refinement and precipitation hardening. Thus, during microstructural conditioning, an equiaxial and uniform microstructure, austenitic grain size up to 16.4  $\mu\text{m}$ , hardness of 392.6 HV, and nanometer-sized NbC particles and kappa carbides were obtained after the fifth hot-rolling stage. It was determined that the best aging heat treatment conditions to obtain the highest hardness values is with temperature of 550 °C and a holding time of 2.5 h. Finally, the best mechanical properties (ultimate tensile strength of 1023 MPa and 32 % elongation) were obtained in the LDA-Nb steel under aging condition with 2.5 h of permanence.



## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C son aceros avanzados de última generación pertenecientes a los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS). Estos aceros se pueden clasificar en cuatro categorías dependiendo de la microestructura que presentan; austeníticos, ferríticos, dúplex base austenita y dúplex base ferrita. En términos de procesamiento y propiedades los aceros austeníticos son los más prometedores, ya que sus propiedades de tracción son similares a los aceros TWIP alto-Mn y su resistencia al impacto en condición de solubilizado es más alta que la de los aceros convencionales de alta resistencia.

Los aceros LD tienen aplicaciones potenciales en la industria automotriz debido al bajo peso que estos presentan a causa del alto contenido de Al. Esta reducción considerable de peso los hace ideales para aligerar los vehículos y con ello mitigar la contaminación ambiental por emisiones de CO<sub>2</sub>, principal motivo por el que en los últimos años estos materiales han tenido un creciente desarrollo por parte de estas industrias que cuentan con áreas de investigación y desarrollo, en las cuales por el momento solo se cuenta con prototipos de automóviles con este tipo de aceros.

Estudios recientes han establecido que los aceros LD presentan densidades bajas en un rangos de 6.5–7.0 g/cm<sup>3</sup> y excelentes propiedades mecánicas como resistencia máxima (UTS) de 600–1500 MPa, límite elástico (YS) de 400–1000 MPa, elongación total (TEL) de 30–100 %, buen rendimiento de fatiga y resistencia a la oxidación a alta temperatura [1]. Sin embargo, en la actualidad no se entiende del todo el comportamiento de la deformación plástica, corrosión, fatiga y soldabilidad de los aceros LD, razón por la cual, es muy importante la investigación de dichos materiales.

En el presente proyecto de investigación se estudia el efecto en la microestructura y propiedades mecánicas de la adición del 0.25% de Nb en un acero LD austenítico del sistema Fe-Mn-Al-C, para la caracterización metalográfica, estructural y mecánica se emplearon diferentes técnicas como microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) para caracterizar fases y precipitados presentes, difracción de rayos-X (DRX) para determinar transformaciones de fase, EBSD para la orientación cristalográfica de las fases y ensayos de microdureza Vickers y tracción uniaxial para determinar las propiedades mecánicas.



## 1. Justificación

Los aceros de baja densidad (LD) tienen una característica muy singular en términos de propiedades mecánicas, ya que presentan alta resistencia y elevada ductilidad, además de una reducción en densidad de hasta 20% respecto a los aceros convencionales. Las regulaciones ambientales para la emisión de gases hacen indispensable la necesidad de disminuir el consumo de combustibles mediante el aligeramiento de vehículos, puesto que los contenidos de CO<sub>2</sub> y otros gases crecen año con año, según lo marca la Organización Mundial de la Salud (OMS), por ello la investigación y desarrollo (I+D) de aceros LD está acorde con las nuevas políticas energéticas y ecológicas (impacto ambiental). Pese a ello, existe muy poca información en la literatura especializada sobre el efecto de la adición de elementos microaleantes en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C, particularmente del Nb (impacto científico). Además de que el acero es una aleación de diversas aplicaciones (actualmente la producción mundial anual es de 1,877.5 millones de toneladas). A pesar de presentar ciertas limitantes, la correcta elección de sus elementos de aleación, su procesamiento térmico o termo-mecánico y el diseño óptimo de los parámetros de proceso (temperatura, tiempo, velocidad de enfriamiento, nivel de deformación, entre otros) para lograr la mejor relación microestructura-propiedades (impacto tecnológico), el acero se mantiene como un material potencial y, hasta cierto punto, en un material relativamente económico en comparación con otros, y en muchas aplicaciones, hasta ahora insustituible.

## 2. Objetivos

### 1.2.1 *Objetivo general*

Determinar el efecto de la adición de Nb como elemento microaleante sobre la microestructura y propiedades mecánicas de un acero avanzado de baja densidad austenítico del sistema Fe-Mn-Al-C.

### 1.2.2 *Objetivos específicos*

- Diseñar y fabricar un acero avanzado de baja densidad austenítico microaleado con Nb.



- Predecir los diagramas de fase en equilibrio y metaestables del sistema Fe-Mn-Al-C y Nb, así como diagramas de transformación TTT, CCT y PTT.
- Diseñar y desarrollar tratamientos térmicos de solubilizado y envejecido y termo-mecánico de laminación en caliente, para acondicionamiento microestructural.
- Caracterizar metalográfica, estructural y mecánicamente en las diferentes condiciones de tratamiento térmico y termo-mecánico.

### 3. Hipótesis

#### i) Argumentos

Con base a estudios previos [2–6] se sabe que los aceros LD presentan propiedades mecánicas de alta resistencia y ductilidad. Además, que la adición del 1% en peso de Al en estos aceros, disminuye la densidad un 1.3% y de que sus principales mecanismos de endurecimiento son por solución sólida y precipitación. De igual manera se ha reportado la presencia de fases secundarias como la fase kappa, B<sub>2</sub> y DO<sub>3</sub> en el sistema Fe-Mn-Al-C, que si bien son parte importante en el mejoramiento de las propiedades son consideradas fases frágiles que aumentan la resistencia, pero limitan la ductilidad. Por otra parte, lo reportado sobre el efecto del Nb como microaleante en aceros LD austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C, señalan que éste genera refinamiento de grano, endurecimiento por solución sólida y precipitación de carburos, inhibición del crecimiento de los granos recristalizados durante la deformación en caliente y retardamiento de la cinética de precipitación de carburos kappa durante el tratamiento térmico de envejecimiento [7].

#### ii) Propuesta

A partir de estos argumentos se espera que la adición del 0.25 % de Nb en aceros LD austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C, incremente la resistencia a la cedencia y a altas temperaturas, que inhiba el crecimiento de granos recristalizados de la austenita durante las etapas sucesivas de deformación plástica y con ello obtener un significativo refinamiento de grano, debido a la presencia de NbC. Por otro lado, se espera un retraso de la cinética de precipitación de carburos kappa debido al proceso competitivo por la formación de carburos en el sistema.



#### **4. Metas científicas/tecnológicas**

1. Obtener tamaño de grano austenítico menor a 45  $\mu\text{m}$ .
2. Obtener precipitados intragranulares de la fase kappa menores a 20 nm.
3. Obtener partículas precipitadas intragranulares de Nb (C, N) menores a 100 nm.
4. Desarrollar un acero LD austenítico microaleado con Nb de alta resistencia mayor a 1200 MPa y alargamiento mayor al 40%.
5. Establecer las mejores condiciones de los tratamientos térmicos de homogenización, solubilizado, envejecimiento y de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente para obtener la mejor relación microestructura-propiedades.
6. Aportar nuevos conocimientos sobre el efecto del Nb en los procesos de deformación plástica en caliente y envejecimiento de aceros de baja densidad austeníticos.

## CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y ESTADO DEL ARTE

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

Los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) son materiales complejos que se caracterizan por tener microestructuras multifásicas y propiedades metalúrgicas únicas como resistencia a la tensión, ductilidad, tenacidad y resistencia a la fatiga, de acuerdo con la fase y plasticidad que presenten. Los tipos de AHSS se clasifican en aceros de doble fase (DP), plasticidad inducida por transformación (TRIP), plasticidad inducida por maclado (TWIP), plasticidad inducida por bandas de corte (SIP), plasticidad inducida por micro bandas de corte (MBIP), fase compleja (CP), martensítico (MART) y aceros libres de intersticiales (IF) [8]. El principal uso de los AHSS se encuentra en la industria automotriz debido a su potencial para la producción de estructuras ligeras que favorecen la reducción del consumo de energía y las emisiones de CO<sub>2</sub> [9, 10].

#### 2.1.1 Generaciones de los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS)

Los AHSS se clasifican en tres generaciones de acuerdo con sus propiedades de resistencia a la tensión y alargamiento, como se presenta en la Figura 2.1.

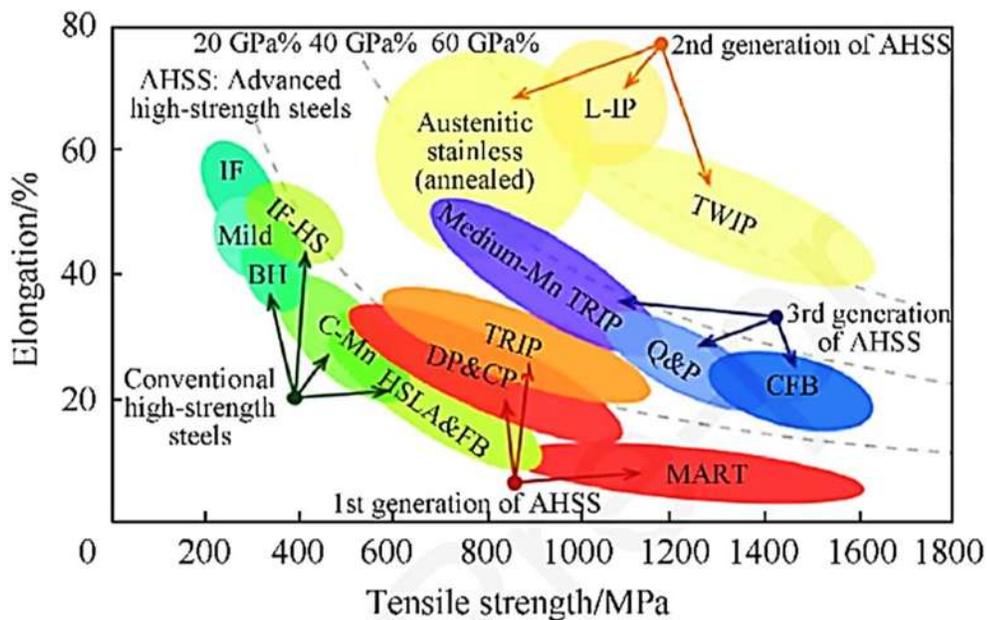


Figura 2.1 Representación esquemática de los aceros AHSS [11].



### ***2.1.1.1 Primera generación***

La primera generación de aceros avanzados se basa principalmente en aceros convencionales con una base de ferrita en su microestructura. Estos aceros presentan una elongación limitada menor al 25% cuando la resistencia es superior a 500 MPa. Principalmente son utilizados en la carrocería dentro de la industria automotriz [12]. Los aceros pertenecientes a la primera generación son los aceros de bajo contenido de carbono, aceros libres de intersticiales (IF), aceros endurecidos (BH), aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA), aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP), aceros martensíticos (MART), aceros de doble fase (DP) y aceros de fase compleja (CP).

### ***2.1.1.2 Segunda generación***

Los aceros avanzados de segunda generación cuentan con una mejor relación resistencia-elongación ya que presentan múltiples fases en su microestructura, por lo que sus propiedades físicas y mecánicas dependerán del procesamiento que se aplique. Sin embargo, el alto porcentaje de Mn empleado (por arriba de 18% en peso) elevan su costo [12]. Dentro de esta clasificación se encuentran los aceros ligeros con plasticidad inducida (L-IP) y los aceros de plasticidad inducida por maclado (TWIP).

### ***2.1.1.3 Tercera generación***

Esta generación se enfoca en tener una relación similar entre la resistencia a la cedencia y la ductilidad que los aceros TWIP poseen, pero con menor cantidad de aleantes y menos dificultades en su fabricación. Los AHSS de tercera generación desarrollados hasta el momento presentan una microestructura multifásica compleja, lo que permite la obtención de una amplia variedad de propiedades mecánicas [12]. Esta generación está formada por los aceros de baja densidad (LD), los aceros bainíticos libres de carburos (CFB), aceros de temple y partición (Q&P) y los aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP) medio-Mn [11].

## **2.2 Generalidades de los aceros avanzados de baja densidad**

Los aceros avanzados de baja densidad son aleaciones correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C que presentan una combinación de excelentes propiedades mecánicas y físicas. Sus principales



mecanismos de endurecimiento son por solución sólida y precipitación. La baja densidad de este tipo de aceros se asocia al alto contenido de Al combinada con la elevada resistencia que presentan, clasificándolos con los aceros avanzados de alta resistencia.

### **2.2.1 Clasificación de los aceros de baja densidad**

Los aceros de baja densidad se clasifican de acuerdo con la constitución de la fase matriz, en el caso del sistema Fe-Mn-Al-C se clasifican en aceros ferríticos, austeníticos, de doble fase y de triple fase.

#### **2.2.1.1 Aceros ferríticos ( $\alpha$ )**

Los aceros ferríticos Fe-Al cuentan con limitaciones en relación con la resistencia y ductilidad [13, 14]. Sin embargo, estas aleaciones son más simples de procesar y exhiben propiedades mecánicas adecuadas para aplicaciones de paneles exteriores de automóviles. Los aceros ferríticos de baja densidad contienen esencialmente Al que, al ser un estabilizador de ferrita, reduce significativamente el bucle austenítico al mismo tiempo que expande el campo de fase ferrítica [15]. Esto da como resultado una microestructura totalmente ferrítica a temperatura ambiente. Aunque el Al se puede agregar en aceros ferríticos de baja densidad hasta una cantidad bastante alta de 11% en peso [15], se ha sugerido que el contenido de Al debe restringirse a menos de 6.5% en peso, ya que la adición por arriba del 6.5% de Al da lugar a la formación de compuestos intermetálicos como  $\text{Fe}_3\text{Al}$  y  $\text{FeAl}$ , los cuales tienden a fragilizar fuertemente el material [16].

#### **2.2.1.2 Aceros austeníticos ( $\gamma$ )**

Los aceros austeníticos de baja densidad son aleaciones de Fe-Mn-Al-C con un contenido muy alto de Mn (>25% en peso) [17, 18]. El ordenamiento de corto alcance usualmente ocurre en la austenita debido a los factores termodinámicos causados por los elementos de aleación del sistema. Este orden de corto alcance existe en los aceros procesados, incluso con una alta velocidad de enfriamiento, como el temple en agua. Los carburos- $\kappa$  precipitan en aceros austeníticos debido a dicho ordenamiento de corto alcance. La energía de falla de apilamiento de la austenita, así como la existencia de carburos- $\kappa$  modifica las características de deformación de



los aceros austeníticos y da lugar a diferentes mecanismos de mejora de la ductilidad, tales como TWIP, SIP y MBIP [19].

### **2.2.1.3 Aceros de doble fase ( $\gamma+\alpha$ )**

También conocidos como aceros dúplex, al ser aceros con doble fase combinan las mejores características de estas dos fases austenita y ferrita. Los aceros de baja densidad Fe-Al son básicamente de naturaleza ferrítica. Por lo tanto, para hacer factible la transformación de fase en estos aceros, se agregan estabilizadores austeníticos como C y Mn, aspecto clave para el diseño composicional de aceros de fase dúplex y tríplex. Dependiendo de las cantidades relativas de Al y Mn + C, en los aceros dúplex, la ferrita (mayor Al) o la austenita (mayor Mn + C) pueden surgir como la fase principal en la microestructura, lo que permite que estos aceros se subdividan en aceros dúplex base ferrita y aceros dúplex base austenita [19]. Los aceros dúplex basados en ferrita son más efectivos en la reducción de densidad que los basados en austenita debido a que los primeros tienen una mayor cantidad de aleación con Al que con Mn [20].

### **2.2.1.4 Aceros de triple fase ( $\gamma+\alpha+\kappa$ )**

Conocidos como aceros tríplex de baja densidad, los cuales son aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C con básicamente tres fases (ferrita, austenita y los carburos- $\kappa$ ) [21]. Por lo tanto, la metalurgia básica de los aceros dúplex pertenecientes a las transformaciones de fase BCC y FCC también es válida para estos aceros. Dependiendo de la química de los aceros, la ruta básica del proceso de producción de aceros tríplex implica un recocido de solución generalmente en un campo de dos fases ( $\alpha + \gamma$ ) o trifásico ( $\alpha + \gamma + \kappa$ ) y enfriamiento seguido de un proceso de envejecimiento. Los carburos crecen a partir de áreas enriquecidas con C de la matriz austenítica formados por la descomposición espinodal durante el enfriamiento rápido y la precipitación por envejecimiento [22, 23].

## **2.2.2 Aplicaciones de los aceros de baja densidad**

Las aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C son utilizadas en aplicaciones criogénicas, además de aplicaciones en la industria militar y automotriz [24], así como en aplicaciones de resistencia a la oxidación a alta temperatura y de resistencia a la corrosión, como en la industria aeronáutica y química, con composiciones específicas recomendadas para cada aplicación. Sin embargo, los



aceros de baja densidad tienen su principal aplicación con fines estructurales en la industria militar, aeronáutica y automotriz principalmente, ya que la reducción del peso de los vehículos de transporte conduce a la mejora de la eficiencia del combustible y la reducción de las emisiones de CO<sub>2</sub>. En los automóviles, existen tres tipos básicos de parámetros de rendimiento, los cuales son la rigidez, resistencia a las abolladuras y resistencia a los choques. Una menor densidad de las placas de acero afectará a estos tres índices de rendimiento a través del espesor que dichas placas tengan [13, 25].

Recientemente se ha puesto mayor interés en la investigación de las propiedades mecánicas de los aceros LD austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C, ya que son aleaciones con excelentes propiedades de tracción y alto límite elástico ideales para aplicaciones criogénicas [26]. Lee y col. [27] reportaron energías de impacto Charpy de 120 J a -196 °C en aceros LD austeníticos con contenidos de Mn de 19 y 22%. Asimismo, Chen y col. [28] reportaron que los aceros LD austeníticos absorben alta energía de impacto a temperatura criogénica. Estos autores encontraron que, al aumentar el contenido de Al, la energía de impacto aumenta de 122 J a 138 J a -196 °C.

### **2.3 Aceros avanzados de baja densidad austeníticos**

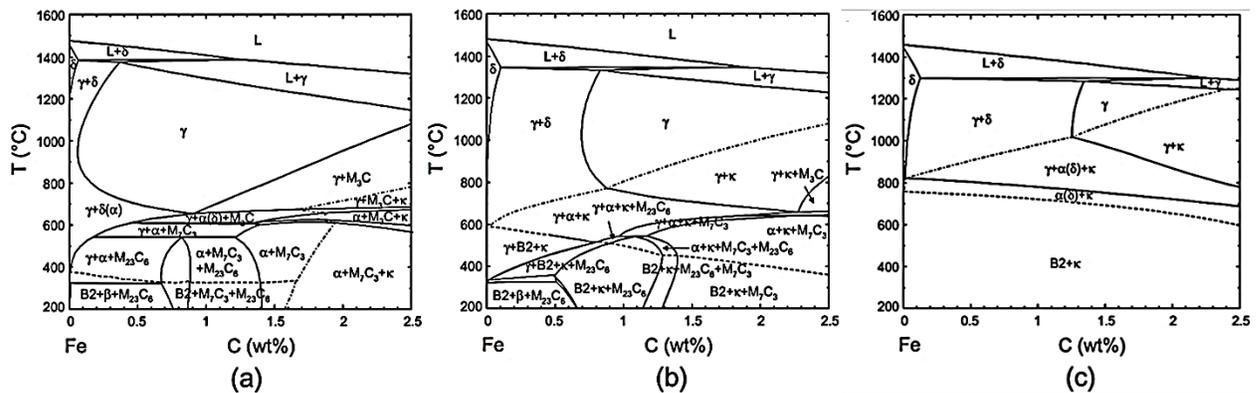
Los aceros de baja densidad austeníticos tienen un rango de composición química que va del 20-30% en peso de Mn, 7-12% de Al y 0.8-2.0% de C. Dentro de este rango de composición química se han presentado incrementos favorables en las propiedades mecánicas y físicas, ya que presentan una relación resistencia-ductilidad alta. Presentan buenas propiedades como resistencia máxima a la tracción (UTS) de 600–1500 MPa, resistencia a la cedencia (YS) de 400–1000 MPa, elongación total (TEL) de 30–100 %, buen rendimiento de fatiga y resistencia a la oxidación a alta temperatura [1, 29, 30], así como una considerable capacidad de endurecimiento por deformación [31, 32] y resistencia al desgaste [33, 34]. La baja densidad, de estos aceros se presenta entre 6.2 y 7.0 g/cm<sup>3</sup>, lo cual puede alcanzar una reducción en peso de hasta el 20% con respecto a los aceros convencionales.

## 2.4 Diagramas de equilibrio de fases de los aceros avanzados de baja densidad

### 2.4.1 Diagramas de equilibrio de fases

Para la formación de la austenita en los aceros de baja densidad se agregan elementos como Mn y C ya que son estabilizadores de austenita FCC. Los efectos de los elementos de aleación sobre la constitución de las fases se estudian mediante la formación de diagramas de equilibrio cuaternarios del sistema Fe-Mn-Al-C, donde las principales fases presentes son la austenita ( $\gamma$ ), ferrita ( $\delta$ ) y carburo kappa. Las líneas punteadas en estos diagramas corresponden a la temperatura de formación de la fase kappa.

La Figura 2.2 muestra los diagramas de fase de las aleaciones Fe-Mn-Al-C en función del contenido de C hasta el 2.5%, con un contenido fijo de Mn del 15% y varios contenidos de Al y la Figura 2.3 muestra los diagramas de fase de las aleaciones Fe-Mn-Al-C en función del Al para un contenido fijo de C del 0.85% y Mn del 20% (Figura 2.3a), y en función del Mn para el mismo contenido fijo de C y Al del 7% (Figura 2.3b) [35].

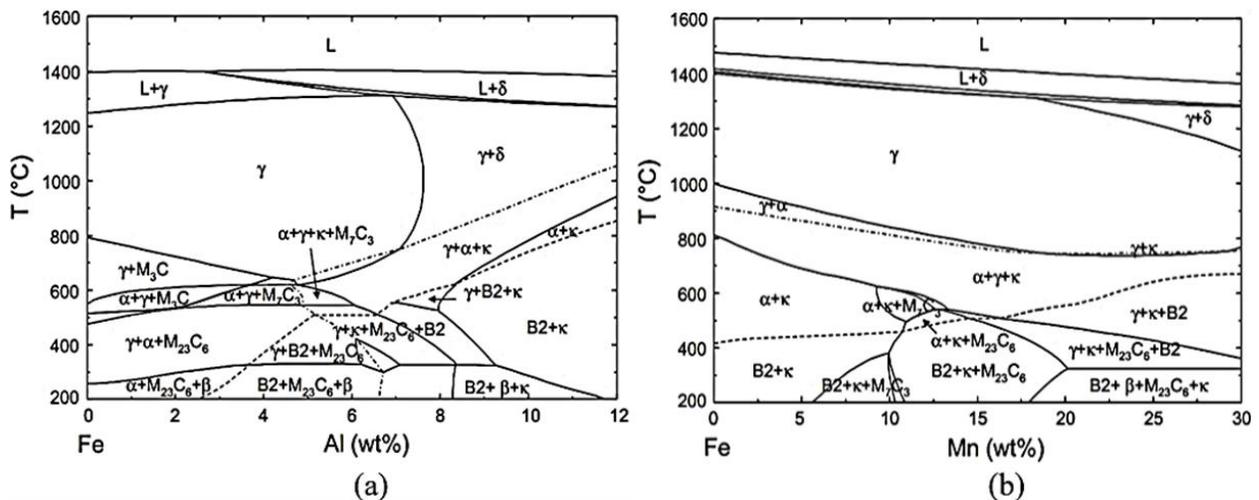


**Figura 2.2** Diagramas de equilibrio de fases del sistema cuaternario Fe-Mn-Al-C en función del % de C con 15% en peso de Mn y variación del contenido de Al. (a) Al=4%, (b) Al=7% y (c) Al=10% [35].

En estos diagramas se puede observar que las fases en equilibrio dentro de la zona rica en Fe para este sistema son la austenita ( $\gamma$ ), ferrita ( $\delta$ ), carburo kappa,  $M_3C$ ,  $M_2C_6$ ,  $M_7C_3$  y Mn- $\beta$ . Estas

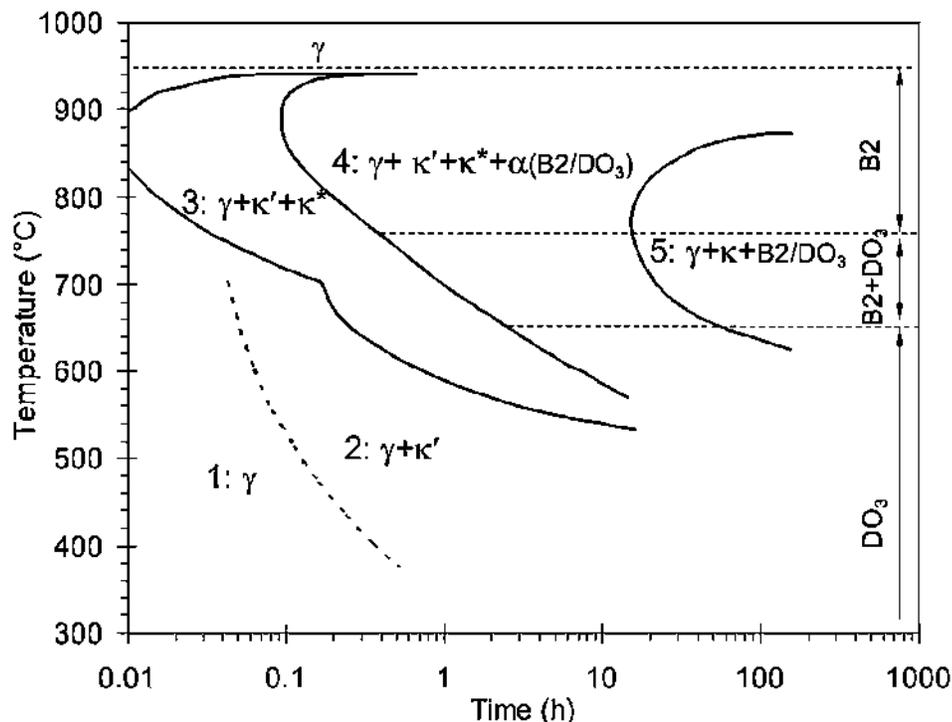
fases pueden coexistir bajo diferentes condiciones dependiendo de la composición y temperatura. En los aceros Fe-Al-C, la fase kappa se forma cuando el contenido de Al es mayor de 2%, mientras que en aceros Fe-Mn-Al-C, el contenido de Al requerido para formar la fase kappa se incrementa a más de 5% cuando se agrega un 2% de Mn, lo que indica que el Mn restringe la formación de fase kappa y el Al restringe la formación de otro tipo de carburos tales como  $M_3C$  y  $M_{23}C_6$ . La temperatura de formación de la fase kappa se incrementa a medida que los contenidos de C y Al aumentan. La temperatura de solvus para el carburo kappa disminuye cuando el Mn se incrementa hasta 15% y no varía con el incremento de Mn. Cuando los contenidos de C y Mn aumentan, la región de fase austenítica se agranda para un contenido de Al dado.

En el caso de que se desee una matriz de fase austenítica, el efecto estabilizante de la ferrita del Al debe compensarse con el incremento de Mn y C. La temperatura de transición orden-desorden aumenta a medida que los contenidos de Al y Mn se incrementan, pero disminuye cuando el contenido de C también disminuye. Dicho comportamiento establece que el incremento de Al y Mn promueve la formación de fases ordenadas dentro de la ferrita, mientras que el incremento del contenido de C restringe la formación de fases ordenadas.



**Figura 2.3** Diagramas de equilibrio de fases del sistema cuaternario Fe-Mn-Al-C en función del % de Al y Mn. **(a)** Al variable con 0.85% C y 20% Mn, **(b)** Mn variable con 0.85% C y 7% Al [35].

En la Figura 2.4 se muestra un diagrama de transformación TTT para la descomposición de la solución sólida de austenita durante el recocido isotérmico en el rango de temperaturas de 400 a 950 °C durante un máximo de 1000 horas para una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si [36, 37], donde antes de alcanzar las fases de equilibrio se producen una serie de reacciones. En el área 1 la descomposición espinodal provoca la modulación de C y Al dentro de la austenita [38, 39], la cual se descompone de la austenita  $\gamma$ -FCC de alta temperatura a dos fases de austenita FCC de baja temperatura, una pobre en soluto (C y/o Al)  $\gamma'$  y otra rica en soluto  $\gamma''$ . El área 2 produce una reacción de orden de corto alcance (SRO) tras un enfriamiento adicional a bajas temperaturas, y la austenita FCC rica en soluto  $\gamma''$  transforma en la fase L'12. El área 3 es donde la fase L'12, transforma a carburo- $\kappa'$  (intragranular) por descomposición espinodal. El área 4 es donde la precipitación de carburos- $\kappa$  conduce a la desestabilización de la austenita restante y precipita la ferrita, seguido de la precipitación de Mn- $\beta$ . El área 5 es donde las fases se encuentran en equilibrio [40].



**Figura 2.4** Diagrama TTT de la descomposición de la solución sólida austenítica en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si [35].



### **2.4.2 Fase austenita**

La austenita en las aleaciones Fe-Mn-Al-C no es una fase estable a temperaturas bajas, cualquier tratamiento térmico llevará a la descomposición de la austenita para acercarse al estado de equilibrio. Las reacciones de descomposición y los productos pueden predecirse a partir de diagramas de fase politérmicos de las aleaciones cuaternarias Fe-C-Mn-Al [35]. En los que se ha observado que la fase austenita se transforma en una mezcla de fases de austenita más kappa, mientras que la fase ferrita se descompone en una combinación de fases DO<sub>3</sub> más carburos- $\kappa$  a temperatura ambiente [13]. Para los aceros austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C, la laminación en caliente también es un factor que afecta la estructura austenítica ya que se realiza en la región de la fase austenita. La recristalización ocurre durante el proceso de laminado en caliente convencional, y la microestructura después del laminado en caliente generalmente muestra una estructura de grano austenítico equiaxial que contiene maclas de recocido [41].

### **2.4.3 Fase ferrita**

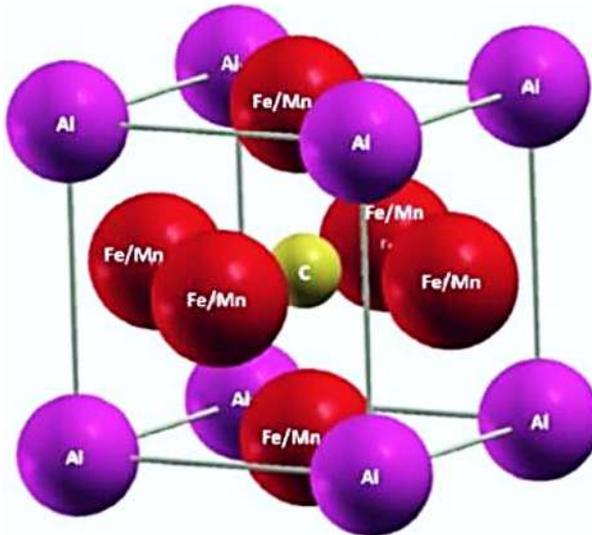
La fase ferrita con estructura cristalina BCC, está dada por ferrita- $\delta$ , la cual se produce directamente a partir del líquido durante el proceso de solidificación. El Al no solo extiende la región de ferrita a altas temperaturas, sino que también aumenta la temperatura de recristalización de la ferrita. El tamaño de grano de la ferrita- $\delta$  no puede refinarse suficientemente mediante recristalización dinámica durante la deformación en caliente o recristalización estática. Por lo tanto, la ferrita- $\delta$  se deforma a lo largo de la dirección de laminación y forma estructuras bandeadas con cierto grado de recristalización, la ferrita- $\delta$  de solidificación generalmente tiene una estructura columnar [42].

### **2.4.4 Fase kappa**

La fase kappa es un precipitado, también denominada segunda fase, que se genera principalmente durante el tratamiento térmico de envejecimiento, y se caracteriza por elevar bastante la dureza del material en sistemas de aleación Fe-Mn-Al-C siendo su composición  $(\text{FeMn})_3\text{AlC}_x$  con estructura cristalina FCC y ordenamiento tipo L'12 o también llamada E21, donde los átomos de Al ocupan cada esquina, los 13 átomos de Fe y Mn se ubican en las caras y el átomo de carbono se encuentra en el sitio octaédrico al centro de la celda unitaria (Figura 2.5) [43, 44]. Se ha

reportado que el carburo kappa tiene una estructura tipo perovskita, denominada "estructura anti-perovskita" debido a la posición de los átomos en la estructura cristalina del carburo kappa [44].

En los aceros austeníticos Fe-Mn-Al-C envejecidos a temperaturas entre 500-900 °C los carburos kappa se clasifican en dos tipos, el carburo kappa ( $k'$ ) intragranular y el carburo kappa ( $k^*$ ) intergranular. Los mecanismos de formación de estos dos tipos de precipitados y propiedades que aportan al acero son diferentes. Se considera que el carburo kappa intragranular ( $k'$ ) produce endurecimiento por envejecimiento elevando significativamente el límite elástico. Sin embargo, el carburo kappa ( $k^*$ ) intergranular es mucho más grueso y puede dar lugar a una pérdida severa en la ductilidad [45]. El endurecimiento por precipitación de carburos kappa solo se puede realizar en aceros Fe-Mn-Al-C cuando los contenidos de Al y C son lo suficientemente altos, (Al > 7% y C > 0.7%).



**Figura 2.5** Representación esquemática de la celda unitaria del carburo- $\kappa$  [44].

Los efectos de la temperatura de envejecimiento en la formación de los precipitados kappa se pueden dividir en dos rangos de temperatura de envejecimiento. El primero en un rango de 450-650 °C, cuando la aleación envejece dentro de este rango de temperatura, los carburos kappa ( $k'$ ) precipitan de manera coherente dentro de la matriz austenítica. El tamaño de los carburos kappa



( $k'$ ) es de aproximadamente 200-500 Å dependiendo de la composición química, la temperatura de envejecimiento y el tiempo de envejecimiento. El segundo rango de temperaturas de envejecimiento se presenta de 650-800 °C, donde los carburos kappa precipitan no solo de manera coherente dentro de la matriz de austenita, sino también en los límites de grano en forma de partículas más gruesas. Cuanto mayor es la temperatura de envejecimiento, más es la cantidad de carburos kappa ( $k^*$ ) en límite de grano. Además de la precipitación de carburos kappa ( $k^*$ ), también se forman precipitados de Mn- $\beta$  en los límites del grano mediante la transformación de  $\kappa \rightarrow \alpha + \text{Mn-}\beta$  cuando se aplica un tiempo de envejecimiento más largo.

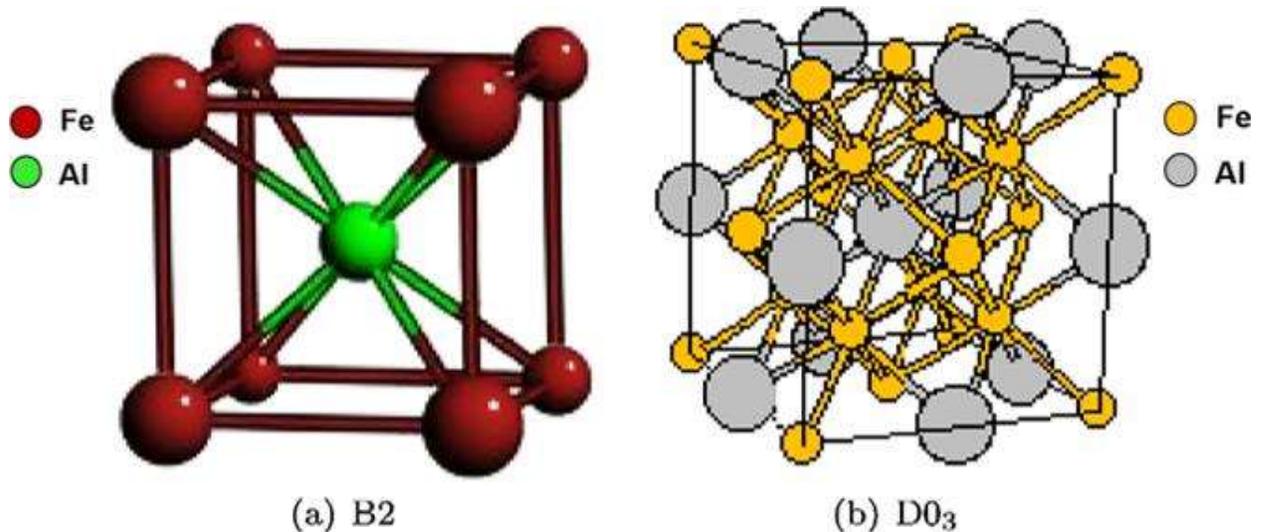
El mecanismo de precipitación del carburo kappa se da mediante la descomposición espinodal, la cual se describe de la siguiente manera:

- Una reacción espinodal causa la modulación de C y Al dentro de la austenita, que descompone la austenita- $\gamma$  de alta temperatura en dos fases de austenita FCC de baja temperatura: la fase pobre en soluto (C y/o Al)  $\gamma'$  y la fase rica en soluto  $\gamma''$ .
- Se produce una reacción de ordenación de corto alcance (SRO) cuando se enfría a temperatura más baja, donde; la austenita FCC rica en soluto  $\gamma''$  se transforma en la fase kappa.
- La precipitación de carburo kappa conduce a la desestabilización de la austenita restante y se precipita en ferrita, seguida de la precipitación de Mn- $\beta$  [46, 47].

### 2.4.5 Fases B2 y DO3

La fase B2 es un precipitado que se genera debido al tratamiento térmico de recocido. Conforme aumenta la temperatura y el tiempo crecerá el tamaño de estos precipitados, y tienden a alojarse en los límites de grano. A temperatura ambiente, esta fase es desfavorable para la deformación plástica, pero favorable para la resistencia a la corrosión, a la oxidación y al desgaste [48]. Su composición química es FeAl. Un alto contenido de Al puede inducir la transformación de ferrita a B2 y DO3. En las microestructuras dúplex ( $\delta + \gamma$ ), la ferrita- $\alpha$  se forma preferentemente a partir de la ferrita- $\delta$  existente. La ferrita se puede transformar en estructuras B2 (Figura 2.6a) o DO3 (Figura 2.6b) a temperaturas más bajas debido a los altos contenidos de Al [49]. En comparación con el carburo kappa, la fase B2 no se cizalla por deslizamiento de dislocaciones. Este fenómeno provoca el apilamiento de dislocaciones en límites de grano, lo que aumenta el endurecimiento

por deformación de los aceros Fe-Mn-Al-C que contienen la fase B2 durante la deformación plástica [50]. La incompatibilidad de deformación entre la matriz de austenita y la fase B2 acelera la multiplicación de dislocaciones en las interfaces y forma una alta tensión interna, dando lugar a un retraso del deslizamiento de las dislocaciones en la austenita.



**Figura 2.6** Estructuras cristalinas de las fases a) B2 y b) D03 en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C [50].

#### 2.4.6 Fase Mn- $\beta$

La fase Mn- $\beta$  (Fe-Al-Mn) presenta una estructura cúbica simple (SC) A13 y se produce por un sobreenviejamiento. El mecanismo de transformación de la fase Mn- $\beta$  ocurre mediante descomposición espinodal formando regiones pobres de C y enriquecida en Mn y Al, promoviendo que la ferrita- $\alpha$  nucleee en los límites de grano de la austenita. Una vez que la fase Mn- $\beta$  alcanza un valor crítico, el crecimiento de la ferrita- $\alpha$  se limita debido a que el Al no tiene la misma disponibilidad de difundir desde la matriz austenítica [49].



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

### 2.5.1 *Efecto del contenido de Al*

Dentro del sistema Fe-Mn-Al-C la adición de Al provoca una distorsión de la red lo que reduce la densidad del acero y aumenta la energía de falla de apilamiento. El aumento significativo del contenido de Al promueve significativamente la precipitación de carburos kappa a nanoescala. Sin embargo, tener un contenido de Al demasiado alto provocaría la formación de bandas de ferrita gruesa y granos de austenita de gran tamaño en los aceros de baja densidad, además de enfrentar dificultades de producción metalúrgica [35, 51].

### 2.5.2 *Efecto del contenido de Mn*

La aleación con alto contenido de Mn estabiliza la fase austenita en el sistema Fe-Mn-Al-C, por lo que podría tolerarse una mayor adición de Al [52]. Al aumentar el contenido de Mn, se presenta un aumento de la ductilidad acompañado de una disminución de la resistencia. Estas aleaciones austeníticas muestran una transición de los fenómenos de TRIP (plasticidad inducida por transformación) a TWIP (plasticidad inducida por maclado) con el contenido creciente de Mn debido a un aumento de la energía de falla de apilamiento, dando como resultado una alta ductilidad a expensas del límite elástico y la velocidad de endurecimiento por deformación [49].

### 2.5.3 *Efecto del contenido de C*

Un contenido adecuado de C es clave para garantizar la resistencia deseada de los aceros de baja densidad y el aumento del contenido de C puede desplazar la línea de solvus de la fase  $\kappa$ , que conduce a la obtención de carburos  $\kappa$  de tamaño nanométrico [53, 54]. La adición de C genera diferentes tipos de microestructuras y mejora considerablemente la maquinabilidad al disminuir la movilidad del hidrógeno. Es importante examinar el efecto del C y desentrañar los mecanismos que dan lugar a la mejora de la resistencia de la aleación. Se ha obtenido que las propiedades de estas aleaciones dependen del tipo de carburo, la cantidad de fracción de volumen, la distribución de los carburos y su proceso de formación.



## 2.6 Efecto de los elementos microaleantes en aceros avanzados

Los elementos microaleantes más utilizados para mejorar las propiedades de los aceros avanzados son el boro, vanadio, titanio y niobio.

### 2.6.1 *Boro*

El boro es conocido como un elemento que incrementa la templabilidad, ya que retarda la descomposición cinética de la austenita a ferrita y da como resultado la formación de microestructuras bainítico-martensíticas. Lo que refleja alta resistencia y ductilidad después del tratamiento térmico [55]. Adicionar boro en cantidades superiores a 0.008% (en general 70-100 ppm) en aceros al carbono produce un incremento en la dureza e intensifica la templabilidad respecto a la de un acero con la misma composición química, pero sin boro. Es posible sustituir el carbono por boro y obtener valores de dureza iguales [56].

La influencia del boro en los aceros avanzados LD se determina por el proceso de segregación de no-equilibrio, el cual juega un rol importante en aceros procesados termo-mecánicamente que son templados inmediatamente después de la deformación, ya que los átomos de boro tienen una fuerte interacción con las vacancias, lo cual facilita la segregación de no-equilibrio y permite la formación de complejos boro-vacancias que difunden hacia los límites de grano con una velocidad superior a la que tienen los átomos de boro que se alejan de dichos límites de grano. Esto provocará un aumento de la cantidad de vacancias en el interior de los límites de grano provocando un aumento de las partículas precipitadas que se ve reflejado en un retraso de la nucleación y crecimiento de nuevos granos, o lo que es lo mismo, en un retraso de la cinética de recristalización [12].

### 2.6.2 *Vanadio*

Es un fuerte formador de carburos, con pequeñas cantidades de V se forman precipitados de VC, los cuales, incrementan fuertemente el endurecimiento [57]. Los carburos y nitruros de V finos dispersos dan un fuerte efecto de endurecimiento en aceros microaleados después del rolado controlado y enfriamiento controlado. El V ofrece un fuerte endurecimiento secundario en el temple, por lo tanto, aumenta la dureza en caliente y así la capacidad de corte, además de aumentar la resistencia a la fatiga, la resistencia al desgaste y la resistencia a alta temperatura



[58]. Las partículas de VC pueden mejorar la resistencia y la ductilidad en caliente [59]. La formación de carburo- $\kappa$  y VC en el acero austenítico LD requiere átomos de C en solución sólida en el acero, por lo que el elemento V puede inhibir la formación de carburos- $\kappa$ . La resistencia a la tracción y el límite elástico del acero con adición de V mejora debido al refinamiento del grano y al refuerzo por precipitación, lo cual se debe a la precipitación de partículas de VC en aceros de baja densidad. En general la adición de V al acero de baja densidad tiene el efecto de reforzar la precipitación y el refinamiento del grano para mejorar su resistencia.

### **2.6.3 Titanio**

Es un fuerte formador de carburos y nitruros, el efecto del titanio es similar al del V, pero los carburos y nitruros de titanio son más estables que los del V. Es ampliamente usado en aceros inoxidables austeníticos como un formador de carburo en la solubilización para eliminar la corrosión intergranular. El titanio incrementa la resistencia a la ruptura por creep a través de la formación de nitruros especiales y tiende significativamente a la segregación y al bandeado. El titanio es un buen inhibidor del crecimiento de grano porque sus carburos y nitruros son bastante estables y difíciles de disolver en la austenita. Si el Ti, se disuelve en la austenita, el endurecimiento en los aceros puede incrementar fuertemente debido a la presencia de Mn y Cr en aceros. El Mn y Cr disminuyen la estabilidad de los carburos de Ti en el acero [60]. La adición de Ti como microaleante en aceros de baja densidad conduce a la reducción de la fracción volumétrica de fase kappa debido a la aparición de TiC. Además, promueve el refinamiento de grano, lo que da como resultado un límite elástico superior [61].

### **2.6.4 Efecto del contenido del Nb como microaleante en aceros avanzados**

Al igual que el Ti y V, el Nb es un fuerte formador de carburos y nitruros. Pequeñas cantidades de Nb pueden formar finos carburos y carbonitruros, generando refinamiento de grano, de esta forma aumenta el esfuerzo de fluencia en los aceros. El Nb es usado extensamente en aceros microaleados para obtener una buena relación resistencia/ductilidad a través de la práctica del rolado y enfriamiento controlado. Un 0.03% de Nb en la austenita puede incrementar el esfuerzo de fluencia de aceros de medio carbono hasta 150 MPa [60]. Aceros templados y no templados que contienen niobio, incluyendo microaleados de medio y de bajo contenido de carbono, son estructuralmente bainítico-martensíticos y ofrecen una combinación mejorada de resistencia-



tenacidad [58]. Las principales funciones del Nb en los aceros de baja densidad en los sistemas Fe-Mn-Al-C son el refinamiento de grano y la formación de partículas precipitadas de Nb(C,N) inter e intragranulares que inhiben el crecimiento de austenita durante la colada de lingotes. También retrasa la recrystalización e inhibe el crecimiento de los granos recrystalizados durante la laminación en caliente, mediante la recrystalización dinámica. El NbC se disuelve durante el recocido a alta temperatura y precipita durante el enfriamiento. En la deformación de los materiales metálicos, el Nb(C,N) tiene la función de fijar las dislocaciones. Además, el Nb actúa como un supresor de carburos- $\kappa$  debido a la formación preferente de NbC [62].

## **2.7 Deformación plástica en caliente**

### ***2.7.1 Deformación en caliente***

La deformación plástica se consigue mediante una variedad de técnicas que permiten diversas modalidades de deformación plástica del material a escoger en función de la forma final deseada. La deformación plástica en caliente se realiza llevando el material a temperaturas elevadas a fin de obtener deformaciones importantes aplicando esfuerzos relativamente limitados. Además, los procesos de conformado en caliente permiten la modificación de la microestructura. Algunos de los obstáculos a las dislocaciones empleados en el endurecimiento de los metales son los átomos de soluto, los límites de grano o sublímites, los precipitados o partículas de segunda fase u otras dislocaciones [63].

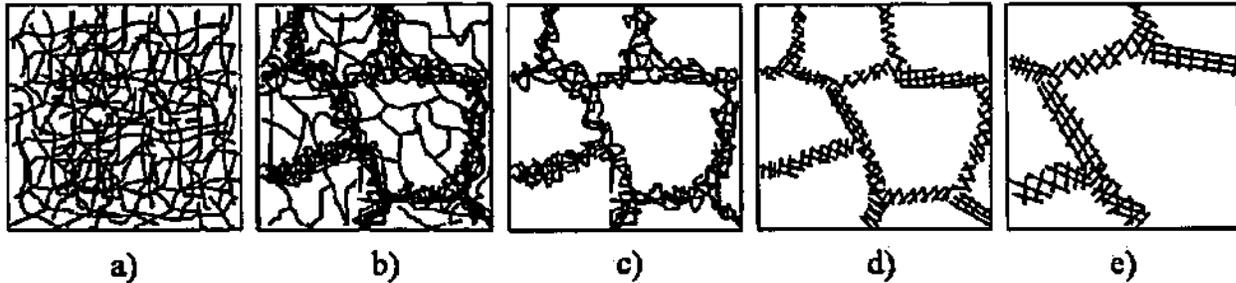
### ***2.7.2 Mecanismos de ablandamiento***

Las altas deformaciones generadas por la deformación plástica en caliente dan lugar fundamentalmente de dos fenómenos que se combinan para determinar la estructura final del material. Dichos procesos son los de endurecimiento por deformación y ablandamiento debido a procesos dinámicos de recuperación, ya sea de restauración o recrystalización [63].

#### ***2.7.2.1 Recuperación dinámica***

La recuperación dinámica provoca la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de subgranos, que no son otra cosa más que celdas con densidad de dislocaciones relativamente bajas rodeadas de límites con alta

densidad de dislocaciones (Figura 2.7). Este proceso ocurre sin que se lleguen a formar nuevos granos, tiene lugar rápidamente en materiales con alta energía de falla de apilamiento y lentamente en materiales con baja energía de falla de apilamiento.



**Figura 2.7** Representación de las etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos y, e) Crecimiento de granos [64].

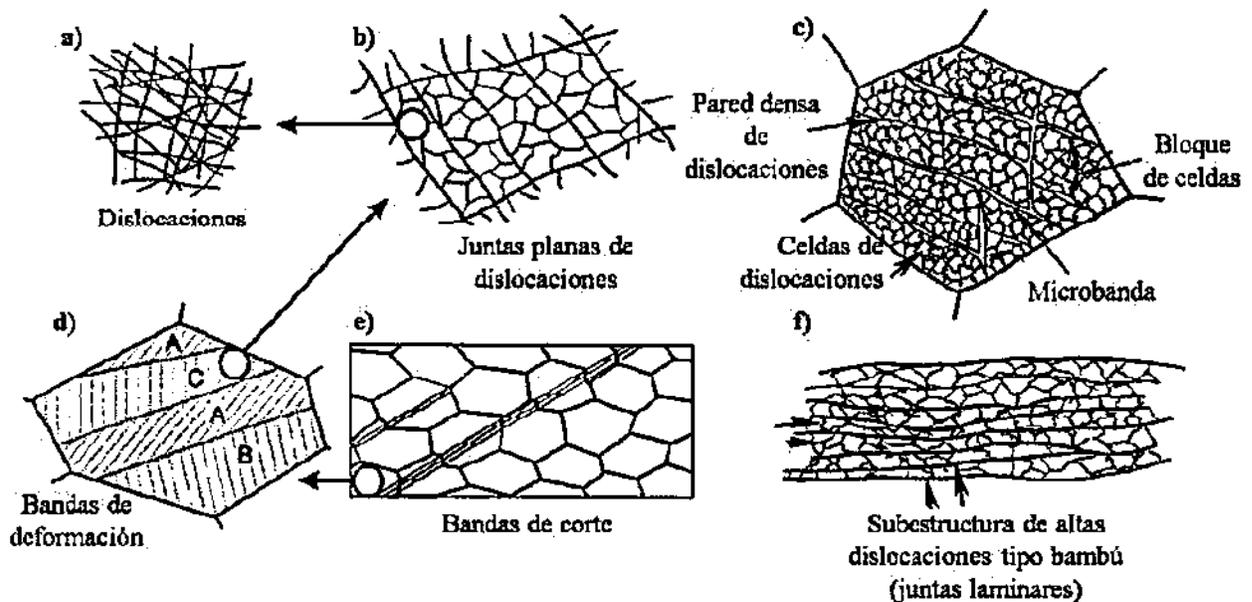
La velocidad de endurecimiento por deformación disminuye debido al aumento en la velocidad de aniquilación de dislocaciones, que a su vez es proporcional a la propia densidad de dislocaciones [65]. En materiales con baja energía de falla de apilamiento, la recuperación dinámica progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación. Así, las diferencias locales de densidad de dislocaciones son suficientemente elevadas como para permitir la migración de límites de grano y, por lo tanto, permitir la nucleación de la recristalización durante la deformación [64].

Los cambios microestructurales que ocurren durante la recuperación afectan las propiedades mecánicas y, por lo tanto, la recuperación se mide a menudo mediante cambios en el esfuerzo de cedencia o en la dureza del material [64]. El aumento de la temperatura promueve los procesos activados térmicamente, tales como el deslizamiento cruzado y trepado de las dislocaciones. A través del trepado las dislocaciones pueden aniquilarse mutuamente [66]. Durante las etapas iniciales de la deformación, debido al incremento del esfuerzo, las dislocaciones interactúan y se multiplican. A medida que la densidad de dislocaciones aumenta, la cinética de recuperación dinámica (DRV) también aumenta y durante este período se forma una subestructura de límites de bajo ángulo y de subgranos [67]. A cierto valor de deformación, las cinéticas de endurecimiento

por deformación y las de DRV alcanzan un equilibrio dinámico y la densidad de dislocaciones permanece constante [68]. Todo esto da lugar a un estado de fluencia estable, es decir, se generan tantas dislocaciones como las que se aniquilan, desarrollándose una subestructura estable de dislocaciones como se muestra en la Figura 2.8.

### 2.7.2.2 Recristalización dinámica

La recristalización es la formación de nuevos granos libres de deformación a partir de materiales deformados [64]. La recristalización difiere de la recuperación por el hecho de que el incremento en el tamaño de los granos libres de deformación se facilita por el movimiento de límites de ángulo grande. La recristalización dinámica provoca la eliminación de gran número de dislocaciones por la migración de límites de grano. Aunque en esencia, la recristalización estática y dinámica producen un ablandamiento en el material, deben de analizarse como fenómenos separados.

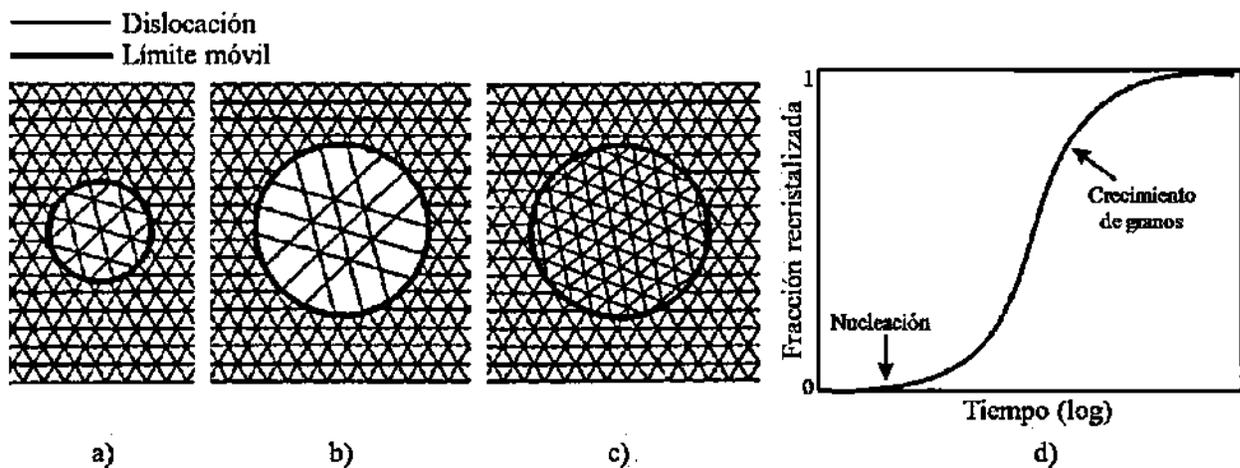


**Figura 2.8** Jerarquía de microestructuras en metales policristalinos deformados por deslizamiento: a) Dislocaciones, b) Límites de dislocaciones, c) Bandas de deformación y transición dentro de un grano, d) Bandas de corte y e) Barreras densas de dislocaciones [67].

En la Figura 2.9, se esquematiza la diferencia entre la recrystalización estática que se produce luego de las operaciones de conformado, produciéndose nuevos granos libres de dislocaciones; mientras que, para la recrystalización dinámica, la cual es simultánea con la deformación, los nuevos granos nucleados vuelven a tener una densidad de dislocaciones similar a la del inicio de la deformación. La evolución de la recrystalización durante un recocido isotérmico se representa por medio de un gráfico de la fracción en volumen de material recrystalizado, como una función del logaritmo del tiempo, tal como se observa en la Figura 2.9d. Esta representación presenta generalmente una forma senoidal característica y a menudo muestra un período aparente de incubación antes de que la etapa de recrystalización sea detectada. Luego, el período de incubación es seguido por un aumento de la tasa de recrystalización, una región lineal y, por último, una disminución de la tasa de recrystalización [64].

El desarrollo de la microestructura durante la recrystalización depende de 2 factores:

- La cinética de nucleación.
- La cinética de crecimiento de los núcleos.



**Figura 2.9** Esquema de la recrystalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recrystalización, b) El crecimiento de un grano recrystalizado estáticamente, c) El crecimiento de un grano recrystalizado dinámicamente y d) Cinética de la recrystalización [63].



El crecimiento de los núcleos durante la recrystalización se acepta como un producto de la movilidad del límite de grano y la fuerza para recrystalización se origina a partir de la alta densidad de dislocaciones de la estructura deformada. El crecimiento o velocidad del frente de recrystalización depende no sólo de la fuerza motriz sino también de la movilidad del límite de grano a través del frente de recrystalización. La recrystalización dinámica es una función de la deformación, velocidad de deformación, temperatura y tamaño inicial del grano, los cuales cambian con el tiempo. Es por ello, por lo que la recrystalización dinámica es reconocida como una herramienta muy poderosa aplicada al control microestructural [69] y de las propiedades mecánicas de aleaciones metálicas sometidas a operaciones industriales de procesado.

### ***2.7.3 Efecto de los precipitados en la recrystalización dinámica***

La recrystalización puede ser retardada por efecto de la presencia de precipitados vía anclaje de los límites de grano o anclaje de dislocaciones. Para que el anclaje de los límites de grano ocurra, la distribución de los precipitados debe de satisfacer los siguientes dos criterios:

1. El tamaño de partícula y el espaciamiento debe de estar por debajo de valores críticos apropiados.
2. Una fracción volumétrica suficiente de precipitados es necesaria para mantener el espaciamiento debajo de los valores críticos.

En la práctica, esto significa que una fina dispersión de precipitados retrasa el inicio de la recrystalización por el anclaje de los límites de grano y dislocaciones, restringiéndose el crecimiento de grano. Es claro que la precipitación es significativamente acelerada por la deformación. En un intento por determinar su efecto, estudios de microscopía electrónica de transmisión han mostrado que la precipitación inducida por deformación en la matriz ocurre preferencialmente sobre dislocaciones, y sublímites de grano. En la etapa final de la laminación en caliente, estos precipitados retardan la recrystalización, esencialmente bloqueando la subestructura y, por lo tanto, previniendo la evolución de los granos recrystalizados por el proceso de migración de las dislocaciones y subgranos. Algunos estudios [70, 71] han mostrado que precipitados inducidos por deformación no son capaces de actuar como barreras cuando su tamaño excede un tamaño crítico. Sin embargo, éstos pueden incrementar la tasa de recrystalización al actuar como sitios de nucleación para la recrystalización [66]. Los aceros de



baja densidad pertenecientes al sistema Fe-Mn-Al-C son muy susceptibles a la formación de compuestos complejos y transformaciones de fase en función de la composición química y tratamientos térmicos, así como deformaciones en caliente, se sabe que la adición de microaleantes a cualquier aleación tiende a mejorar las propiedades mecánicas del acero. Durante el endurecimiento por precipitación la cinética de nucleación y crecimiento por los microaleantes está influenciada también por la precipitación de carburos distribuidos uniforme y finamente sobre estructuras moduladas.

## **2.8 Mecanismos de endurecimiento en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C**

### ***2.8.1 Endurecimiento por solución sólida***

Los aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C de base austenítica contienen alto contenido de Al, Mn y C. Los átomos intersticiales de C y N entran en la austenita FCC, produciendo la distorsión de la red y se forma simultáneamente el campo de tensión, que interactúa con las dislocaciones en la matriz para generar un fuerte efecto de endurecimiento. Por el contrario, la distorsión de la red causada por la sustitución de átomos de Fe por átomos de Mn, Ni o Si es menor, debido a que estos átomos son de un tamaño similar y se integran más fácilmente en la red cristalina sin causar una distorsión significativa, por lo que su efecto endurecedor es más débil que el de los átomos intersticiales [72, 73].

### ***2.8.2 Endurecimiento por refinamiento de grano***

Según el efecto Hall-Petch, el refinamiento del grano es otro mecanismo de endurecimiento. Generalmente, se utiliza la laminación en frío, recocido de recristalización y la adición de elementos de microaleación (Nb, V, Ti, y Mo) para refinar los granos [74–76].

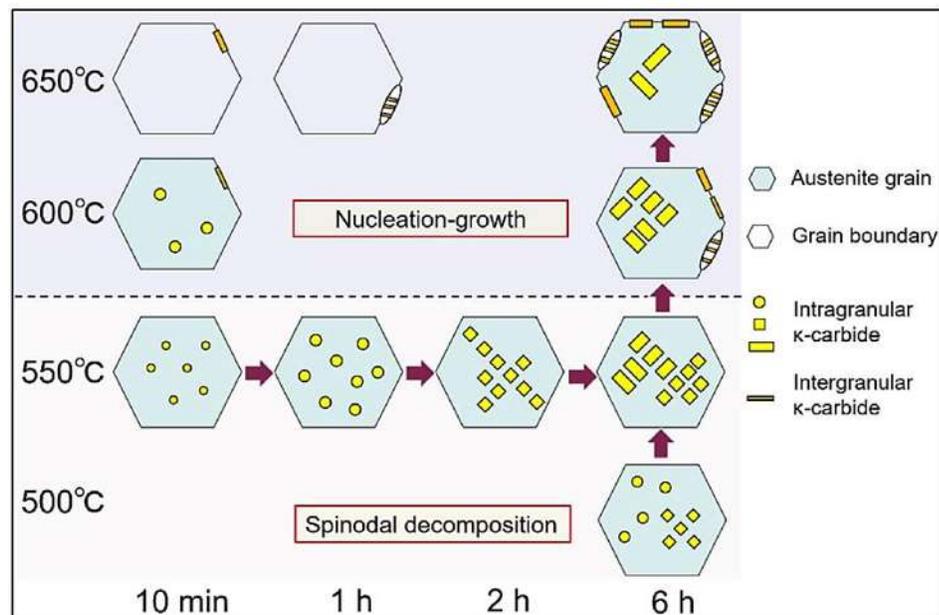
### ***2.8.3 Endurecimiento por precipitación***

Los aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C incluyen numerosos precipitados, como carburo kappa, B2, DO3 y Mn- $\beta$ . El carburo kappa distribuido uniformemente, afecta el movimiento de las dislocaciones durante la deformación plástica [77]. Mientras que las fases B2 y DO3 se forman durante el proceso de envejecimiento a partir de ferrita- $\alpha$  alargada, que puede transformarse de forma continua y ordenadamente en compuestos intermetálicos de este tipo [78]. Por otro lado, la

fase Mn- $\beta$  puede deteriorar significativamente la ductilidad de los aceros de baja densidad y reducir la energía de impacto [79, 80].

## 2.9 Tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación

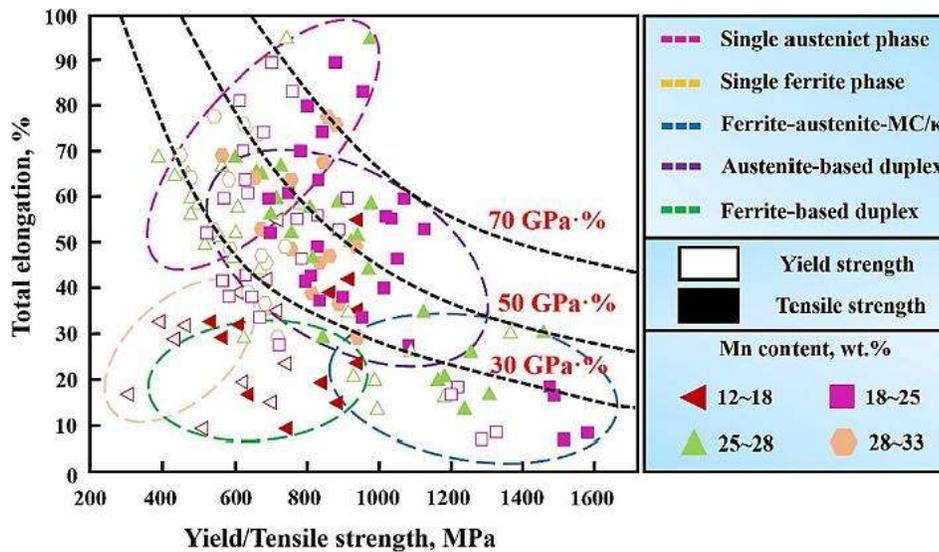
La precipitación de carburos kappa durante el proceso de envejecimiento de aceros austeníticos de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C, se esquematiza en la Figura 2.10. Donde la morfología y el emplazamiento de las partículas de precipitación evolucionan con respecto al tiempo de envejecimiento y la temperatura, el mecanismo de precipitación dominante pasa de la descomposición espinodal a la clásica de nucleación-crecimiento. La morfología de las partículas de carburo kappa se convierte de esférica a cuboidal, y después a rectangular con la prolongación del tiempo de envejecimiento a 550 °C. No se forman partículas de precipitación en los límites de grano a 500 y 550 °C, mientras que el carburo kappa precipita en los límites de grano incluso después de los 10 min de envejecimiento a temperaturas de 600 y 650 °C. Tras 6 h de envejecimiento a 600 y 650 °C, la mayoría de los carburos kappa intragranulares crecen en paralelepípedos rectangulares, que se alinean en "pilas de partículas" a lo largo de la dirección ortogonal  $\langle 100 \rangle$  [45].



**Figura 2.10** Esquema de la evolución de la precipitación de las partículas de carburo kappa durante el proceso de envejecimiento [45].

## 2.10 Propiedades de tracción de los aceros de baja densidad austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C

Los aceros austeníticos presentan una atractiva combinación de propiedades de tracción, es decir, UTS de 600-1,100 MPa y TE de 40-100% [81]. La Figura 2.11 muestra las propiedades de tracción a temperatura ambiente de los aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C con distintos contenidos de Mn. Se indica claramente que la relación entre la resistencia y la ductilidad de los aceros Fe-Mn-Al-C presentan propiedades mecánicas superiores a las de los demás. Además, un alto contenido de Mn parece ampliar el espacio para mejorar la resistencia y la ductilidad de los aceros de baja densidad, pero con ello puede aumentar el costo del material y de la dificultad de transformación [82].



**Figura 2.11** Diagrama de las propiedades de tracción a temperatura ambiente medidas de los aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C con diversos contenidos de Mn [82].

Las propiedades de tracción de los aceros austeníticos son muy variables mediante un control microestructural adecuado. Los valores de tensión de fluencia de hasta 1,100 MPa ajustando la distribución del tamaño de estos carburos. El comportamiento de refuerzo de estos aceros se atribuye a varios mecanismos de refuerzo como el endurecimiento por solución sólida, el



fortalecimiento por ordenamiento debido al cizallamiento de las partículas, y al endurecimiento por precipitación. Los mecanismos que controlan la formación de dislocaciones están asociados principalmente con el corte de grupos de corto alcance (SRO) y carburos kappa [83].

## 2.11 Estado del arte

Actualmente existe muy poca información reportada en la literatura sobre el efecto del Nb en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C. En general, se ha reportado que la adición de Nb como elemento microaleante en aceros LD afecta la microestructura al generar refinamiento de grano, el cual dependerá de la cantidad de Nb que se agregue en el sistema [2-7, 43, 84-87]. Asimismo, el principal mecanismo de endurecimiento es por precipitación de carburos kappa [3, 7, 43, 85, 87], la alta precipitación de estos carburos provoca menor ductilidad [3, 43], mientras que la presencia de precipitados de NbC retrasa la cinética de precipitación de carburos kappa durante el tratamiento térmico de envejecimiento [4, 7]. La adición de Nb no cambia el mecanismo de deformación de los aceros LD, y puede optimizar las propiedades mecánicas del acero debido al equilibrio entre una alta resistencia máxima y ductilidad que se logra en ausencia del tratamiento térmico de envejecimiento y sin la formación de carburos kappa [3, 7]. Por otro lado, los precipitados de carburo kappa promueven una mayor tasa de endurecimiento por deformación y menor densidad de bandas de deslizamiento, presentando resistencias a la tracción de 950-1100 MPa y alargamiento del 30-38 % [2-4, 7, 85].

Kim y col. [84] investigaron el comportamiento mecánico en un proceso controlado de laminación en caliente de aleaciones criogénicas Fe-30Mn-5Al-0.3C, una con 0.1% en peso de Nb y otra con 0.1% en peso de V, donde reportaron que el Nb resultó ser un elemento microaleante de refuerzo más potente en comparación con el V, ya que el acero microaleado con Nb presentó mayor límite elástico y mayor energía de impacto.

Moon y col. [85] estudiaron el comportamiento del envejecimiento y propiedades mecánicas en aceros de baja densidad austeníticos Fe-30Mn-9Al-0.9C microaleados con Nb y V, donde reportaron que los aceros microaleados presentan mejor resistencia debido al refinamiento de grano y al endurecimiento por precipitación, un aumento en el endurecimiento por deformación durante la deformación por tracción debido a la plasticidad inducida por microbandas (MBIP), aparición de ferrita con formación de Mn- $\beta$  en las regiones ricas de Mn a causa de la



precipitación de carburos, y un aumento de la dureza después del envejecimiento debido a la precipitación del carburo- $\kappa$  de tamaño nanométrico y posteriormente debido a la formación de ferrita y Mn- $\beta$ .

Xing y col. [7] realizaron una revisión general del efecto de los elementos de aleación en la constitución de fases, densidad y la energía de falla de apilamiento en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C. Donde analizaron estadísticamente las propiedades mecánicas de aceros monofásicos ( $\gamma$ ) y bifásicos ( $\gamma+\alpha$ ) reportando que el acero monofásico de austenita posee mayor resistencia y plasticidad. Además de llegar a la conclusión de que la densidad de este tipo de aceros es de 6.5-6.9 g/cm<sup>3</sup>, SFE es de 70-110 mJ/m<sup>2</sup> y el deslizamiento de dislocaciones es el principal mecanismo de deformación plástica. Las propiedades mecánicas generales del acero monofásico son superiores a las del acero de doble fase ya que el principal mecanismo de endurecimiento en los aceros LD del sistema Fe-Mn-Al-C es por precipitación del carburo kappa.

Zhou y col. [6] estudiaron las modificaciones microestructurales y propiedades mecánicas en un acero de baja densidad Fe-8Mn-6Al-0.15C microaleado con 0.02% en peso de Nb, sometido a laminación en caliente y tratamiento térmico de recocido intercrítico. Reportaron el incremento de 11.1% de la resistencia máxima e incremento del 12.5% de alargamiento. El acero microaleado presentó una mayor fracción de austenita, debido a que el efecto de la adición de Nb retrasó la transformación de la microestructura dúplex. La mejora de las propiedades mecánicas en el acero microaleado se atribuye principalmente al efecto de plasticidad inducida por transformación (TRIP) durante el comportamiento de tracción resultante de la mayor fracción de volumen de austenita.

Li y col. [43] investigaron los efectos del Ti-Mo-Nb en la microestructura y las propiedades mecánicas de un acero austenítico Fe-26Mn-8Al-1.5C, solubilizado a 950 °C y envejecido a temperaturas entre 500 y 600 °C, obteniendo como resultados refinamiento de grano, aumento en el tamaño y fracción de volumen de los carburos kappa, así como la formación de partículas inter e intragranulares de (Ti,Mo,Nb)C. Los aceros microaleados presentaron mayor límite elástico debido al refinamiento de grano, más precipitación de carburos- $\kappa$  y la formación de partículas finas de (Ti,Mo,Nb)C distribuidas uniformemente dentro de los granos. Sin embargo, la mayor precipitación de los carburos kappa provoca una ductilidad menor y presencia de partículas de (Ti,Mo,Nb)C de tamaño micrométrico a lo largo de los límites de los granos.



Sozanska y col. [86] compararon dos aceros de baja densidad de tipo tríplex (Fe-23.83Mn-10.76Al-0.98C y Fe-23.83Mn-10.76Al-0.048Nb-0.019Ti-1.05C) laminados en caliente, donde mostraron que sus principales mecanismos de endurecimiento son por plasticidad inducida por deformación mediante la formación de bandas de corte y microbandas de corte. Además, reportaron que las microbandas de corte se cruzan en  $\sim 65^\circ$  y el tamaño de los subgranos es de  $\sim 200$  nm y se encontró la presencia de carburos kappa dentro de los granos de austenita y ferrita, así como en los límites de grano.

Park y col. [4] investigaron el efecto de la adición de Nb en la estabilidad microestructural y en el comportamiento de la deformación por tracción en un acero Fe-20Mn-8Al-1.0C con 0.1% en peso de Nb obteniendo resultados muy favorables como refinamiento de grano de 53 a 25  $\mu\text{m}$ , retraso de la cinética de precipitación de carburos kappa durante el tratamiento de envejecimiento, mayor tasa de endurecimiento por deformación, menor densidad de las bandas de deslizamiento e inhibición de la ductilidad al suprimir la formación de bandas de deslizamiento.

Ma y col. [3] estudiaron los mecanismos de deformación plástica en un acero Fe-28Mn-10Al-C-0.5Nb obteniendo una excelente combinación de resistencia y ductilidad, presentando resistencia a la tracción final de 1084 MPa y un alargamiento del 37.5%, también informaron que la adición de Nb no cambia el mecanismo de deformación del acero de baja densidad y puede optimizar las propiedades mecánicas del acero debido al equilibrio entre una resistencia máxima muy elevada y una excelente ductilidad que se logra en ausencia de tratamiento de envejecimiento y sin la formación de carburos kappa. Esta excelente combinación de resistencia y ductilidad se puede atribuir a la plasticidad inducida por las microbandas y conduce al endurecimiento por deformación continua durante la deformación a temperatura ambiente, además de reportar una disminución del tamaño de grano de la austenita de 39.49 a 13.67  $\mu\text{m}$ .

Zhao y col. [87] estudiaron el comportamiento durante la deformación en caliente por compresión uniaxial de los aceros LD austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C microaleados con Nb-V, sus resultados revelan que las partículas de (Nb,V)C que precipitan actúan como nucleantes de la recrystalización dinámica. La microaleación de Nb-V ejerce una influencia positiva en la estabilidad de la deformación en caliente del acero Fe-Mn-Al-C. También reportaron que el fenómeno de ablandamiento durante la fluencia plástica del acero austenítico



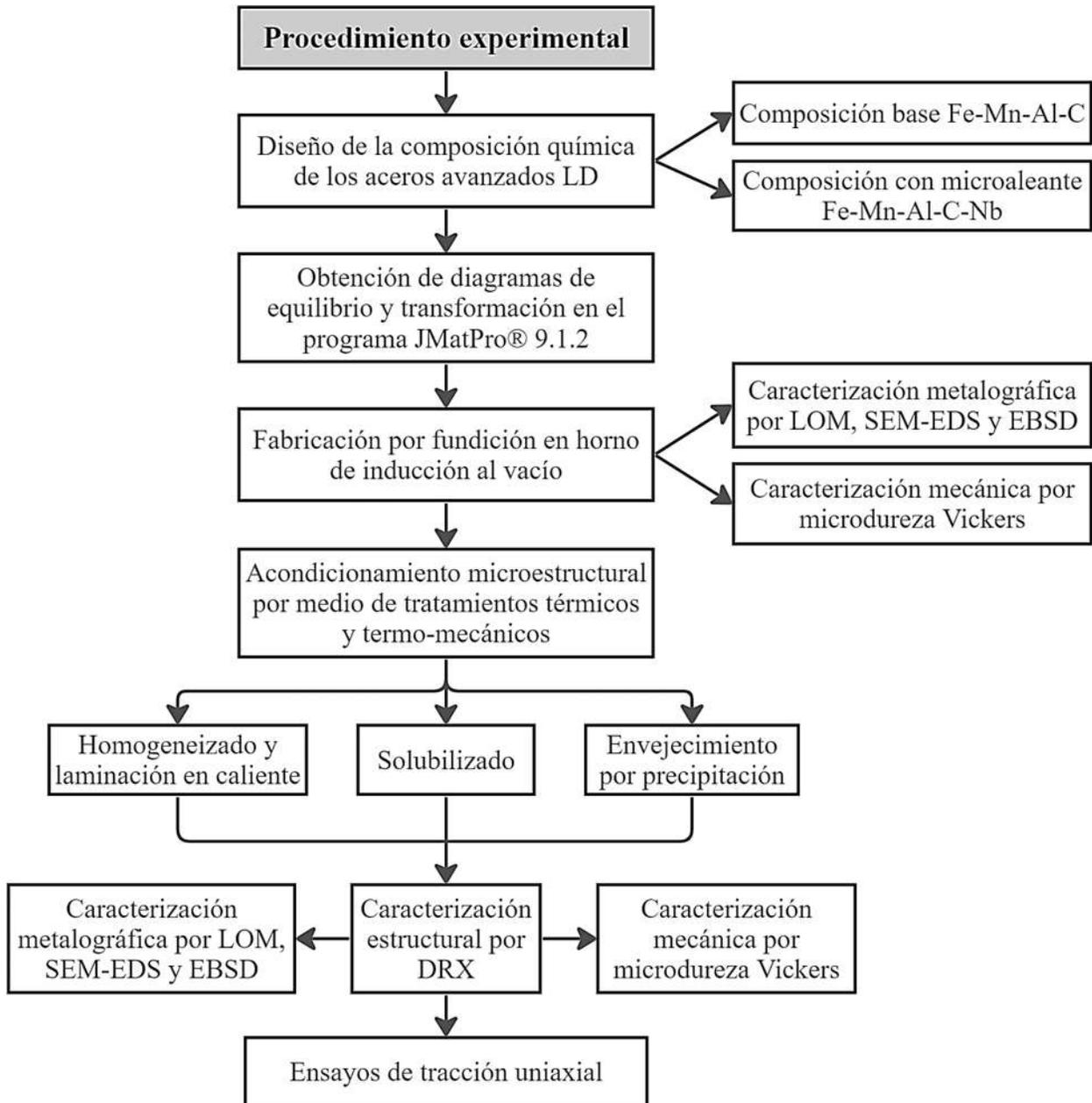
Fe-Mn-Al-C microaleado con Nb-V es más significativo a bajas temperaturas y bajas velocidades de deformación.

Finalmente, Bai y col. [2] estudiaron el efecto de la adición de Nb sobre la energía de falla de apilamiento, la microestructura y las propiedades mecánicas de una aleación Fe-25Mn-9Al-8Ni-1C a diferentes porcentajes de Nb, obteniendo que la energía de falla de apilamiento de las aleaciones en estudio aumenta al incrementar el contenido de Nb y las principales fases de las aleaciones de estudio son austenita, ferrita, carburos kappa, intermetálico NiAl y NbC. Cuando el contenido de Nb es del 0.3%, la aleación tiene mejores propiedades integrales, y la resistencia media a la tracción es de unos 853 MPa, y su alargamiento medio de un 30%.

## CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental

El procedimiento experimental que se llevó a cabo para la elaboración del presente proyecto de investigación se muestra en el diagrama de flujo de la Figura 3.1.



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



## 3.2 Diseño de la composición química de aceros avanzados de baja densidad

El diseño de la composición química de los aceros LD austeníticos que se fabricaron para su estudio en el presente trabajo de investigación se basó en el sistema Fe-Mn-Al-C, los rangos de composición de este sistema se muestran en la Tabla 3.1 donde se observa que el porcentaje de Mn va de 27-30%, 8-10% para Al, 1-1.2% para C y 0.25% de Nb para el acero microaleado.

**Tabla 3.1** Rango de composición química de los aceros LD (% en peso).

Acero	Fe	Mn	Al	C	Nb
Fe-Mn-Al-C	Bal.	27-30	8-10	1-1.2	----
Fe-Mn-Al-C-Nb	Bal.	27-30	8-10	1-1.2	0.25

Hu y col. [26] informaron que para lograr una composición totalmente austenítica en aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C es importante mantener una composición química dentro del rango de composición mostrado en la Tabla 3.1, ya que estos valores aseguran la estabilidad de la austenita a temperatura ambiente, particularmente por el alto contenido de Mn y C.

## 3.3 Predicción de fases mediante el programa JMatPro® 9.1.2

El programa JMatPro® 9.1.2 es un software multiplataforma para el cálculo de una amplia gama de propiedades de aleaciones multicomponentes basado en sólidos principios físicos y termodinámicos. Con este programa se pueden calcular diagramas de equilibrio de fase en equilibrio y metaestables, así como diagramas de transformación y se pueden predecir propiedades mecánicas, físicas, termodinámicas, termo-físicas y químicas. En el presente proyecto se calcularon diagramas de fases en equilibrio y metaestables, isopleas en función de los elementos de aleación, así como del microaleante, diagramas de transformación isotérmica (TTT) y diagramas de transformación en enfriamiento continuo (CCT), todo en base a las composiciones químicas diseñadas para los aceros avanzados LD austeníticos de referencia y microaleado.



### 3.4 Fabricación de los aceros de baja densidad en el horno de inducción al vacío

#### 3.4.1 Materias primas y balance de carga

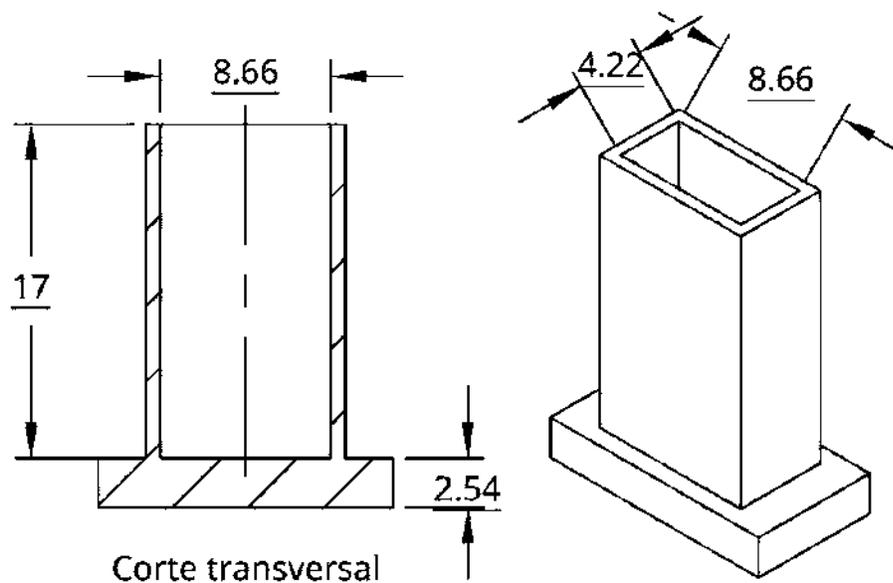
Las materias primas que se utilizaron en la fabricación de los aceros de baja densidad fueron la chatarra de Fe de ultra-bajo contenido de C, la cual fue cortada en bloques. Para la adición del C se utilizó aleación sorel, esta se limpió y trituró en gránulos relativamente pequeños, la limpieza del sorel se llevó a cabo utilizando una carda y cepillo metálico. Para integrar el Mn se utilizaron hojuelas de Mn electrolítico. Para la integración del Al se seccionó una sola pieza Al electrolítico de alta pureza. Y finalmente, para la adición del Nb se realizó una selección de gránulos pequeños de Fe-Nb. Una vez preparada cada una de las materias primas fueron pesadas de acuerdo con el balance de carga previamente calculado para obtener un lingote de 4.7 kg. En la Tabla 3.2 se presenta el balance de carga calculado para la obtención de los aceros LD austeníticos de referencia y microaleado con Nb.

**Tabla 3.2** Balance de carga para fundiciones de aceros LD de referencia y microaleado.

Materia prima	Presentación	Acero	
		Fe-Mn-Al-C	Fe-Mn-Al-C-Nb
		LDA-REF	LDA-Nb
Chatarra EFP-ULC	Blocks	1735.6 g	1735.6 g
Aleación sorel	Gránulos	1117.6 g	1117.6 g
Mn electrolítico	Hojuelas	1426.4 g	1426.4 g
Al electrolítico	Rodaja	475.4 g	475.4 g
Fe-Nb	Gránulos	----	18.75 g
<b>Carga total</b>	----	4755 g	4773.75g

### 3.4.2 Fabricación de lingoteras

Las lingoteras (Figura 3.2) se elaboraron a partir de un par de placas de acero comercial ASTM A36 de 0.75 x 5.72 x 17 cm y de 0.75 x 10.16 x 17 cm, respectivamente, las cuales se cortaron mediante una sierra cinta, de esta forma se obtuvieron las paredes de las lingoteras que posteriormente se soldaron a una placa con espesor de una pulgada, obteniendo una lingotera con dimensiones internas de 4.22 x 8.66 x 17 cm con volumen de 728.87 cm<sup>3</sup>.

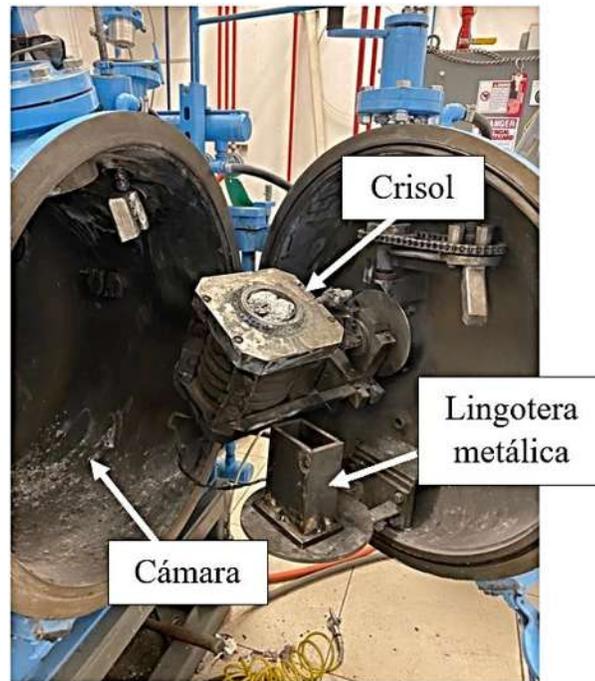


**Figura 3.2** Lingotera de acero comercial ASTM A36.

### 3.4.3 Proceso de fabricación por fundición en horno de inducción al vacío

La fabricación de los aceros LD austeníticos de referencia y microaleado con Nb, se llevó a cabo en un horno de inducción al vacío de la marca CONSARC (Figura 3.3). Para realizar el proceso de fundición se colocó la lingotera dentro del horno, junto con la carga colocada en el crisol de alúmina, con excepción del Al y Fe-Nb, los cuales fueron acomodados fuera del crisol para introducirse una vez fundida la mezcla y evitar de esta manera pérdidas por la alta temperatura. Una vez adicionados estos últimos elementos se procedió al vaciado de la aleación líquida en la

lingotera metálica. Los altos contenidos de Mn y Al dan como resultado una baja tasa de disipación de calor del lingote de acero durante el proceso de fundición.



**Figura 3.3** Horno de inducción al vacío de la marca CONSARC.

### 3.5 Seccionamiento de lingotes

Los cortes de los lingotes se realizaron mediante un Discotom-60 de la marca Struers, el cual, cuenta con refrigeración continua. Los primeros cortes se seccionaron con un espesor de 7 mm para posteriormente ser cortados en cuatro partes, obteniendo así cuatro muestras para su posterior preparación y estudios a realizar para la caracterización en condición de solidificación. En seguida se realizaron cortes con un espesor de 40 mm para realizar la aplicación de los tratamientos térmicos y termo-mecánicos correspondientes. Finalmente, se realizaron diferentes cortes después de cada tratamiento térmico y termo-mecánico para su caracterización metalográfica, estructural y mecánica.



## **3.6 Análisis químico**

### ***3.6.1 Espectroscopia de emisión por chispa***

El análisis químico se realizó para corroborar la composición química de los aceros LD austeníticos, dicho estudio se llevó a cabo mediante espectroscopia de emisión por chispa en un equipo Q4 TASMAN BRUKER, el cual se basa en la obtención de chispas entre dos electrodos, lo que produce un plasma de vapor en el cátodo, permitiendo la determinación rápida y simultánea de elementos químicos en el acero de baja densidad. Para este análisis se seleccionó el patrón B.S. 18A de aceros con alto contenido de Mn, ya que aún no existe comercialmente un patrón de calibración bajo norma que garantice la cuantificación (en % en peso) de los elementos de aleación y microaleación para aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C.

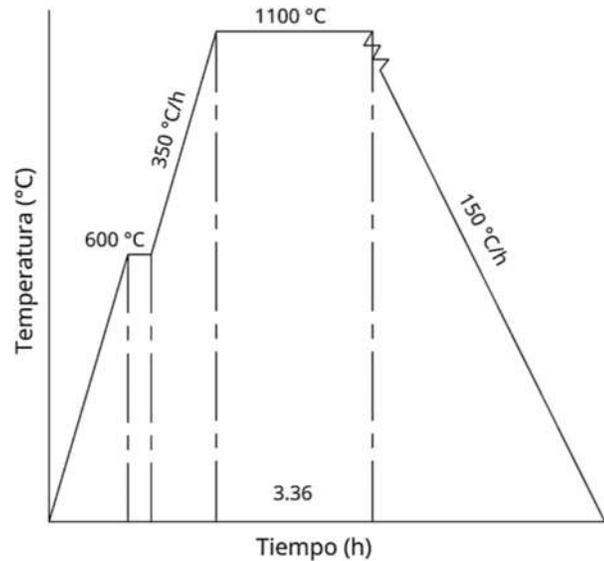
### ***3.6.2 Microanálisis químico por SEM-EDS***

Para corroborar la composición química de los elementos de mayor porcentaje de composición (Mn y Al) se realizó un microanálisis químico puntual por SEM-EDS, llevando a cabo previamente una preparación metalográfica por medio de desbaste con lijas de carburo de silicio (SiC) a diferentes granulometrías (320, 400, 600, 800, 1200, 1500 y 2000), para posteriormente realizar el pulido con pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$  en una pulidora modelo Spectrum System 1000 de la marca Leco.

## **3.7 Tratamientos de acondicionamiento microestructural**

### ***3.7.1 Tratamiento térmico de homogeneizado***

Este tratamiento térmico se realizó en un horno tipo mufla modelo L08/14 de la marca Nabertherm siguiendo el ciclo térmico de la Figura 3.4. El tratamiento se realizó a una temperatura de 1100 °C con un tiempo de permanencia de 3.36 h y velocidad de calentamiento de 350 °C/h con permanencia de 0.5 h a 600 °C para lograr una buena disolución de carburos kappa y evitar esfuerzos térmicos. El tratamiento térmico de homogeneizado se llevó a cabo con la finalidad de eliminar la estructura de solidificación y segregación de elementos de aleación.



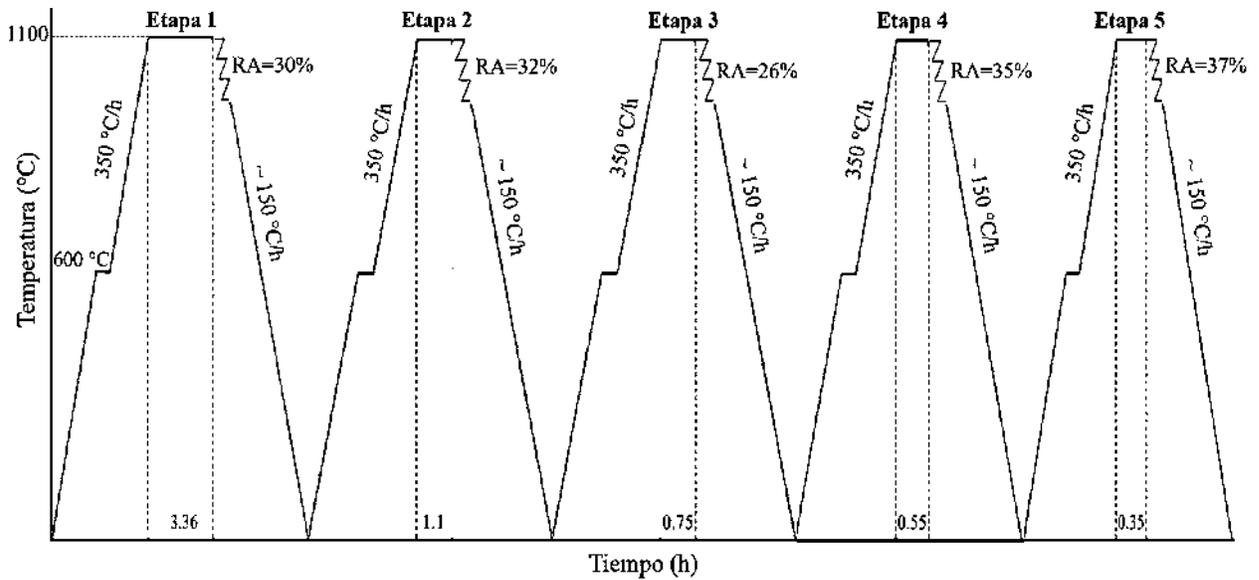
**Figura 3.4** Ciclo de tratamiento térmico de homogeneizado.

### 3.7.2 *Tratamiento térmico de laminación en caliente*

Como primer paso se realizó una preparación previa a los bloques a laminar con medidas de 40 mm de espesor, 54 mm de ancho y 98 mm de largo, realizando una limpieza de la superficie para posteriormente ser recubiertas con pintura de zirconia para prevenir la oxidación a altas temperaturas. La laminación se realizó en un laminador reversible T.J. Pigott (Engineers) modelo 6559/02 con capacidad de 50 toneladas.

Se llevaron a cabo 5 etapas de laminación en caliente con reducciones de área (RA) de 30, 32, 26, 35 y 37%, respectivamente, logrando un espesor final de 5 mm, en un rango de temperatura de 1100 a 950 °C siguiendo el ciclo de calentamiento de la Figura 3.5.

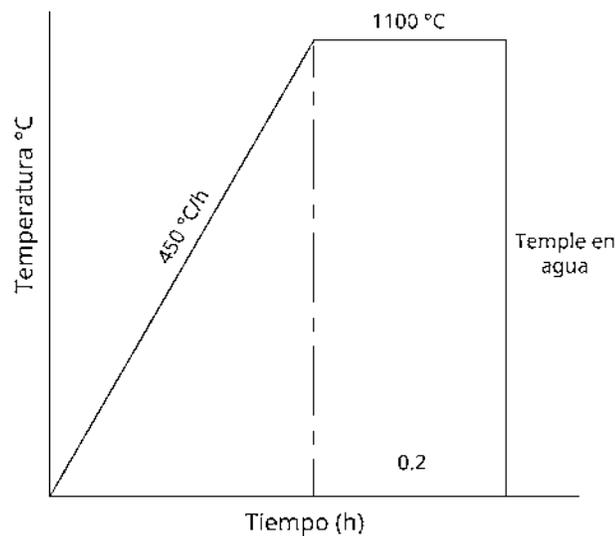
Después de cada etapa de laminación, las piezas fueron enfriadas lentamente en horno apagado con protección de colcha refractaria a una velocidad aproximada de 150 °C/h, con la finalidad de evitar choque térmico, así como la generación de esfuerzos internos y fisuración.



**Figura 3.5** Ciclo de tratamiento térmico de homogenización y termo-mecánico de las cinco etapas de laminación en caliente de los aceros LD.

### 3.7.3 Tratamiento térmico de solubilizado

El objetivo del tratamiento térmico de solubilizado es disolver las fases presentes y mantener una estructura austenítica homogénea en todo el material. Este tratamiento se llevó a cabo en un horno tipo mufla siguiendo el ciclo de tratamiento térmico de la Figura 3.6.



**Figura 3.6** Ciclo de tratamiento térmico de solubilizado.

Donde el tiempo de permanencia fue de 0.2 h, tiempo para uniformizar la temperatura en todo el volumen, seguido de un temple en agua para evitar alguna transformación de fase durante el enfriamiento y mantener una estructura uniforme en todo el acero.

### 3.7.4 Tratamiento térmico de envejecimiento por precipitación

El tratamiento térmico de envejecimiento tiene como objetivo principal activar el mecanismo de precipitación de la fase kappa mediante la descomposición espinodal de la austenita al ordenamiento  $L1_2$  con la composición  $(\text{Fe-Mn})_3\text{AlC}_x$ , donde los átomos de Al ocupan los vértices, el Fe y Mn ocupan la posición de las caras centradas y el C ocupa el sitio octaédrico intersticial, a diferencia del ordenamiento que presenta la estructura cristalina de la austenita FCC del sistema Fe-Mn-Al-C dando lugar a una distribución uniforme de los precipitados en la austenita, mejorando así el fortalecimiento por precipitación en el material. Los parámetros de tratamiento térmico se establecieron en base al diagrama TTT de la descomposición de la solución sólida austenítica en una aleación Fe-28Mn-8.5Al-1C-1.25Si [35], el cual se muestra en la Figura 3.7 y el ciclo de tratamiento establecido se muestra en la Figura 3.8.

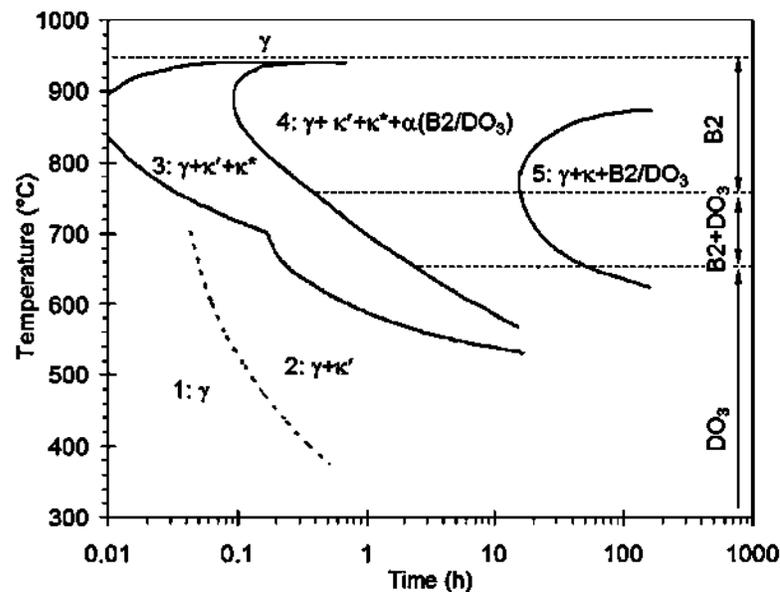
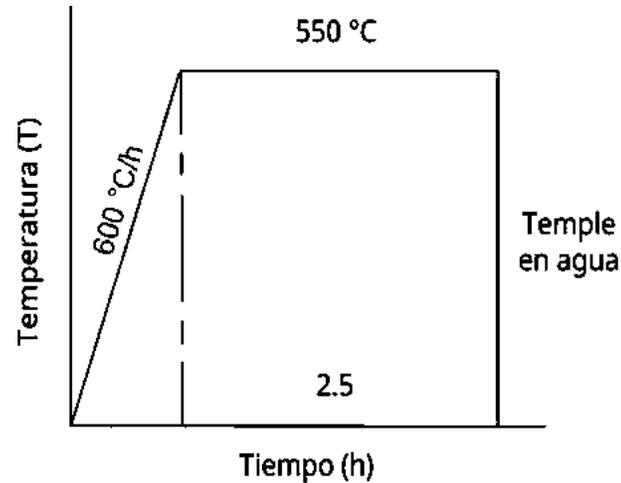


Figura 3.7 Diagrama TTT de la descomposición de la solución sólida austenítica [35].



**Figura 3.8** Ciclo de tratamiento térmico de envejecimiento del acero LD.

### 3.8 Caracterización metalográfica

El análisis metalográfico permite conocer las características de la microestructura de una aleación, dichas características son: tamaño de grano, morfología, distribución de las fases, distribución de tamaños, presencia de segregaciones, entre otros. Estas características pueden modificar las propiedades mecánicas y el comportamiento general de la muestra analizada.

#### 3.8.1 Preparación metalográfica

Para la caracterización metalografía se prepararon previamente las diferentes muestras de las aleaciones de referencia y microaleadas, haciendo desbaste con lijas de carburo de silicio (SiC) a diferentes granulometrías: 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1200, 1500 y 2000, posteriormente se realizó un pulido con pastas de diamante de 9, 6, 3, 1 y 0.1  $\mu\text{m}$ , en una pulidora LECO modelo Spectrum System<sup>TM</sup> 1000.

#### 3.8.2 Ataque químico

Para revelar la microestructura se llevó a cabo un ataque químico mediante una solución de Nital al 5 % por aproximadamente 0.01 h.



### **3.8.3 Microscopia óptica (MO)**

Las muestras se analizaron con un microscopio óptico Nikon EPIPHOT 300, el cual permite observar la microestructura y a partir de las micrografías determinar la morfología, medir el tamaño de grano y la fracción de las fases presentes. Se tomaron un número aproximado de imágenes de 3 a 5 por cada lente de aumento en el microscopio. El tamaño de grano y fracción volumétrica de fases presentes se midió mediante el método de intersección lineal, tomando en cuenta los valores promedio resultantes de acuerdo con la norma ASTM 112 [88].

### **3.8.4 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS)**

Las muestras se analizaron en un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-7600F con detector EDS de la marca Bruker modelo XFlash 6130. Las condiciones que se utilizaron para dicho análisis son 15 kV a una distancia de trabajo de 15 mm. Se analizó la superficie longitudinal al sentido de la deformación por laminación en caliente, desde el centro al extremo para detectar la presencia de precipitados de Nb y fase kappa.

### **3.8.5 Ensayos de EBSD**

Se llevaron a cabo también ensayos de EBSD ya que esta técnica permite la construcción de mapas de orientación, análisis de texturas, identificación de fases, análisis del tamaño de grano, caracterización de límites de grano, entre otras características metalográficas.

#### **3.8.5.1 Preparación de muestras**

Para la preparación de las muestras de EBSD se realizaron cortes con el Discotom-60 Struers para obtener muestras de dimensiones 5 x 8 x 8 mm. Posteriormente, se realizó una preparación metalográfica y se pulieron con pastas de diamante de 9 y 6  $\mu\text{m}$ , para finalmente ser electropulidas en una electropulidora modelo LectroPol-5 de la marca Struers a un voltaje de 25 V y velocidad de agitación de 7 m/s durante 25 segundos a temperatura ambiente. Las muestras se analizaron en el microscopio electrónico de barrido FEG-SEM 7600F con detector EBSD  $\bar{\epsilon}$  Flash HD.



### **3.8.5.2 Post-procesamiento**

Para procesamiento y análisis de los datos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) se utilizó el programa Bruker Sprit, el cual permite la construcción de mapas de orientación, análisis de texturas, identificación de fases, análisis del tamaño de grano, caracterización de límites de grano y desorientación. Para poner en funcionamiento el programa Sprit es necesario cargar el archivo con la extensión (.bcf), y enseguida iniciar el post-procesamiento en la pestaña del programa ajustando un mínimo de 5 bandas indexadas y un desajuste de banda de  $1.8^\circ$ , lo cual permite limpiar las zonas no indexadas y de esta manera obtener el mapa Argus, el patrón de calidad, mapa y grafica de tamaño de grano, mapa de fases, mapas IPF X, Y y Z, mapa de Euler, mapa de Kernel, mapa de desorientación promedio, figura de polos, figura de polos inversa y mapas ODFs.

## **3.9 Caracterización estructural**

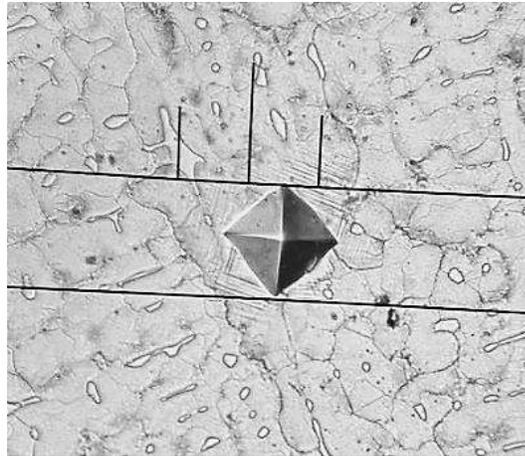
### **3.9.1 Difracción de rayos-X (DRX)**

Los análisis de difracción de rayos-X se llevaron a cabo en volumen en un rango de barrido  $2\theta$  de  $30^\circ$  a  $120^\circ$  con incrementos de 0.02 y radiación de Cu-K $\alpha$  ( $K\alpha_1 = 1.5406 \text{ \AA}$ ,  $K\alpha_2 = 1.54439 \text{ \AA}$ ,  $IK\alpha_2/IK\alpha_1 = 0.5$ ), voltaje de 30000 V y corriente de 10 mA en un difractómetro de la marca Bruker modelo D2 phaser. La identificación de los planos cristalográficos se realizó mediante indexación, usando la tarjeta pdf COD 9015937 de la austenita, mientras que para indexar las fases carburo- $\kappa$ , B2, DO3 y  $\beta$ -Mn se usó información reportada en literatura [89, 90].

## **3.10 Caracterización mecánica**

### **3.10.1 Microdureza Vickers (HV)**

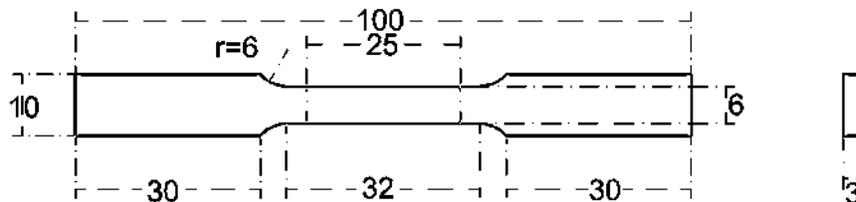
Las pruebas de microdureza se realizaron aplicando una carga de 1000 gr con una distancia de  $125 \mu\text{m}$  a lo largo de la muestra, iniciando de la superficie al centro del material el tiempo de aplicación de la carga fue de 10 segundos para cada una de las muestras, de acuerdo con la norma ASTM E384 [91]. El equipo usado para dicho análisis fue el microdurómetro Wilson Hardness Tukon 1120.



**Figura 3.9** Huella de microdureza Vickers.

### ***3.10.2 Ensayos de tracción uniaxial***

Para los ensayos de tracción uniaxial se maquinaron probetas planas de 3 mm de espesor bajo la norma ASTM-E8 [92]. La elaboración de probetas para los ensayos de tracción uniaxial se realizó inicialmente maquinando placas de 3 mm de espesor (Figura 3.11a) por fresado (Fresa FR 201) y rectificado (rectificadora EQUIPTOP ESG-3A818), posteriormente se contorneó siguiendo la geometría y dimensiones de la Figura 3.10 por medio de electroerosión en una hiloerosionadora de la marca MC. LANE modelo DK77-32.

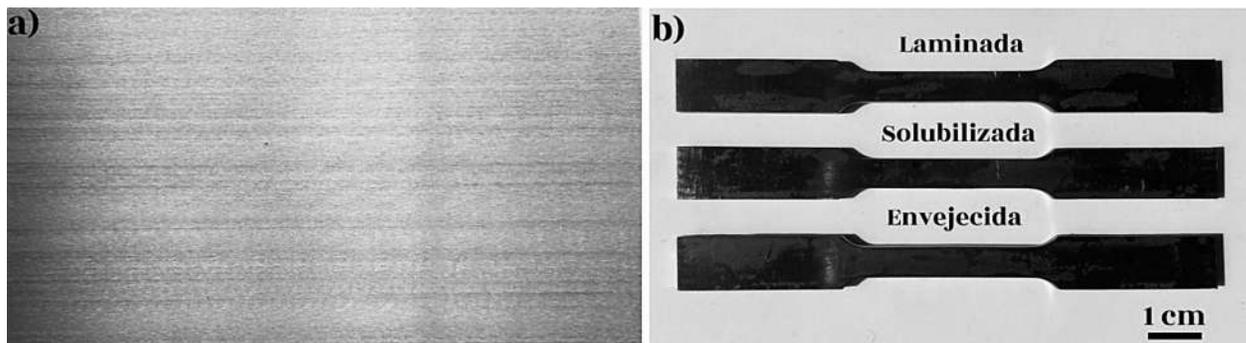


**Figura 3.10** Geometría y dimensiones de probetas planas para ensayos de tracción uniaxial.

Las probetas se maquinaron en condición de laminación en caliente y en solubilizado. Una vez maquinadas las probetas en condición de solubilizado se aplicó a tres probetas por material



tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante 2.5 h. Para realizar los ensayos de tracción uniaxial se elimina previamente el acabado burdo generado por el corte, realizando un lijado en la zona de prueba de la probeta, con ello se eliminan todos los concentradores de esfuerzo sobre el material. Se llevaron a cabo tres ensayos por condición (laminación en caliente, solubilizado y envejecido) (Figura 3.11b) y se reportó el valor promedio de las propiedades mecánicas derivadas de las curvas esfuerzo-deformación ingenieriles. Los ensayos de tracción uniaxial se realizaron en una máquina universal de ensayos mecánicos INSTRON® 4507 a una velocidad de cabezal de 0.08 mm/s a temperatura ambiente sobre una longitud calibrada de 25 mm.



**Figura 3.11** a) Placa rectificada a 3 mm de espesor. b) Probetas de tracción uniaxial en condición de laminación en caliente, solubilizado y envejecido.



## CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 Análisis químico

En la Tabla 4.1 se presenta la composición química de los aceros avanzados LD estudiados en el presente proyecto de investigación. Los aceros LD austeníticos obtenidos son Fe-27Mn-8.5Al-1C de referencia (LDA-REF) y Fe-27Mn-8.5Al-1C-0.25Nb microaleado con Nb (LDA-Nb).

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

Acero	Fe	Mn	Al	C	Nb	S	P	N
<b>Fe-Mn-Al-C</b>	Bal.	27	8.5	1	----	0.002	0.012	0.004
<b>Fe-Mn-Al-C-Nb</b>	Bal.	27	8.5	1	0.25	0.002	0.012	0.004

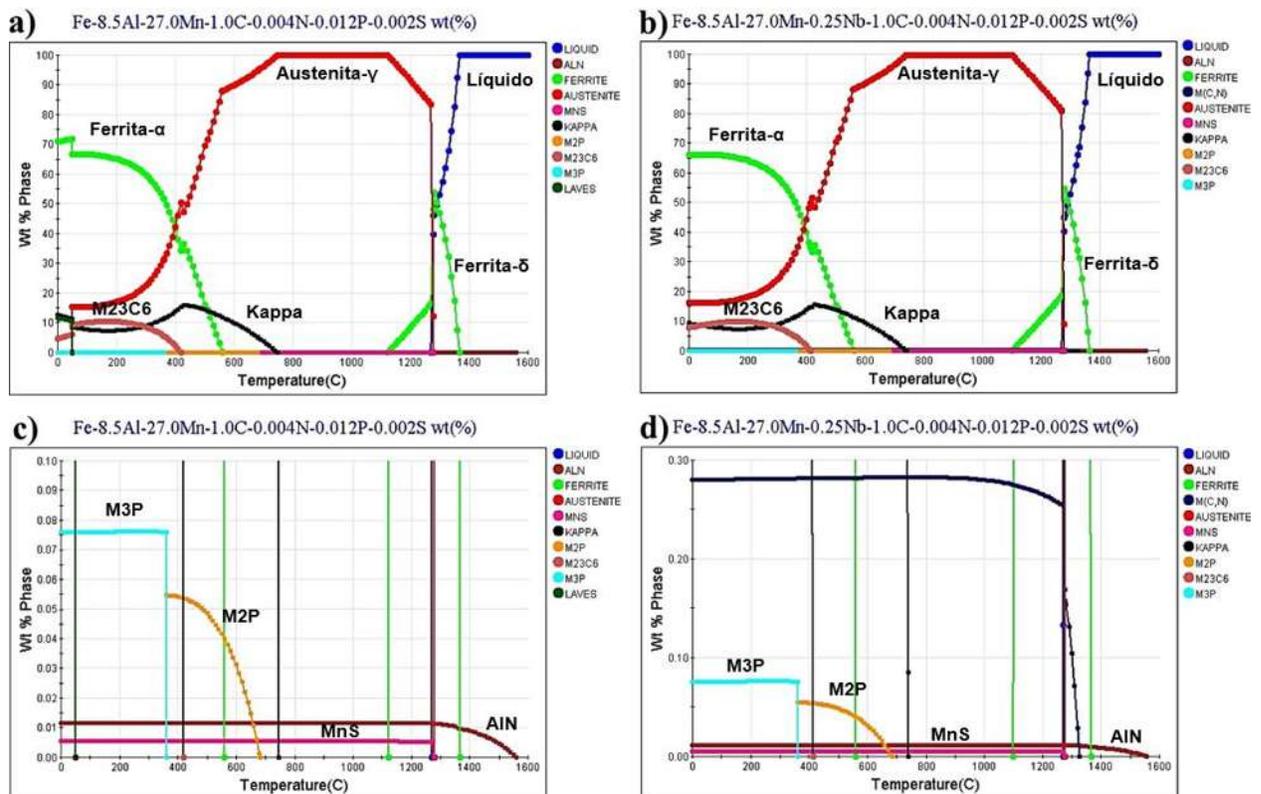
La densidad de estos aceros está relacionada principalmente con los contenidos de Mn y Al. Para garantizar un acero avanzado LD austenítico es muy importante el contenido de Mn, ya que es el principal estabilizador de la austenita a temperatura ambiente, para ambos aceros el contenido de Mn fue de 27%. Por otro lado, el contenido de Al fue de 8.5% siendo este el principal elemento responsable de la reducción de densidad en este tipo de aceros ya que su densidad de 2.7 g/cm<sup>3</sup> es menor en comparación con la del Mn (7.2 g/cm<sup>3</sup>). Sin embargo, un alto contenido de Al incrementa la energía de falla de apilamiento, y por consecuencia, reduce drásticamente la resistencia a la cedencia del material [26], por ello es importante tener control del alto contenido de este elemento en la aleación. Por su parte, el contenido de C fue de 1%, la adición de este elemento mejora la fracción de área maclada y la densidad de dislocaciones al aumentar el nivel de deformación plástica [93]. Finalmente, el contenido de Nb para el acero LD microaleado fue de 0.25%. Pequeñas diferencias en los contenidos de elementos de aleación pueden dar lugar a variaciones significativas en los tipos de precipitados y con ello en los resultados obtenidos, diferentes autores han trabajado composiciones austeníticas obteniendo distintos resultados como Li y col. [94] quienes trabajaron con un acero Fe-26Mn-8Al-1.5C microaleado con Ti-Mo-Nb, donde obtuvieron aumento en la fracción de volumen de carburos kappa; mientras que Park y col.

[4] con un acero Fe-20Mn-8Al-1.0C microaleado con 0.1% de Nb reportaron un retraso de la cinética de precipitación de carburos kappa, además de mayor tasa de endurecimiento por deformación y menor densidad de las bandas de deslizamiento. Otros autores, además, han reportado buena combinación de resistencia y ductilidad, así como excelente resistencia máxima a la tracción debido al aumento del endurecimiento por deformación, como es el caso de Ma y col. [95] que estudiaron el acero Fe-28Mn-10Al-C-0.5Nb y Moon y col. [85] que trabajaron el acero Fe-30Mn-9Al-0.9C microaleado con Nb y V.

## 4.2 Predicción de fases mediante el programa JMatPro® 9.2.1

### 4.2.1 Diagramas de equilibrio de fases

La Figura 4.1 muestra los diagramas de equilibrio de los aceros avanzados LD bajo estudio, predichos mediante el programa JMatPro® 9.1.2.



**Figura 4.1** Diagramas de fases en equilibrio de los aceros a, c) LDA-REF y b, d) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1.



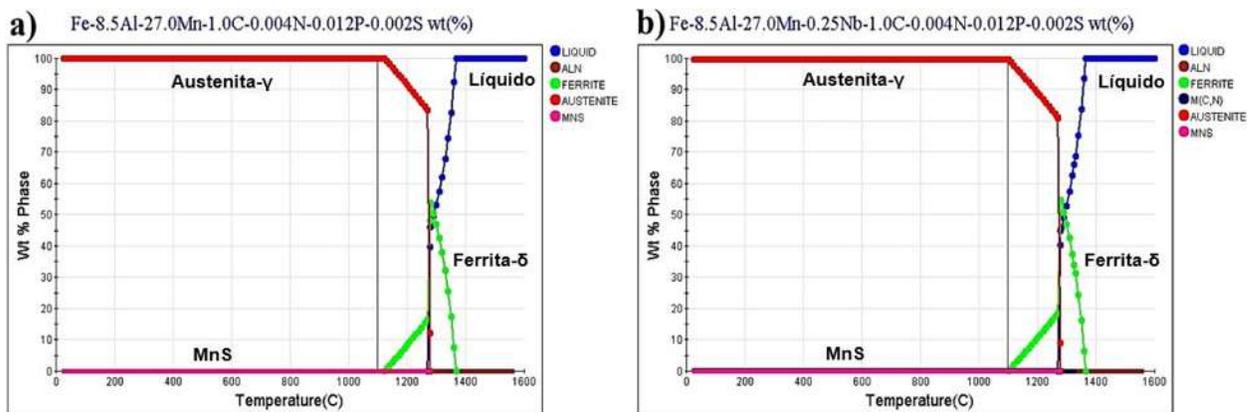
En estos diagramas se observa principalmente la estabilidad de la austenita a altas temperaturas, así como su descomposición a temperaturas por debajo de los 750 °C en ambos aceros. En general, en los diagramas de equilibrio de fases se observa que la adición de Nb (Figuras 4.1b y 4.1d) baja ligeramente las temperaturas de formación de las fases presentes como kappa, ferrita, AlN y MnS principalmente. Además disminuye el porcentaje de formación de fase kappa debido a la aparición de la fase M(C,N) (M=Nb) ya que la precipitación de esta fase desarrolla un papel competitivo con la formación de carburos kappa pasando del 13% de fase formada en el acero LDA-REF al 9.23% en el acero LDA-Nb, donde el M(C,N) inicia la precipitación a 1325 °C y se estabiliza a 920 °C hasta temperatura ambiente alcanzando un porcentaje de fase del 0.28%.

En la Tabla 4.2 se muestran las temperaturas de formación y estabilización, así como los porcentajes de fase (% en peso) de las diferentes fases presentes en los diagramas de equilibrio.

**Tabla 4.2** Temperaturas de formación, estabilización y % de fases presentes en los diagramas de equilibrio.

	LDA-REF			LDA-Nb		
	Temperatura de formación (°C)	Temperatura de estabilización (°C)	% de fase en peso (T=25°C)	Temperatura de formación (°C)	Temperatura de estabilización (°C)	% de fase en peso (T=25°C)
<b>Ferrita-δ</b>	1363	---	---	1365	---	---
<b>Austenita-γ</b>	1278	1122	15	1277	1110	16.3
<b>Kappa-κ</b>	746	430	13	741	430	9.23
<b>Ferrita-α</b>	560	117	71	560	110	66.2
<b>AlN</b>	1560	1260	0.0116	1557	1260	0.0116
<b>MnS</b>	1278	1230	0.005	1270	860	0.0054
<b>M<sub>2</sub>P</b>	682	400	---	690	400	---
<b>M<sub>23</sub>C<sub>6</sub></b>	410	212	4	405	209	8.5
<b>M<sub>3</sub>P</b>	361	348	0.076	360	339	0.065
<b>Laves</b>	57	50	12	---	---	---
<b>M(C,N)</b>	---	---	---	1325	920	0.28

Como ya se mencionó anteriormente, es mínima la disminución de temperaturas de formación y estabilización provocada por la adición de Nb, sin embargo, los porcentajes de fase se ven más afectados ya que la fase kappa tiende a disminuir de 13 a 9.23% y los carburos  $M_{23}C_6$  aumentan su porcentaje de fase de 4 a 8.5%. Es muy importante señalar que los diagramas predichos son calculados bajo condiciones de equilibrio, es decir a velocidades de enfriamiento extremadamente bajas. Sin embargo, en la práctica, las velocidades de enfriamiento son mayores, por esta razón se calcularon diagramas de fase metaestable mostrados en la Figura 4.2, estos diagramas predicen las posibles fases que pueden coexistir fuera del equilibrio. En ambos aceros se observa que la fase austenita se mantiene estable a temperatura ambiente sin transformación de ferrita debido al alto contenido de Mn, sin embargo, no se presenta la formación de la fase kappa, lo cual se asocia con la velocidad de enfriamiento más alta. Por otro lado, solo se predicen las fases secundarias de mayor porcentaje de formación como MnS y AlN las cuales, se forman desde el estado líquido y se mantienen a temperatura ambiente.



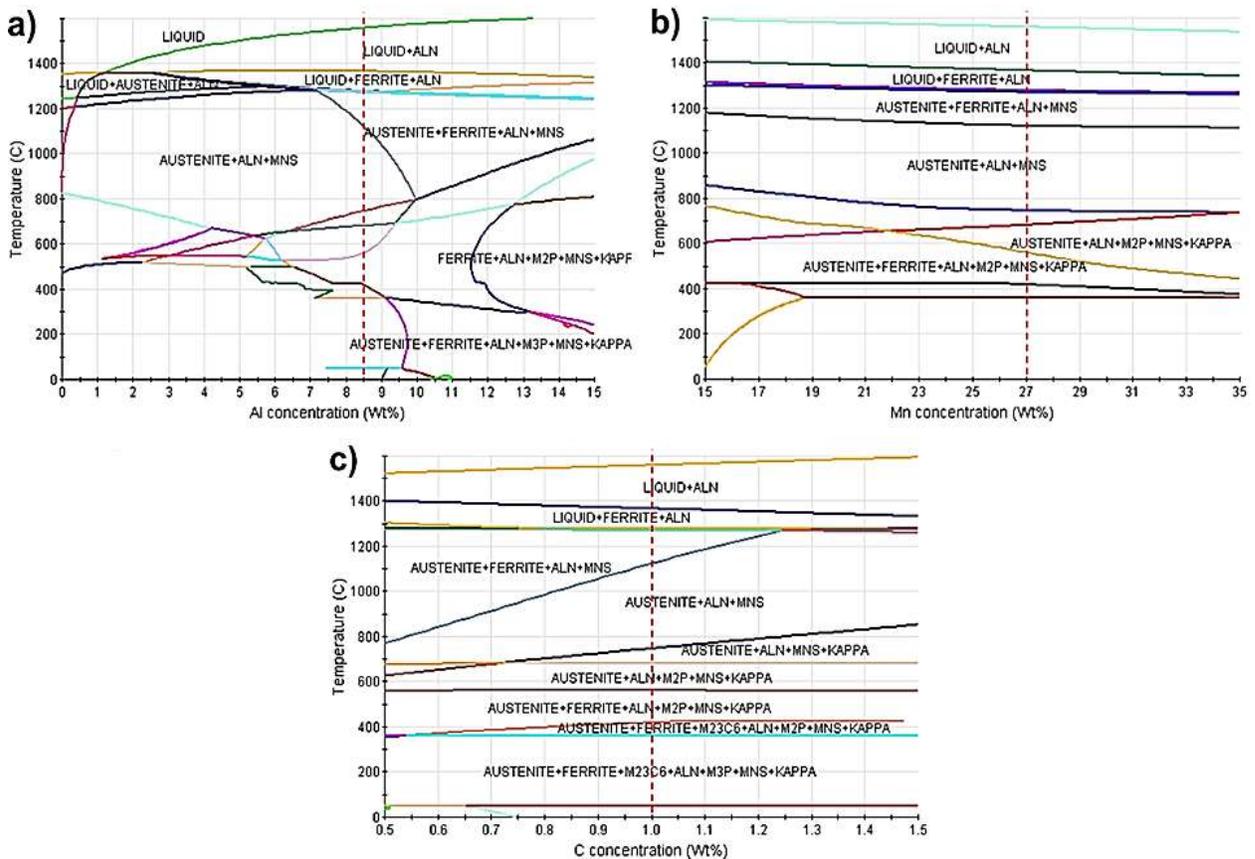
**Figura 4.2** Diagramas de fase metaestable de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1.

#### 4.2.2 Isopletas

La Figura 4.3 muestra las isopletas calculadas para variación en el contenido de Al, Mn y C en un rango de temperaturas de 0 a 1600 °C para el acero avanzado LD de referencia, en donde se observa la presencia de diferentes fases en regiones de temperatura y composición determinada.



En la Figura 4.3a se observa que el aumento del contenido de Al presenta un incremento en las fases ferrita y kappa, sin embargo, promueve disminución de fases secundarias como el AlN, MnS, M<sub>2</sub>P y M<sub>3</sub>P. Por otro lado, al incrementar el contenido de Mn (Figura 4.3b), la fase austenita aumenta junto con la fase kappa, mientras que la ferrita disminuye. En el caso de las fases secundarias no se ven afectadas por este elemento manteniéndose estables a cualquier composición de Mn. Por último, en la Figura 4.3c se observa que tanto la austenita como las fases secundarias incrementan a medida que aumentan el contenido de C mientras la ferrita disminuye ligeramente.

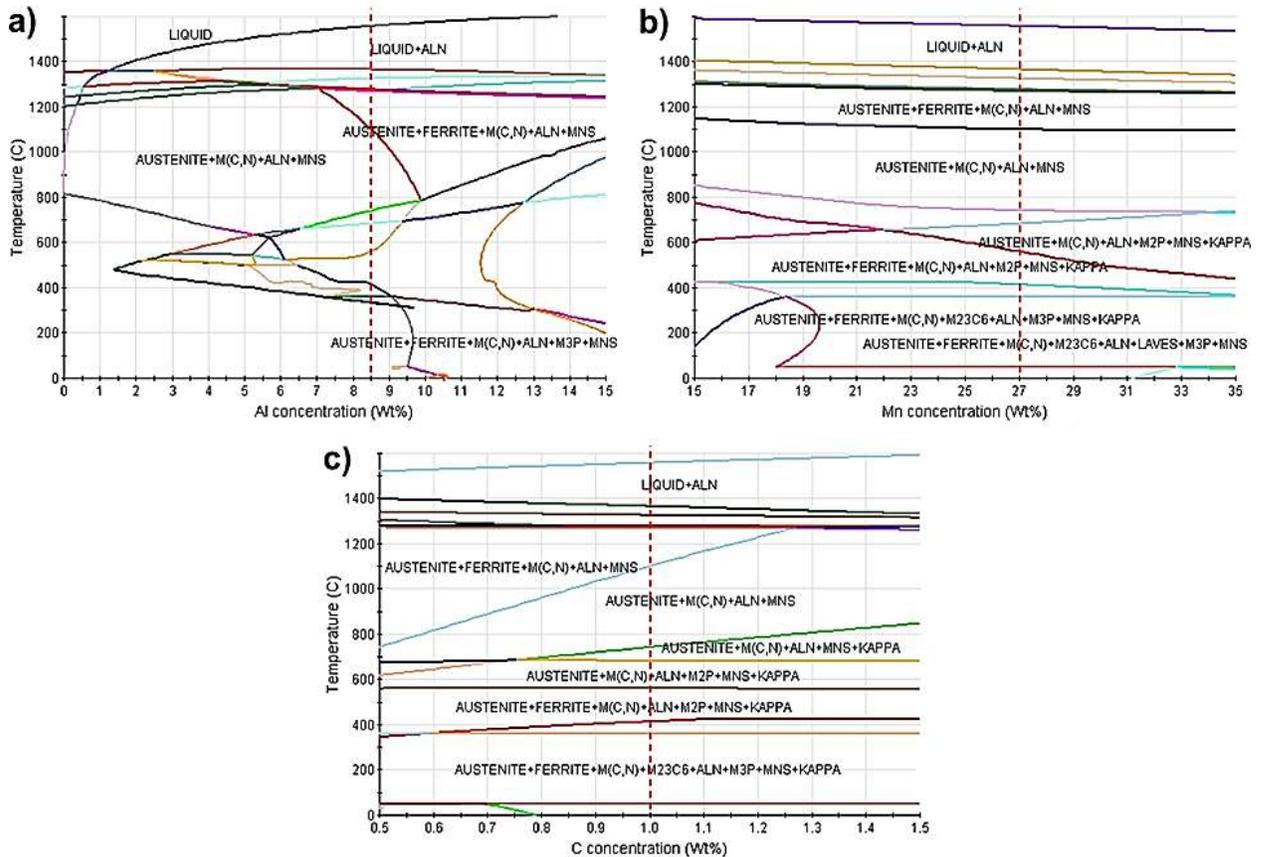


**Figura 4.3** Isojetas en función del contenido de a) Al, b) Mn y c) C calculadas mediante JMatPro® 9.2.1 para el acero LDA-REF.

En la Figura 4.4, de igual manera se muestran las isopletas calculadas para el contenido de Al, Mn y C en el mismo rango de temperaturas (0 a 1600 °C) para el acero avanzado LD microaleado



con Nb, donde se observa un comportamiento muy similar al de las isopletas calculadas para el acero LDA-REF con la diferencia de formación de una nueva fase presente, carbonitruros de Nb  $M(C,N)$  que coexisten entre los 1200 °C hasta temperatura ambiente. La presencia de dicha fase no afecta el comportamiento general que se tiene al variar los contenidos de Al, Mn y C.



**Figura 4.4** Isopletas en función del contenido de a) Al, b) Mn y c) C calculadas mediante JMatPro® 9.2.1 para el acero LDA-Nb.

La Figura 4.5 muestra la isopleta con variación del contenido de Nb en el mismo rango de temperatura que las anteriores de 0 a 1600 °C, donde se observa un ligero incremento en la fase ferrita y estabilidad constante de las diferentes fases en todo el rango de composición de Nb.

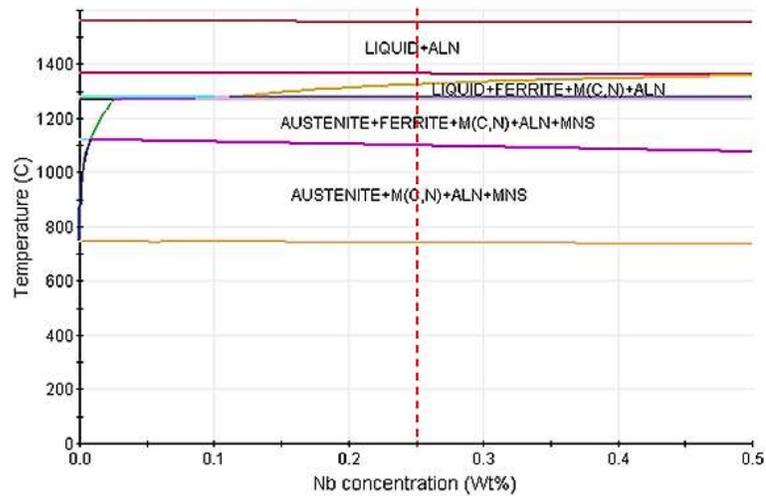


Figura 4.5 Isopleta en función del contenido de Nb calculada mediante JMatPro® 9.2.1.

### 4.2.3 Diagramas de transformación TTT y CCT

La Figura 4.6 muestra los diagramas de transformación isotérmica (TTT) calculados para los aceros LDA-REF y LDA-Nb, donde se observa para ambos aceros una transformación isotérmica de la perlita a temperaturas por debajo de  $A_1$  y a tiempos de  $\sim 18,000$  s para el acero de referencia y  $\sim 19,000$  s para el microaleado.

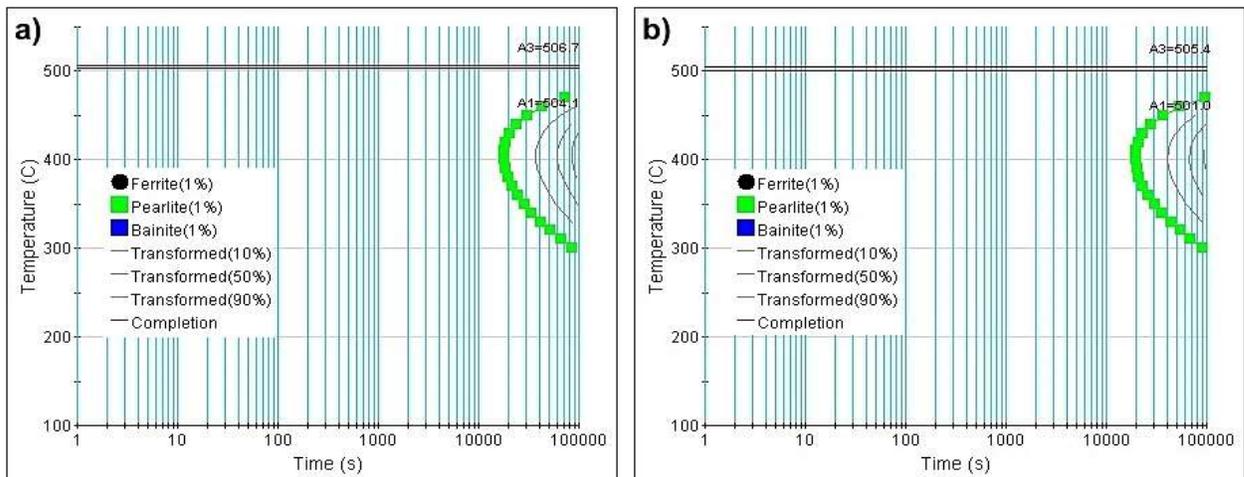
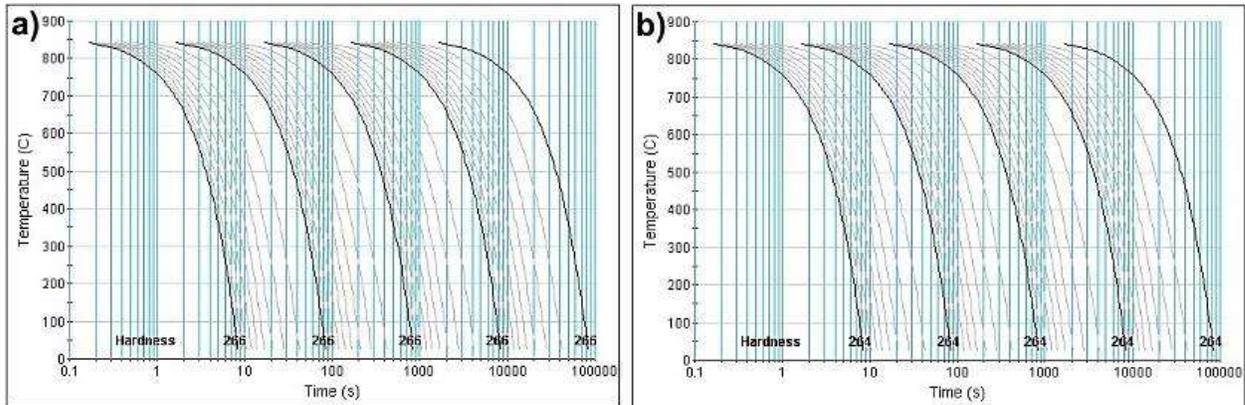


Figura 4.6 Diagramas de transformación isotérmica (TTT) de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1.

En la Figura 4.7 se muestran los diagramas de transformación bajo enfriamiento continuo (CCT) calculados igualmente para ambos aceros (LDA-REF y LDA-Nb), donde no se observa ninguna transformación de fase. Esto se puede asociar a la alta estabilidad de la austenita, ya que se requieren de velocidades de enfriamiento extremadamente bajas para que ocurra alguna.

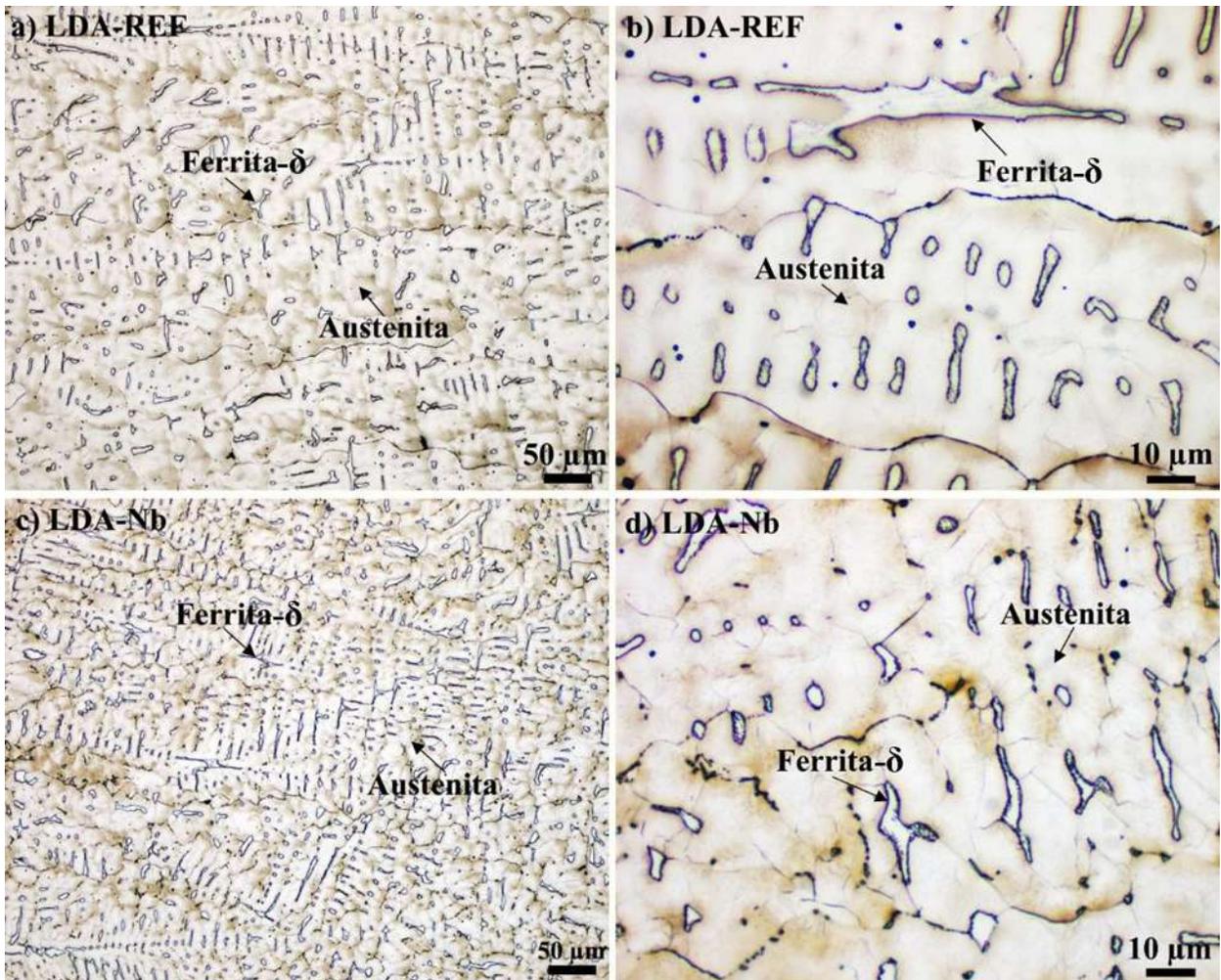


**Figura 4.7** Diagramas bajo enfriamiento continuo (CCT) de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb calculados mediante JMatPro® 9.2.1.

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

#### 4.3.1 Microscopía óptica de luz (LOM)

La Figura 4.8 muestra las micrografías de los aceros avanzados LD en condición de solidificación (As-Cast) las cuales presentan solidificación de tipo dendrítica. En esta condición se observa la presencia no solo de austenita sino también de ferrita- $\delta$ , la cual se aprecia con mayor detalle en las micrografías de las Figuras 4.8b y 4.8d de mayor magnificación. La presencia de ferrita- $\delta$  en esta condición se debe al alto contenido de Al. Zeng y col. [96] informaron que la fase ferrita- $\delta$  tiene estabilidad con un contenido de Al superior al 4 %. Sin embargo, esta ferrita se diluye completamente tras el tratamiento térmico de homogeneización, dando lugar además a la formación de partículas de AlN.



**Figura 4.8** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de solidificación. a, b) Acero LDA-REF y c, d) Acero LDA-Nb.

### 4.3.2 *Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers*

La Tabla 4.3 muestra el tamaño de dendrita (eje primario) promedio y la microdureza Vickers de la sección longitudinal y transversal de los aceros LD estudiados. Los tamaños de dendrita promedio que se presentan en esta condición son valores muy elevados debido a que la estructura dendrítica es demasiado burda. Desde la etapa de solidificación ya es notable el refinamiento de grano que promueve la adición de Nb, el cual se corrobora con estas mediciones. Sin embargo, a pesar del grado de refinamiento alcanzado con el Nb, la microdureza Vickers no presenta gran

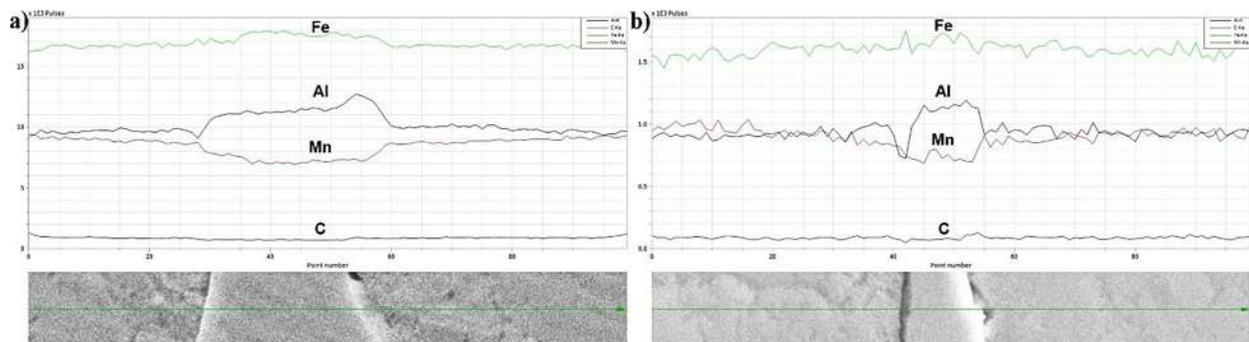
variación para los diferentes aceros en condición de solidificación, la diferencia es de 3.34 HV, siendo más alta para el acero microaleado.

**Tabla 4.3** Tamaño de dendrita promedio y microdureza Vickers obtenidos en condición de solidificación.

	Tamaño de dendrita (eje primario) promedio ( $\mu\text{m}$ )		Microdureza Vickers (HV)	
	LDA-REF	LDA-Nb	LDA-REF	LDA-Nb
<b>Longitudinal</b>	431.98 $\pm$ 228.43	406.54 $\pm$ 205.8	360.12 $\pm$ 16.7	363.46 $\pm$ 14.8
<b>Transversal</b>	487.03 $\pm$ 85.13	354.92 $\pm$ 139.14	337.81 $\pm$ 29.2	345.88 $\pm$ 8.4

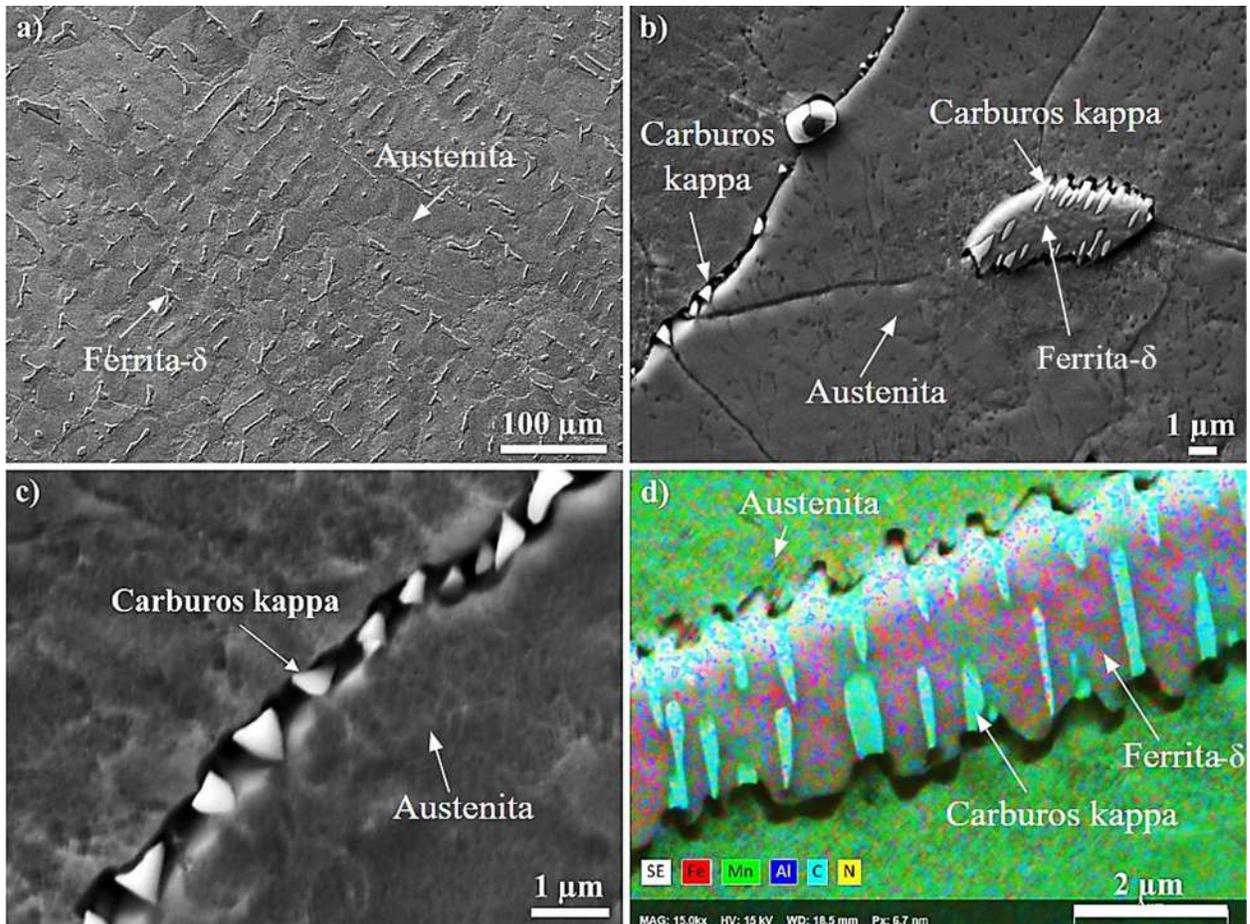
### 4.3.3 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS)

La Figura 4.9 muestra el escaneo lineal de la matriz y las islas de ferrita de los aceros LD, donde se observa claramente que en las islas de ferrita- $\delta$  aumenta pronunciadamente el contenido de Al y disminuye el de Mn. Es importante destacar también el tamaño del ancho de las islas de ferrita- $\delta$ , ya que resulta más ancho en el acero de referencia y más estrecho en el microaleado esto se puede atribuir al refinamiento obtenido durante la solidificación por la adición de Nb.



**Figura 4.9** Escaneo lineal en las islas de ferrita- $\delta$  de los aceros de baja densidad a) LDA-REF y b) LDA-Nb.

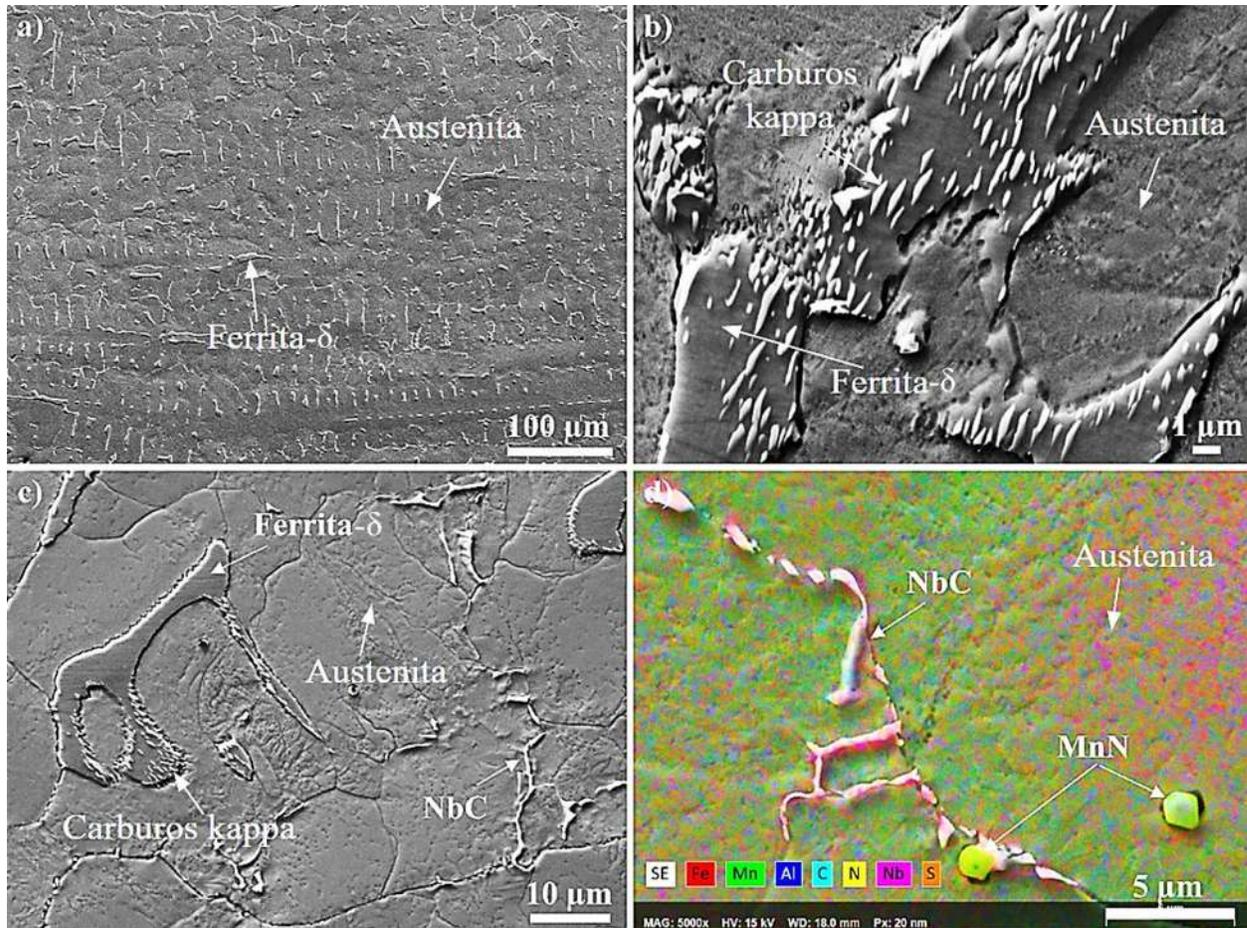
La Figura 4.10 muestra las micrografías del acero avanzado LD de referencia mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) en condición de solidificación, donde se observan islas de ferrita- $\delta$  con agujas de carburo kappa como se observa en la Figura 4.10b o en el mapeo químico elemental de la Figura 4.10d, además estas partículas se encuentran dentro de los límites de grano (Figura 4.10c).



**Figura 4.10** Micrografías de los aceros avanzados LDA-REF en condición de solidificación a) microestructura, b, c) precipitados de carburos kappa y d) mapeo químico elemental de una isla de ferrita- $\delta$ .

En la Figura 4.11 se muestran micrografías del acero LD microaleado con Nb en condición de solidificación mediante SEM. De igual manera que los aceros de referencia presentan islas de

ferrita- $\delta$  con agujas de carburo kappa, así como la formación de precipitados de NbC en forma de cadenas distribuidas homogéneamente por todo el material como se muestra en el mapeo químico elemental de la Figura 4.11d. Park y col. [4] informaron la presencia de este tipo de carburo en un acero Fe-20Mn-8Al-1.0C-0.1Nb.

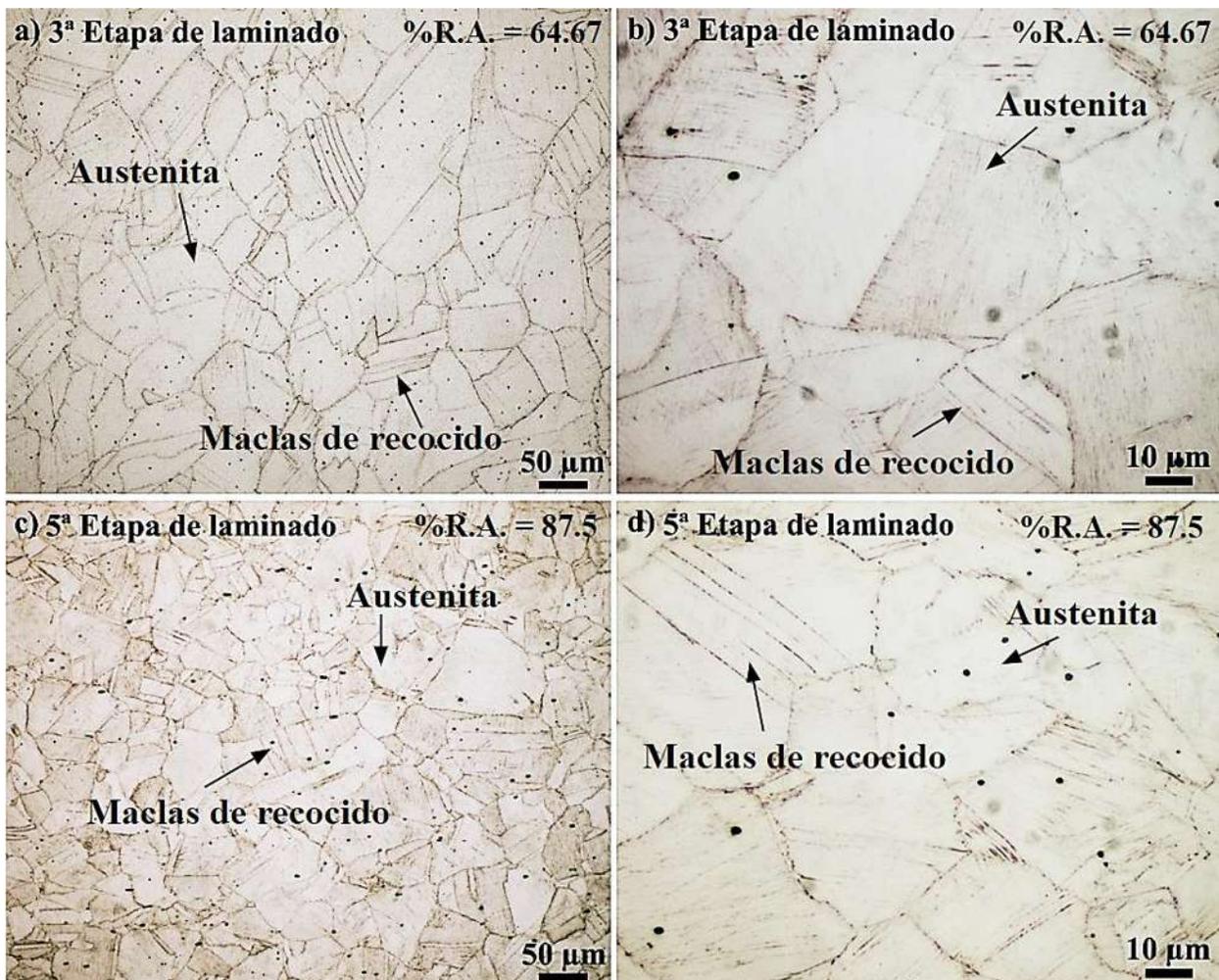


**Figura 4.11** Micrografías de los aceros avanzados LD austeníticos microaleados con Nb en condición de solidificación a, c) microestructura, b) precipitados de carburos kappa y d) mapeo químico elemental de precipitados de NbC y MnN.

## 4.4 Condición de tratamiento térmico y termo-mecánico de laminación en caliente

### 4.4.1 Microscopía óptica de luz (LOM)

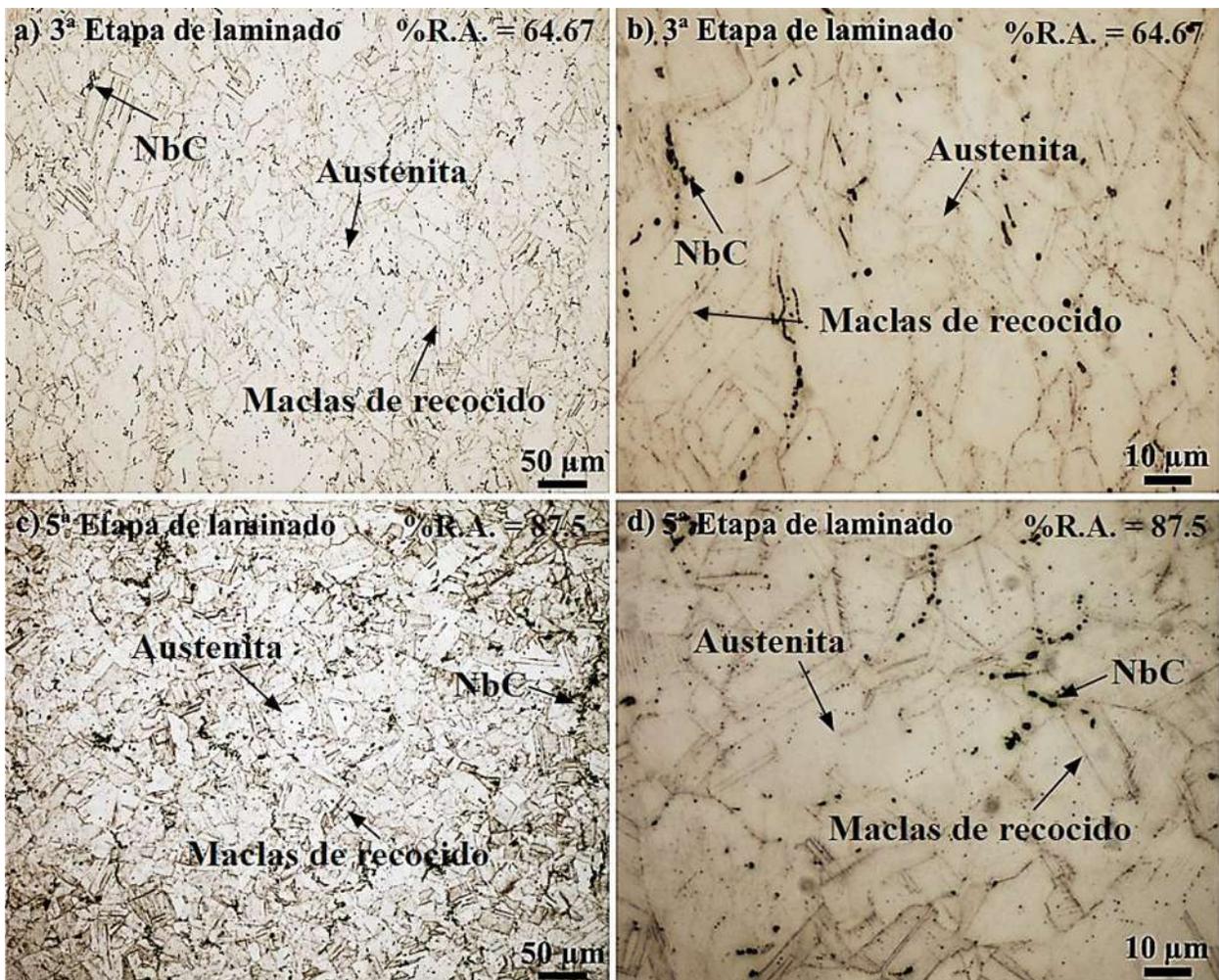
La Figura 4.12 muestra las micrografías del acero LD de referencia en condición de la tercera y quinta etapa de laminación en caliente después del tratamiento térmico de homogeneizado.



**Figura 4.12** Micrografías del acero avanzado LDA-REF en condición de tratamiento térmico de homogenización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente en la a-b) 3ª y c-d) 5ª etapa de laminación.

Durante el tratamiento térmico de homogeneizado se destruyó la estructura dendrítica a 1100 °C para después de tres etapas de laminación entre 1100 y 950 °C alcanzar una reducción de área del 64.67%, y finalmente después de la quinta etapa de laminación obtener el espesor deseado alcanzando 87.5% de reducción de área, además de obtener estructura completamente austenítica en los dos materiales y recristalización dinámica completa (DRX).

En la Figura 4.13 se observan las micrografías del acero LDA-Nb en la tercera y quinta etapa de laminación en caliente.



**Figura 4.13** Micrografías del acero avanzado LDA-Nb en condición de tratamiento térmico de homogeneización y tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente en la a-b) 3ª y c-d) 5ª etapa de laminación.



En ambas etapas de laminación se observa que se siguen manteniendo las cadenas de NbC. En la tercera etapa de laminación para ambos aceros se aprecian algunos granos deformados mientras que al finalizar la quinta etapa los granos son de una forma más equiaxial producto de la recristalización dinámica. Además, es destacable la presencia de maclas de recocido ya que estas contribuyen en el fortalecimiento del material.

#### 4.4.2 *Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers*

La Tabla 4.4 concentra los valores de tamaño de grano promedio y microdureza Vickers en la condición de laminación en caliente en la tercera y quinta etapa de las secciones longitudinal y transversal, donde se observa principalmente que el tamaño de grano promedio se refinó considerablemente desde la condición de solidificación hasta la quinta etapa de laminación en caliente. Esto demuestra que el Nb como elemento microaleante y formador de precipitados actúa como sitio de nucleación para promover la recristalización dinámica, que es un mecanismo excelente para el refinamiento de grano durante el laminado en caliente, lo cual se corrobora en la presente investigación.

**Tabla 4.4** Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers obtenidos en condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

	Tamaño de grano promedio ( $\mu\text{m}$ )		Microdureza Vickers (HV)	
	LDA-REF	LDA-Nb	LDA-REF	LDA-Nb
<b>3° Laminación en caliente</b>				
<b>Longitudinal</b>	68 $\pm$ 15	22 $\pm$ 14	366 $\pm$ 17	393 $\pm$ 21
<b>Transversal</b>	89 $\pm$ 19	25 $\pm$ 7	321 $\pm$ 23	337 $\pm$ 26
<b>5° Laminación en caliente</b>				
<b>Longitudinal</b>	33 $\pm$ 6	16 $\pm$ 3	338 $\pm$ 22	353 $\pm$ 12
<b>Transversal</b>	31 $\pm$ 7	17 $\pm$ 4	331 $\pm$ 25	351 $\pm$ 15



Diferentes autores [5, 6, 97–100] han reportado que las partículas de NbC, que precipitan en los aceros Fe-Mn-Al-C, actúan como sitios de nucleación para la recrystalización dinámica, donde estas partículas fijan los límites de grano para restringir el crecimiento de los granos recrystalizados, obteniendo así menores tamaños de grano durante la laminación en caliente.

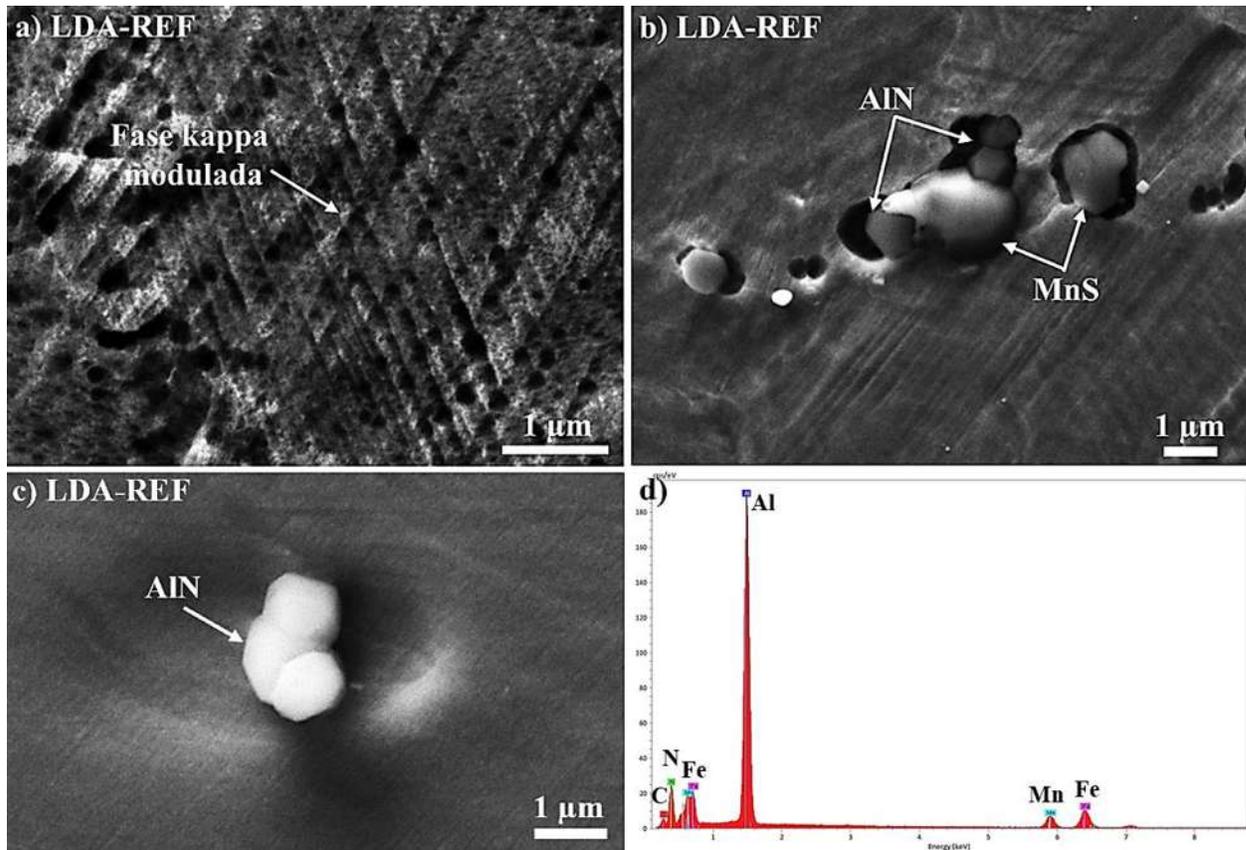
Por otro lado, los valores de microdureza Vickers en la tercera etapa de laminación en caliente resultan considerablemente mayores respecto a la quinta etapa. Este efecto podría estar asociado a una disminución de la fracción volumétrica de carburos kappa debido al recalentamiento durante las últimas etapas de laminación en caliente, ya que a esta temperatura la fase kappa se disuelve en la austenita, y el enfriamiento no es suficientemente lento para que esta fase precipite de nuevo. Por lo tanto, la disminución de la dureza se atribuye a la disolución de las segundas fases, ya que esto reduce la oposición al movimiento de las dislocaciones, mientras que el refinamiento de grano y la precipitación de segundas fases aumentan los valores de dureza, ya que éstas actúan como obstáculos que dificultan el movimiento de las dislocaciones, tal como lo han reportado Bhattacharyya y col. [99] quienes estudiaron el efecto del Nb en la movilidad de los límites de grano en aceros avanzados, donde obtuvieron las mayores durezas en el acero microaleado con Nb debido a la presencia de precipitados de NbC de tamaño nanométrico que limitan la movilidad de los límites de grano.

#### **4.4.3 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS)**

Las Figuras 4.14 y 4.15 muestran micrografías SEM de la quinta etapa de laminación en caliente. La Figura 4.14a y 4.15a muestran la fase kappa modulada generada durante el enfriamiento lento en horn apagado tras la laminación en caliente, mientras que las Figuras 4.14b, c muestran partículas precipitadas de AlN y el MnS y finalmente, en la Figura 14d se muestra el EDS de las partículas de AlN. En las Figuras 4.15b, c se observan los precipitados de Nb de tamaño nanométrico, y en la Figura 4.15d el EDS de los NbC.

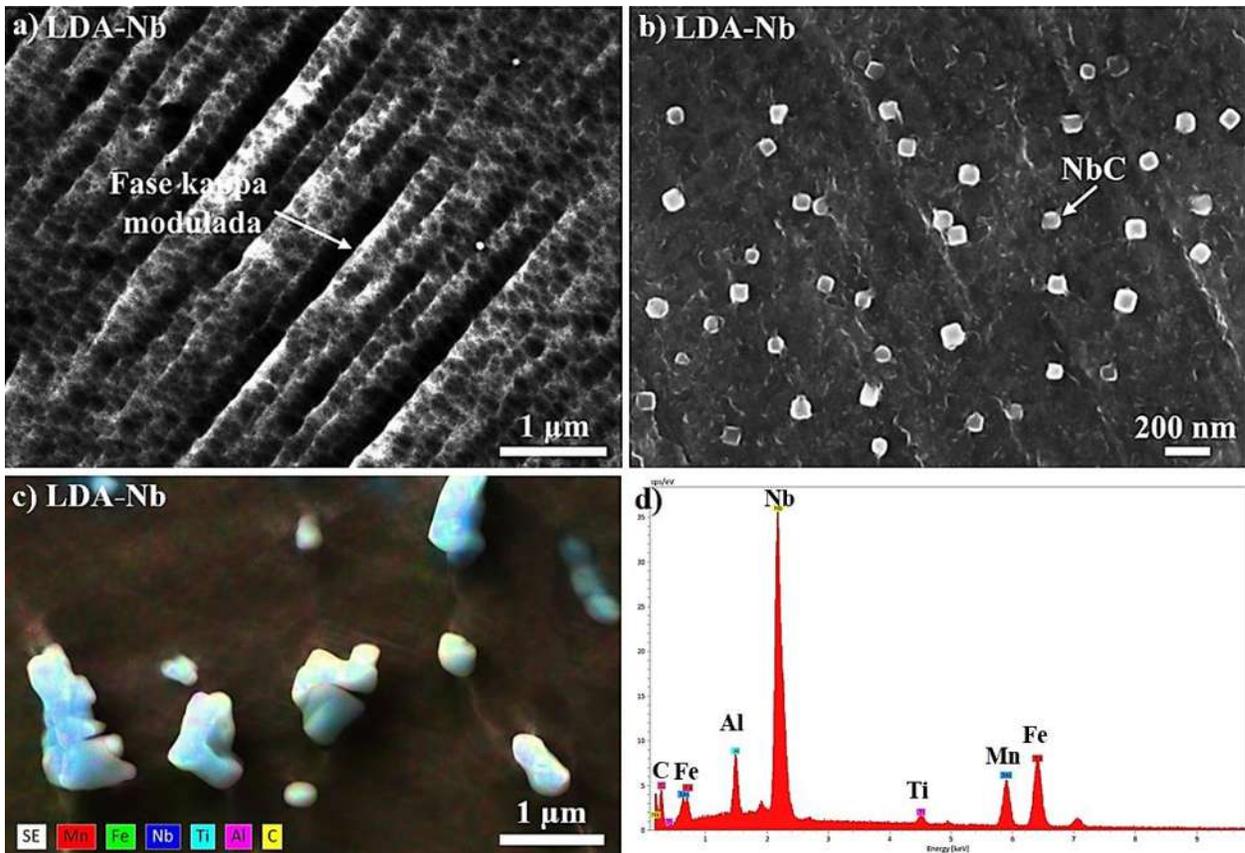
En este caso la recrystalización dinámica se generó por el gran número de dislocaciones que se introducen durante la deformación alrededor de las partículas de NbC, AlN y MnS, que se forman a altas temperaturas en los límites de grano de la austenita, estas partículas actúan como núcleos para la formación de nuevos granos recrystalizados. En el caso del acero LDA-REF, las partículas

que actúan como sitios de nucleación para la recrystalización dinámica son únicamente AlN y MnS (Figura 4.14b).



**Figura 4.14** Micrografías SEM de los aceros avanzados LDA-REF en la 5ª etapa de laminación en caliente. a) Fase kappa modulada, b, c) precipitados de MnS y AlN y d) EDS de AlN.

Por otro lado, la Figura 4.15b muestra partículas finas de NbC en formas cúbicas distribuidas en pequeños grupos de forma aleatoria, lo que ha sido confirmado por otros autores como Zhou y col. [6]. Estos carburos finos fijan los límites de grano durante la recrystalización dinámica, dificultando el crecimiento de grano y promoviendo el refinamiento de grano [98]. En general, la recrystalización dinámica se produce más fácilmente en el acero microaleado debido a que las partículas de NbC conducen a la formación de nuevos granos recrystalizados sin orientaciones preferentes.



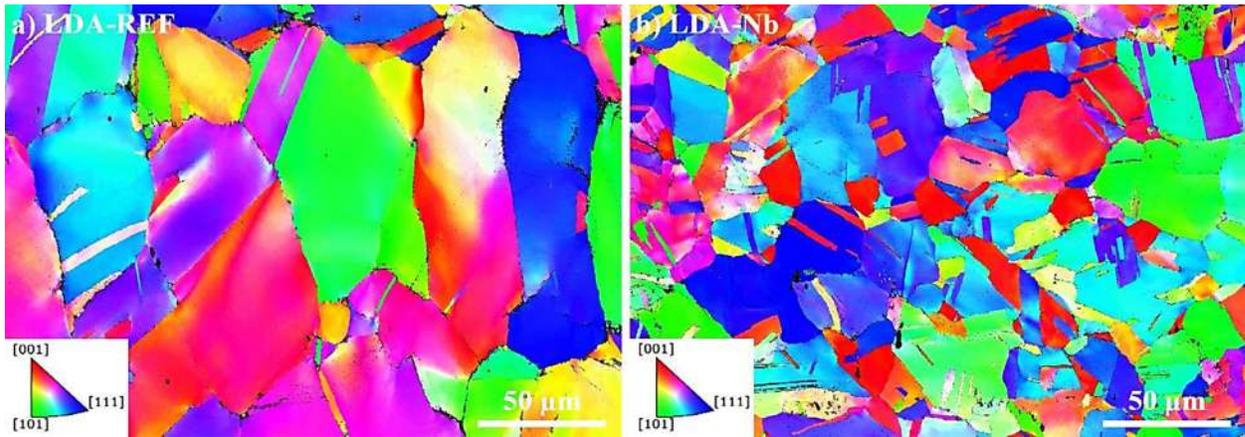
**Figura 4.15** Micrografías SEM de los aceros avanzados LDA-Nb en la 5ª etapa de laminación en caliente. a) Fase kappa modulada, b, c) precipitados de NbC y d) EDS de NbC.

#### 4.4.4 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La Figura 4.16 muestra los patrones de calidad EBSD de los aceros LD estudiados. Estas imágenes muestran que los granos recristalizados no presentan una orientación preferencial. La adición de 0.25% de Nb en el acero LDA-Nb promueve el refinamiento de grano sin transformaciones de fase, como se observa en la Figura 4.16b. Moon y Park [101] informaron que la adición de 0.033 a 0.15 % de Nb en un acero de baja densidad Fe-30Mn-9Al-0.9C generó un evidente refinamiento de grano debido a las partículas de NbC ya que actúan como obstáculos en los límites de grano para su crecimiento durante la laminación en caliente, lo cual concuerda con los resultados obtenidos en esta investigación.

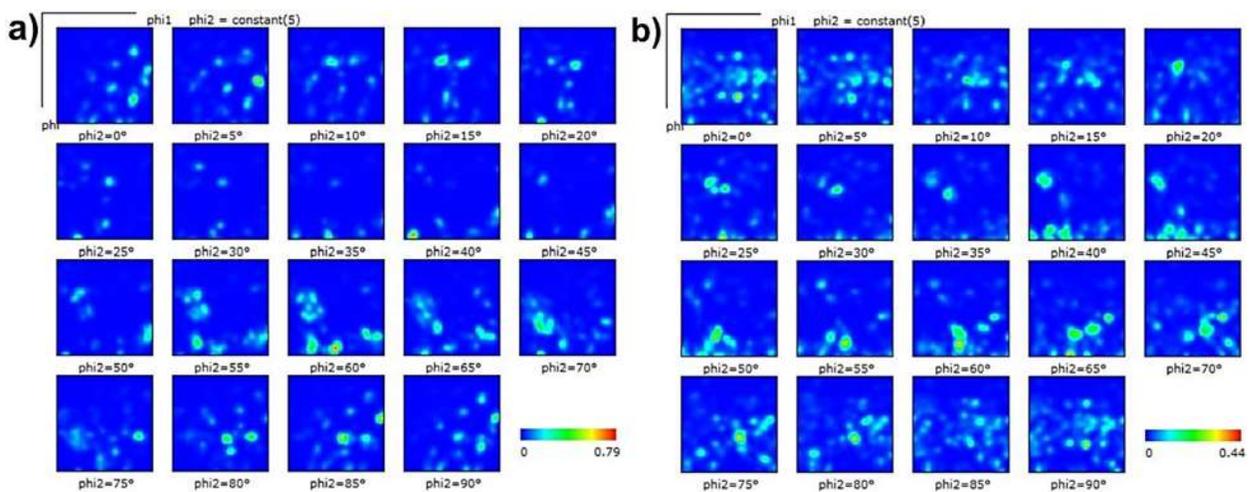
La diferencia en el tamaño de grano es muy notable en las micrografías de la Figura 4.16, este significativo refinamiento de grano se debe a las finas partículas de NbC que incrementa la

velocidad de nucleación y disminuye la velocidad de crecimiento durante la recristalización dinámica en la laminación en caliente. También se observa la presencia de maclas de recocido distribuidas aleatoriamente en ambos aceros LD.



**Figura 4.16** Mapas EBSD del a) LDA-REF y b) LDA-Nb en la 5ª etapa de laminado en caliente.

En la Figura 4.17 se aprecian las funciones de distribución de orientación (ODF) que son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de  $\phi_2$  constantes.

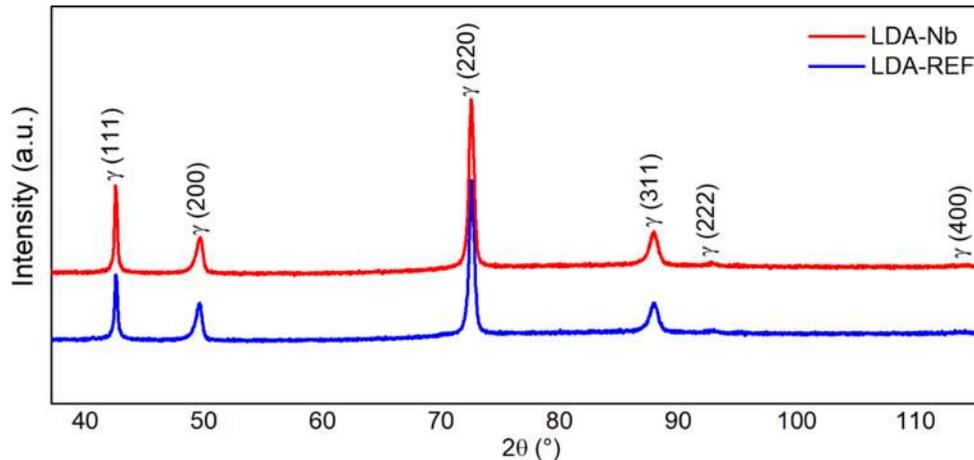


**Figura 4.17** ODFs en la 5ª etapa de laminado en caliente de la fase austenita en los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb.

Los puntos más claros muestran intensidades muy bajas, lo que indica que los componentes de textura presentes son muy débiles, corroborando que no existe una orientación cristalográfica preferencial provocada por la laminación en caliente.

#### 4.4.5 Difracción de rayos-X

La Figura 4.18 muestra los patrones de difracción de los aceros de estudio en la última fase del laminado en caliente. Los picos característicos de la austenita FCC pertenecen a la fase predominante, indicando que no presenta ninguna transformación durante el laminado en caliente, debido a su elevada estabilidad a altas temperaturas.



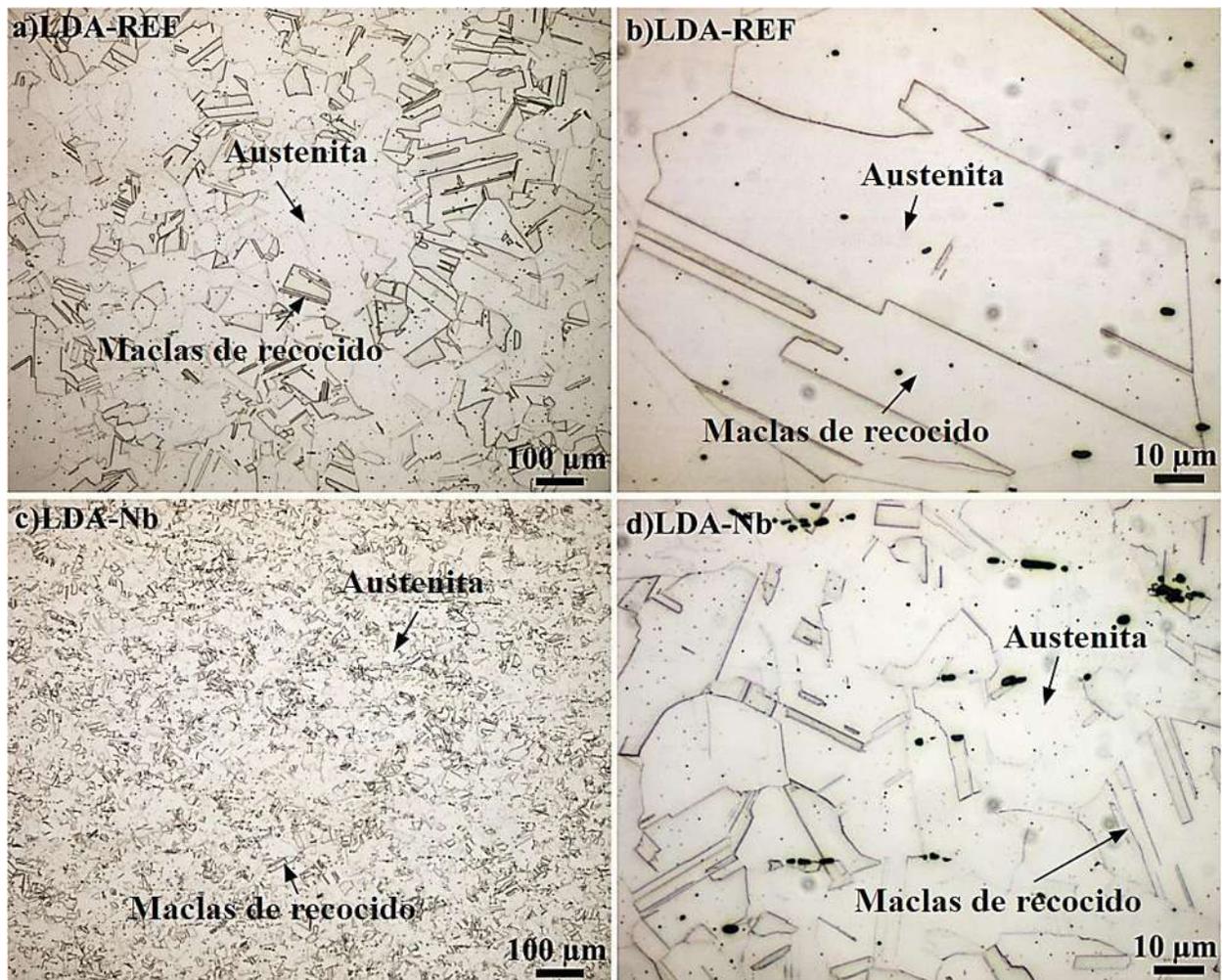
**Figura 4.18** Patrones de difracción de rayos-X de los aceros LD en la 5ª etapa de laminación en caliente.

Los picos de difracción de carburo kappa no fueron posibles de detectar debido a la baja cantidad de carburo kappa que existe en condiciones de laminación en caliente de este trabajo de investigación. Por el contrario, Khaple y col. [5] informaron de la presencia de carburos kappa en un acero LD Fe-7Al-0.35C con contenidos de 0.2 a 1.0% de Nb. Asimismo, Bai y col. [100] informaron de la presencia de carburos kappa en los patrones de difracción de una aleación austenítica Fe-25Mn9Al-8Ni-1C. Además, informaron que a medida que aumenta el contenido de Nb (0 a 0.4%) el carburo kappa disminuye considerablemente.

## 4.5 Condición de tratamiento térmico de solubilizado

### 4.5.1 Microscopía óptica de luz (LOM)

La Figura 4.19 muestra las micrografías de los aceros LD en condición de solubilizado.



**Figura 4.19** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de solubilizado a-b) LDA-REF y c-d) LDA-Nb a diferentes aumentos.

En estas micrografías se puede observar un tamaño de grano austenítico equiaxial más uniforme que en las otras condiciones analizadas en el presente trabajo de investigación. Esto se debe a que las fases previas fueron disueltas por efecto de la temperatura y tiempo de permanencia a las que



se sometieron los aceros LD. Posterior a esto, se aplicó un temple en agua para retener la microestructura obtenida a alta temperatura. Cabe destacar la presencia de maclas de recocido sobre los granos de austenita, principalmente maclas de recocido incompletas, las cuales se desarrollan durante el calentamiento.

#### 4.5.2 *Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers*

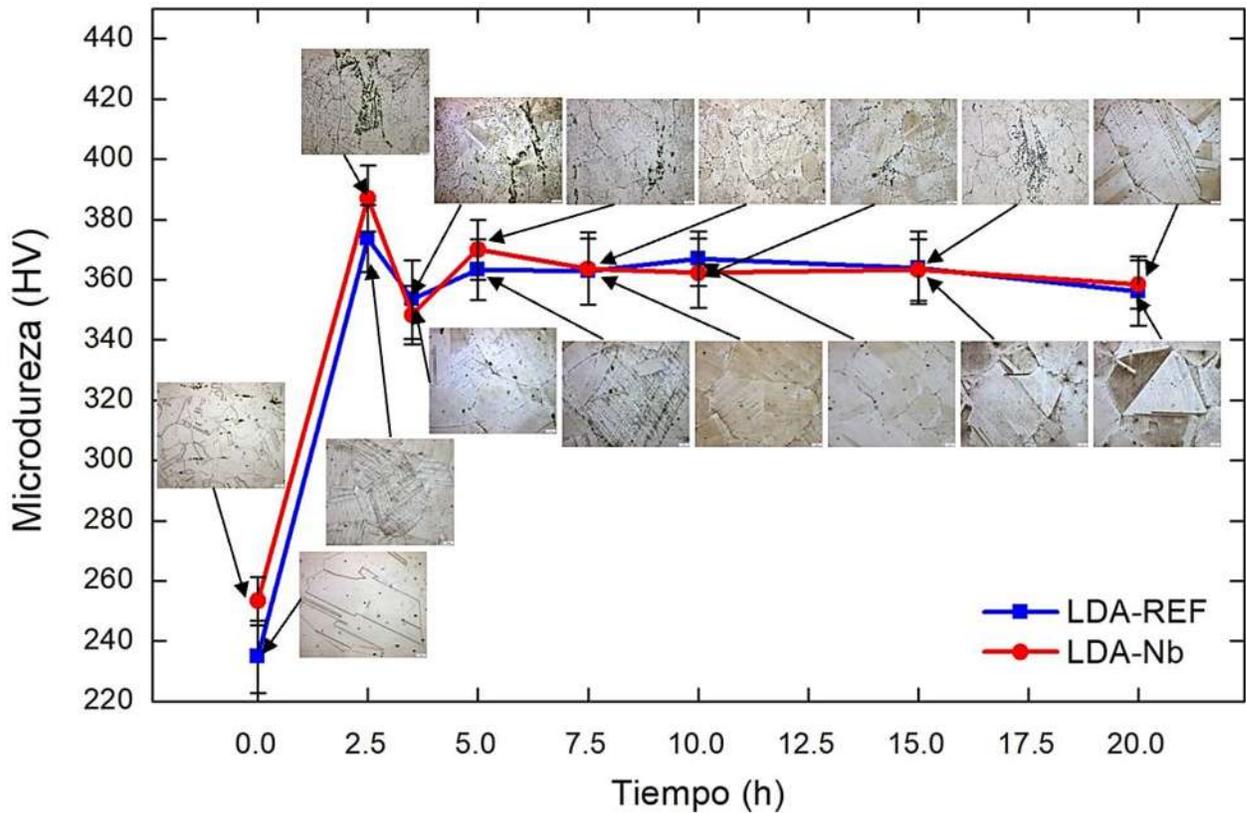
La Tabla 4.5 muestra los valores de tamaño de grano promedio y microdureza Vickers obtenidos para los aceros bajo estudio en condición de solubilizado. El tamaño de grano aumenta considerablemente después del solubilizado a partir de la última etapa de laminación en caliente pasando de 33.07 a 95.5  $\mu\text{m}$  para el acero LDA-REF y de 16.43 a 24.37  $\mu\text{m}$  en el acero LDA-Nb debido a la exposición a altas temperaturas durante el tratamiento térmico de solución. Por otro lado, se observa una disminución drástica en la dureza en ambos aceros, obteniendo las durezas más bajas debido a la dilución de las partículas precipitadas y crecimiento de grano.

**Tabla 4.5** Tamaño de grano promedio y microdureza Vickers obtenidos en condición de tratamiento térmico de solubilizado.

	Tamaño de grano promedio ( $\mu\text{m}$ )		Microdureza Vickers (HV)	
	LDA-REF	LDA-Nb	LDA-REF	LDA-Nb
<b>Longitudinal</b>	95.5 $\pm$ 16.2	24.37 $\pm$ 7	232.11 $\pm$ 15	259.5 $\pm$ 9
<b>Transversal</b>	93.82 $\pm$ 13.6	21.83 $\pm$ 9.4	221.52 $\pm$ 8	252.46 $\pm$ 10

#### 4.6 Condición de tratamiento térmico de envejecimiento

La Figura 4.20 muestra la evolución de la dureza y microestructura a diferentes tiempos de permanencia desde 0 a 20 h de tratamiento térmico de envejecimiento a 550  $^{\circ}\text{C}$ , lo cual fue realizado para determinar el comportamiento de la dureza.



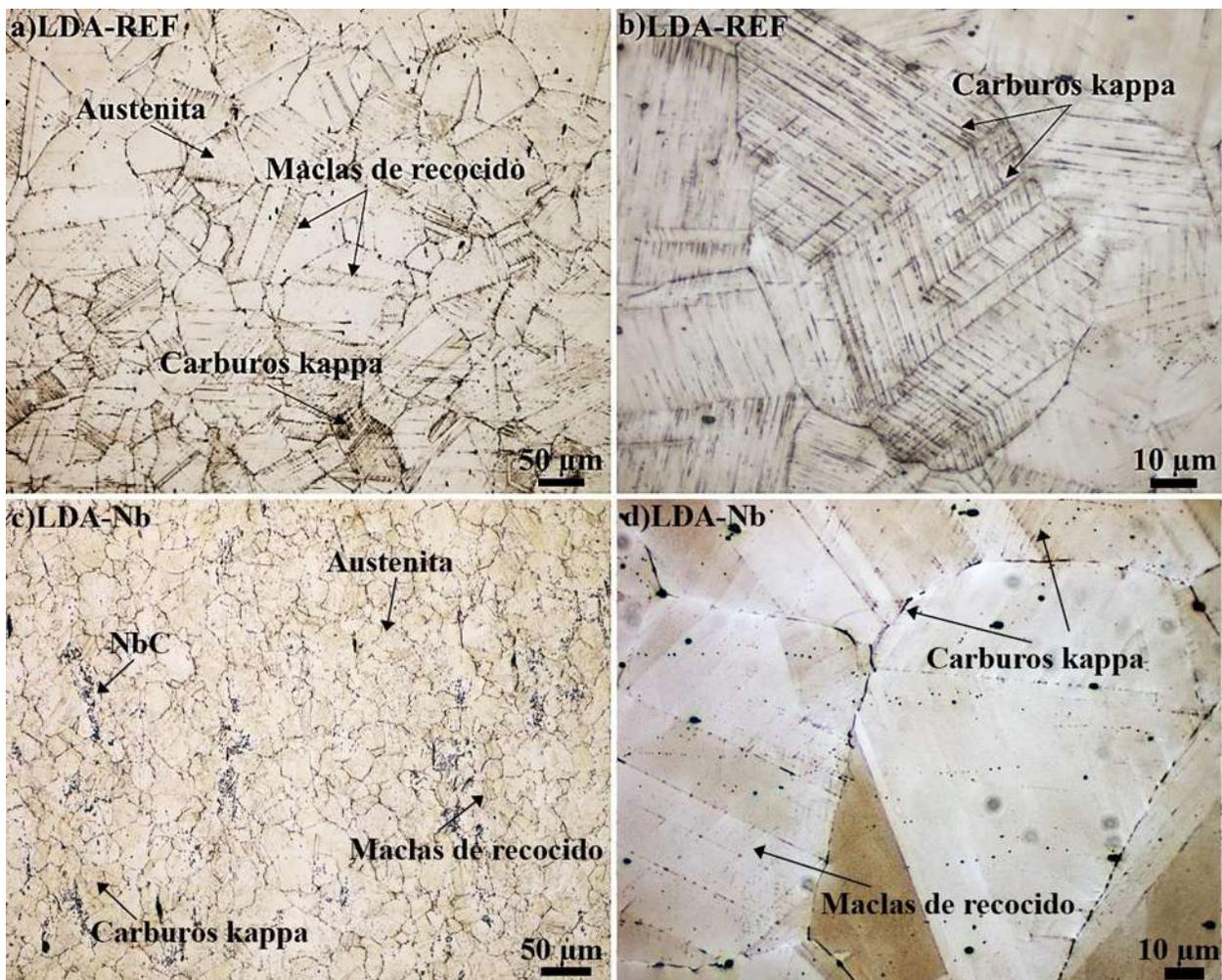
**Figura 4.20** Microdureza y micrografías en condición de tratamiento térmico de envejecimiento de 0 a 20 horas.

Estas condiciones de envejecimiento se llevaron a cabo previamente con la finalidad de determinar el tiempo de permanencia óptimo para obtener las mejores propiedades mecánicas. La dureza más alta registrada fue con un tiempo de permanencia de 2.5 h, por ello es este el tiempo al cual se llevó a cabo el tratamiento de envejecimiento. Liu y col. [102] investigaron la influencia del tiempo de envejecimiento (3, 10, 30 y 720 min) en un acero Fe-11Mn-10Al-1.2C a una temperatura de envejecimiento de 500 °C, donde reportaron que a medida que aumenta el tiempo de permanencia la precipitación del carburo kappa se traslada a los límites de grano empobreciendo a la matriz de C, después de los 30 minutos de permanencia la zona empobrecida de C transforma a ferrita. La precipitación de los carburos kappa en las muestras envejecidas a 550 °C durante distintos tiempos de permanencia se basa principalmente en la descomposición espinodal, conforme incrementa el tiempo de permanencia la precipitación de los carburos kappa está dominada por los mecanismos clásicos de nucleación y crecimiento. Chen y col. [45]

reportaron un esquema de la evolución de precipitación de carburos kappa donde a 550 °C comienza la precipitación de forma intragranular a partir de los 10 minutos, conforme avanza el tiempo de permanencia la precipitación de carburos kappa se traslada a los límites de grano para posteriormente transformarse en partículas de B2, DO3 y  $\beta$ -Mn.

#### 4.6.1 Microscopía óptica de luz (LOM)

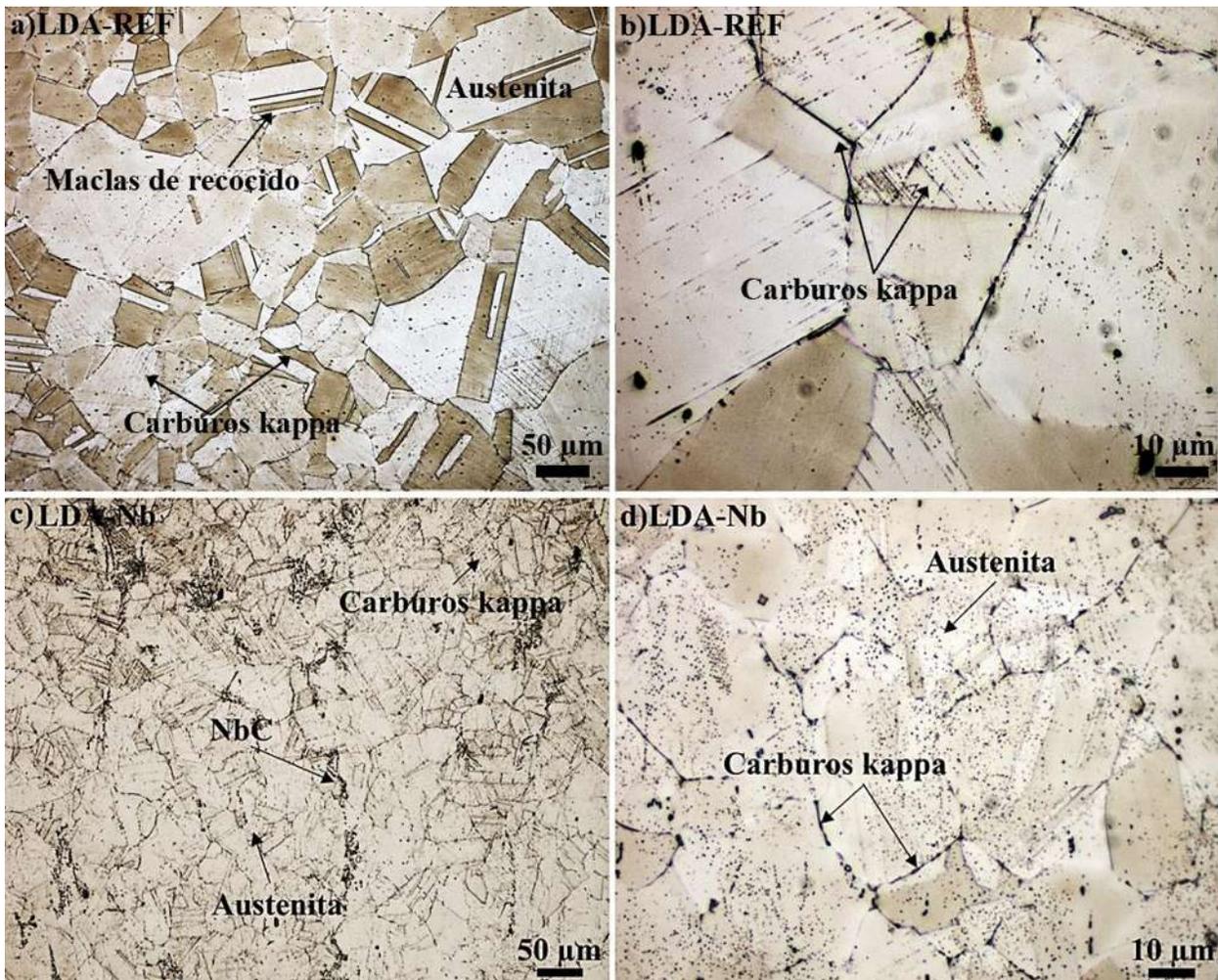
La Figura 4.21 muestra las micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante 2.5 h.



**Figura 4.21** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de 2.5 h de tratamiento térmico de envejecimiento a, b) LDA-REF y c, d) LDA-Nb.

Las microestructuras presentaron una estructura equiaxial con maclas de recocido. La fase kappa en este tiempo de permanencia se observa principalmente de manera intragranular, a lo cual se asocia directamente la alta dureza que presentan los aceros LD en este tiempo de permanencia.

La Figura 4.22 muestra las micrografías de los aceros avanzados LD en condición de tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C durante 20 h.



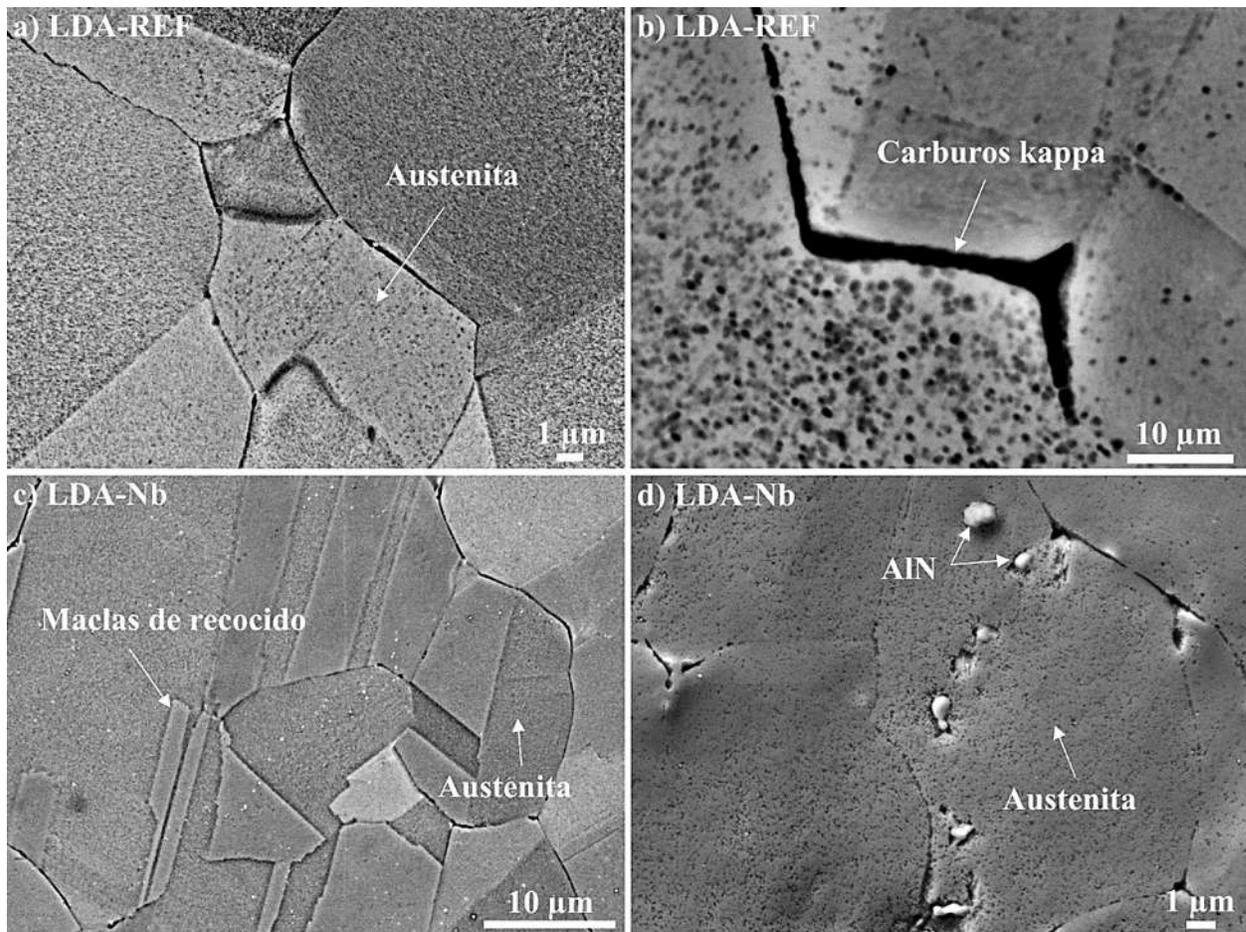
**Figura 4.22** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de 20 h de tratamiento térmico de envejecimiento a, b) LDA-REF y c, d) LDA-Nb.

Las microestructuras presentaron una estructura equiaxial con maclas de recocido. Por otro lado, las fases presentes en esta condición son la austenita y carburos kappa intragranular e

intergranular. Liu y col. señalaron que un tiempo de envejecimiento prolongado da como resultado aumento en las fracciones de precipitados de carburos kappa intergranulares, B<sub>2</sub>, DO<sub>3</sub> y  $\beta$ -Mn.

#### 4.6.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS)

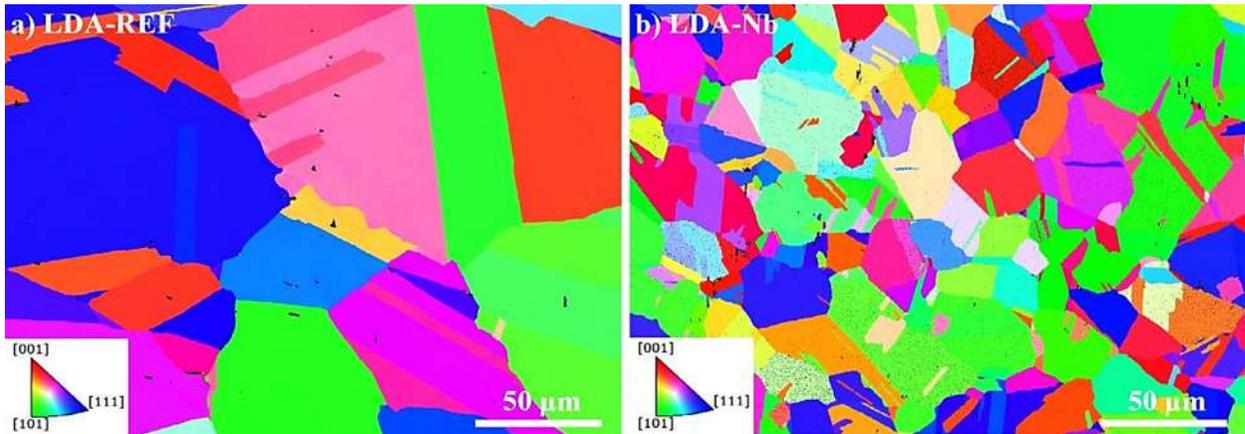
La Figura 4.23 muestra las micrografías de los aceros avanzados LD mediante microscopia electrónica de barrido (SEM) por electrones retrodispersados en condición de tratamiento térmico de envejecimiento. Mediante esta técnica no se logró la caracterización de los carburos kappa intragranular, sin embargo, los que destacan engrosando los límites de grano son los carburos kappa intergranulares.



**Figura 4.23** Micrografías de los aceros avanzados LD en condición de 20 h de tratamiento térmico de envejecimiento a, b) LDA-REF y c, d) LDA-Nb.

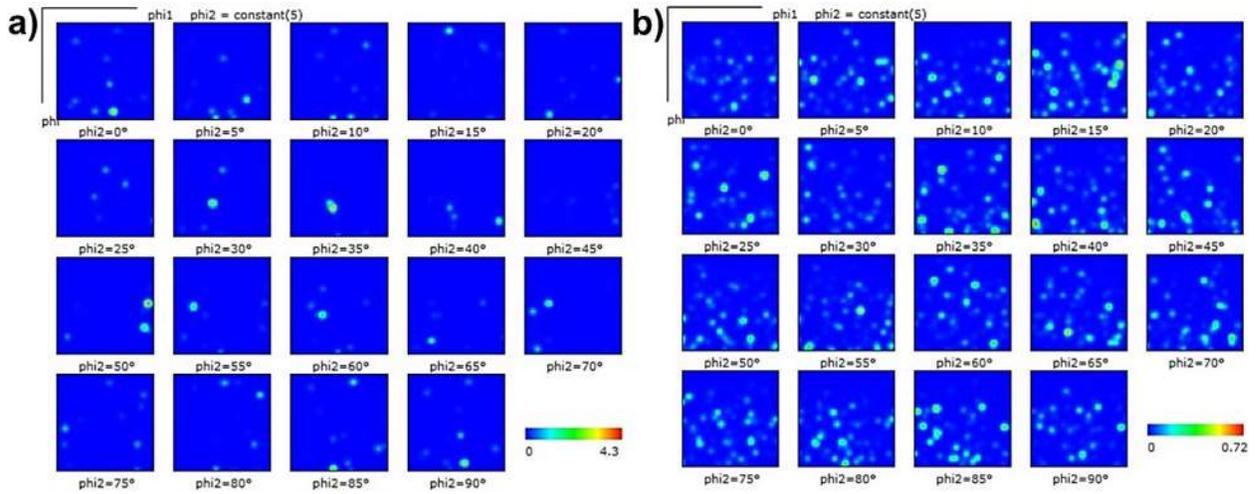
### 4.6.3 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La Figura 4.24 muestra los patrones de calidad EBSD de los aceros LD estudiados en condición de envejecimiento. Estas imágenes muestran granos equiaxiales de austenita, maclas de recocido distribuidas aleatoriamente y alto refinamiento de grano en el acero LD microaleado con Nb (Figura 4.24b). Sin embargo, no se aprecia la precipitación de carburos kappa, debido al bajo porcentaje de formación de esta fase, además de que los carburos kappa y la austenita al tener la misma estructura cristalina es difícil distinguirlos, ya que ambos tienen características similares en el análisis EBSD. Por otro lado, las imágenes muestran que los granos envejecidos no presentan orientación preferencial.



**Figura 4.24** Mapas EBSD del a) LDA-REF y b) LDA-Nb en condición de tratamiento térmico de envejecimiento.

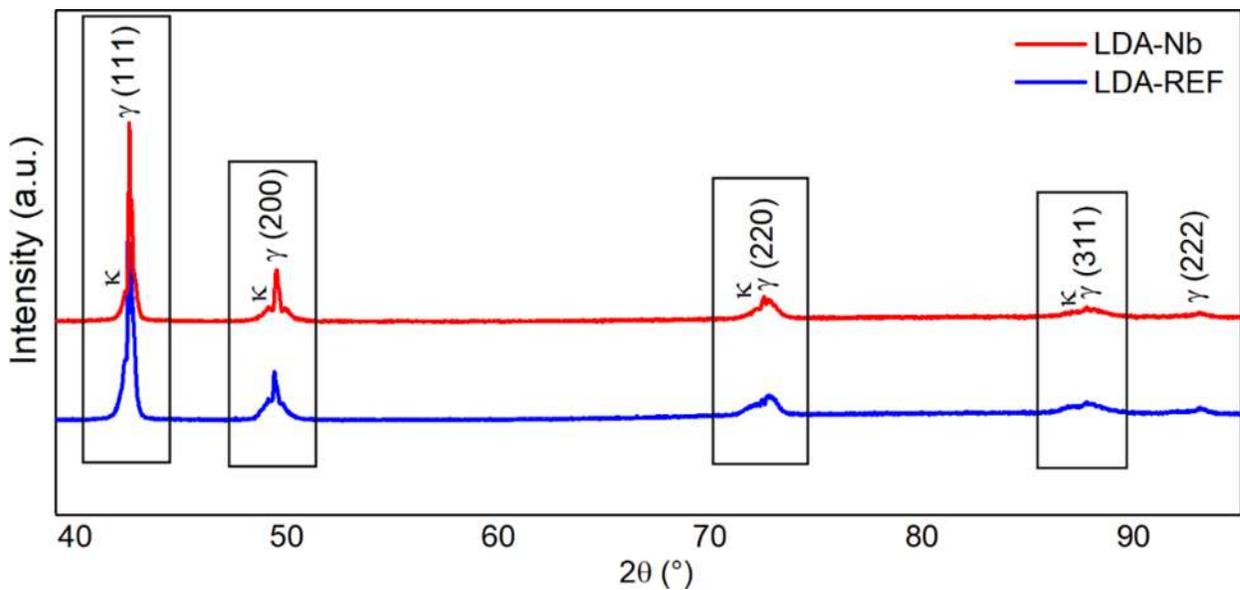
En la Figura 4.25 se aprecian las funciones de distribución de orientación (ODF) para ambos aceros estudiados. Se observan un mayor número de puntos más claros en el acero LDA-Nb, estos puntos distribuidos homogéneamente muestran intensidades muy bajas, lo que indica que los componentes de textura presentes son muy débiles, corroborando que no existe una orientación cristalográfica preferencial provocada por la precipitación de los carburos kappa.



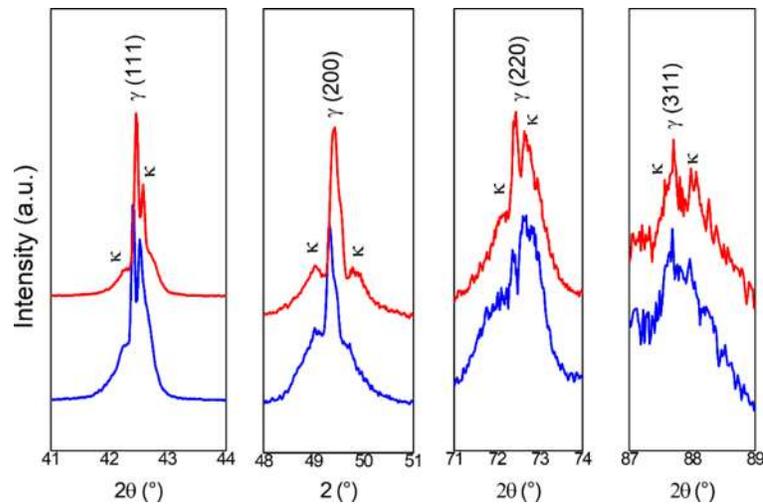
**Figura 4.25** ODFs de la fase austenita en tratamiento térmico de envejecimiento en los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb.

#### 4.6.4 Difracción de rayos-X

La Figura 4.26 muestra los patrones de difracción de los aceros LD estudiados en condición de tratamiento térmico de envejecimiento.



**Figura 4.26** Patrones de difracción de rayos-X de los aceros LD condición de tratamiento térmico de envejecimiento.



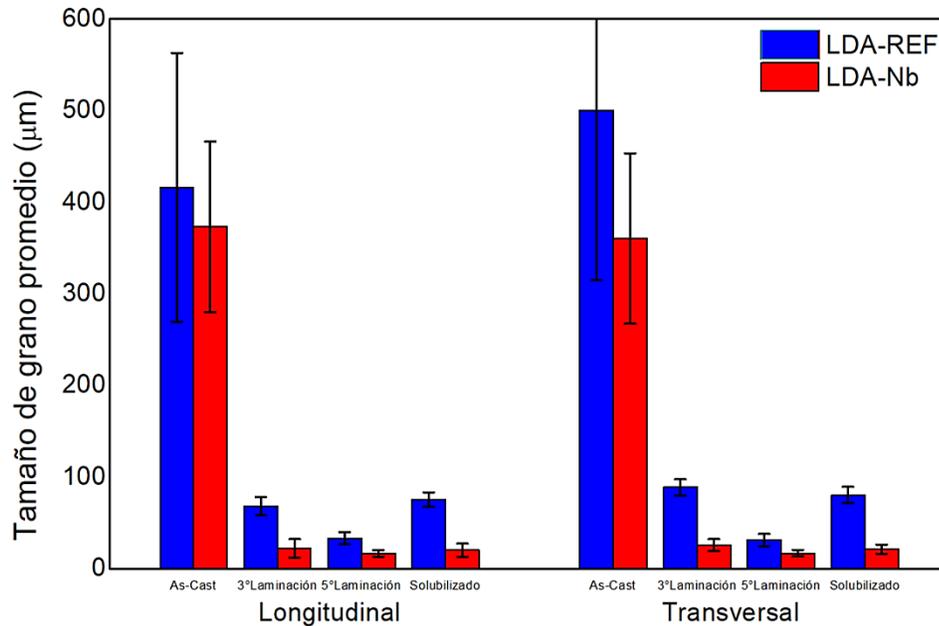
**Figura 4.27** Picos de fase kappa asociados a la austenita de los aceros LD condición de tratamiento térmico de envejecimiento.

Los picos característicos de la austenita permanecen presentes como fase predominante, sin embargo, se observan picos asociados de ambos lados de cada pico de la austenita (Figura 4.27), los cuales son picos característicos de la fase kappa, lo cual evidencia su presencia en esta condición, a pesar que no fueron detectados por las otras técnicas aplicadas. Otra característica que corrobora la presencia de carburos kappa es el ensanchamiento del pico de austenita. Chen y col. [45] reportaron que la precipitación de carburos kappa conduce al ensanchamiento del pico de austenítico hacia un ángulo  $2\theta$  menor. Sin embargo, la precipitación de los carburos kappa provoca el agotamiento del C en la austenita, lo que conduce a la reducción del parámetro de red de la austenita y con ello al desplazamiento del pico de ensanchamiento a un ángulo  $2\theta$  mayor.

## 4.7 Evolución del tamaño de grano promedio

En la Figura 4.28 se concentra el tamaño de grano promedio de las diferentes condiciones de trabajo, tanto de la sección longitudinal como transversal. En el gráfico se observa claramente la evolución del tamaño de grano promedio, el cual se refinó considerablemente desde la condición de solidificación hasta la última etapa de laminación en caliente, que fue donde se obtuvo el menor valor de tamaño de grano (33 y 16.43  $\mu\text{m}$  para el acero de referencia y microaleado, respectivamente) sin embargo, este aumenta a 95.5 y 24.33  $\mu\text{m}$  después del tratamiento térmico de solubilizado como consecuencia a la exposición a altas temperaturas.

El acero microaleado con Nb mantiene valores de tamaños de grano promedio menores en todas las condiciones, incluso en el solubilizado limita el crecimiento de grano durante el tratamiento térmico haciendo que de  $16.43 \mu\text{m}$  pase a solo  $24.37 \mu\text{m}$ , lo que reitera que la adición de 0.25 % de Nb genera un refinamiento de grano considerable y limita el crecimiento de grano a altas temperaturas.

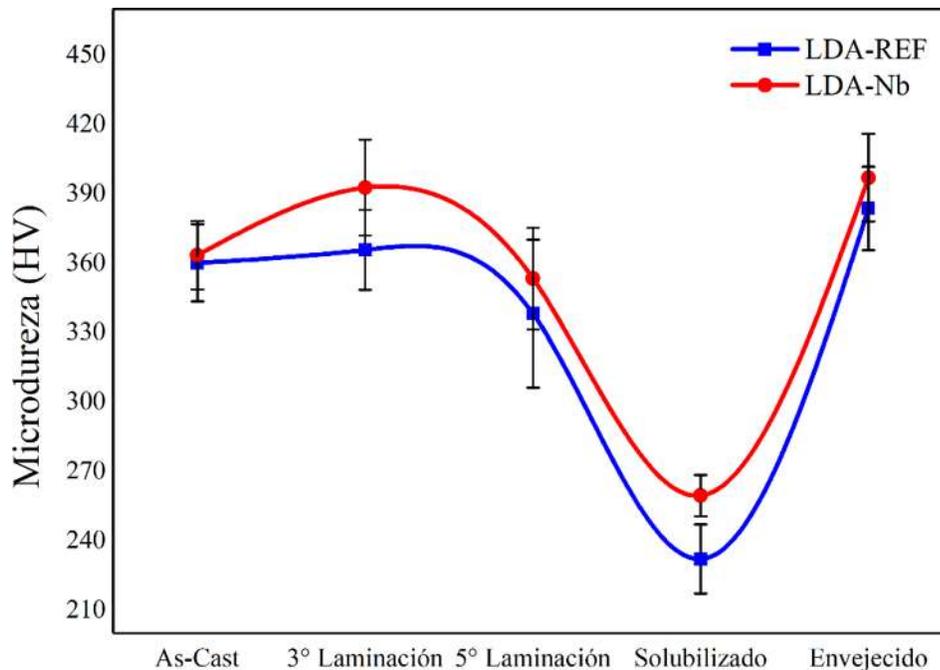


**Figura 4.28** Tamaño de grano en la sección longitudinal y transversal de las diferentes condiciones de estudio.

## 4.8 Evolución de la microdureza Vickers

La Figura 4.29 muestra la evolución de la microdureza Vickers en las diferentes condiciones de trabajo para los dos aceros avanzados LD. En este gráfico se observa que la máxima dureza alcanzada fue en la tercera etapa de laminación en caliente, alcanzando valores de 392.63 HV, lo cual se debe al refinamiento de grano por la adición de Nb y la recristalización dinámica. Posteriormente, la dureza decreció hasta 353.35 HV en la quinta etapa de laminación en caliente, este efecto podría estar asociado a una disminución de la fracción volumétrica de la fase kappa debido al recalentamiento durante las últimas etapas de laminación en caliente. En seguida

disminuye drásticamente hasta 259.5 HV en condición de solubilizado debido a que durante el tratamiento térmico los granos deformados y recristalizados crecieron y las segundas fases se disolvieron por efecto de la temperatura y tiempo. Finalmente, después de obtener una solución sólida, la dureza incrementa considerablemente durante el envejecimiento a 550 °C, debido al endurecimiento por precipitación de carburos kappa.

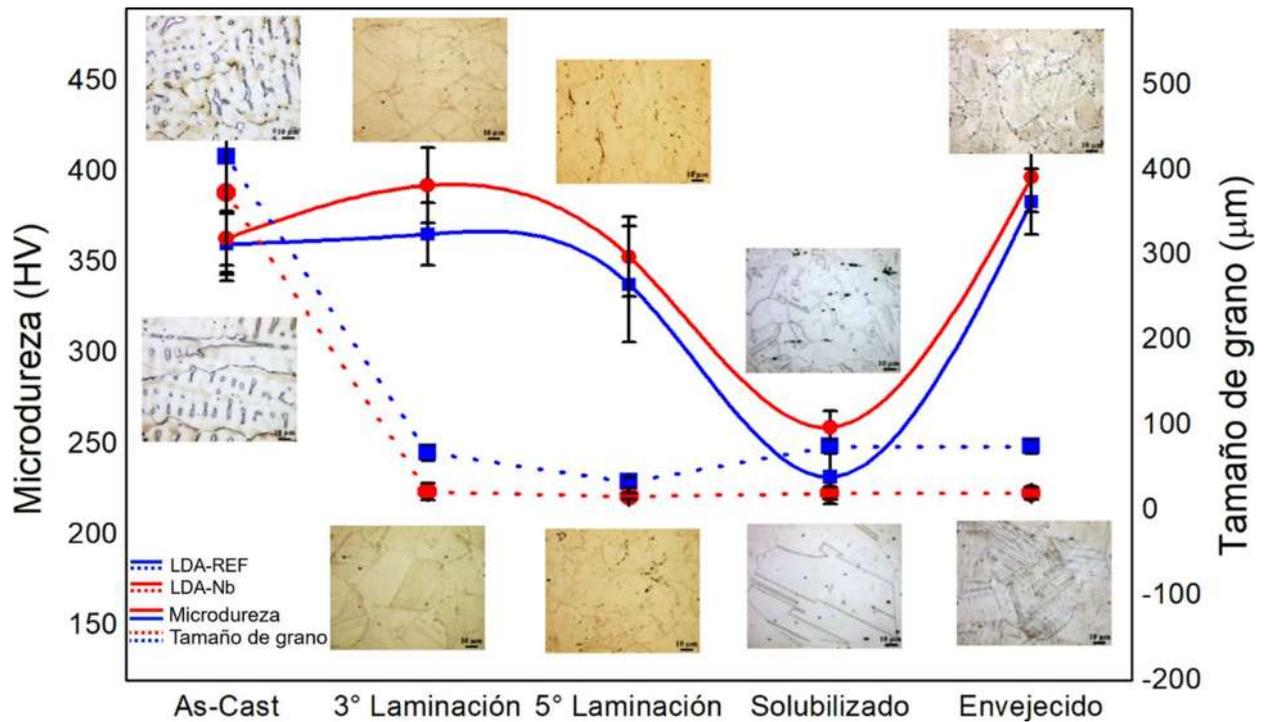


**Figura 4.29** Microdureza Vickers en las diferentes condiciones estudiadas.

#### 4.9 Discusión global de resultados

La Figura 4.30 concentra los datos de tamaño de grano promedio, microdureza Vickers y metalografías de los aceros LDA-REF y LDA-Nb en las condiciones de solidificación, laminación en caliente, solubilizado y envejecido. En términos generales el Nb juega un papel fundamental en el acondicionamiento microestructural del material, ya que desde la solidificación actúa como refinador de grano, posteriormente después de la tercera etapa de laminación en caliente el tamaño de grano disminuye drásticamente y con ello alcanza altos valores de dureza. Sin embargo, en la quinta etapa de laminación, este valor disminuye como consecuencia de la

disminución de la fracción volumétrica de fase kappa. El tamaño de grano en esta condición alcanza los valores más bajos en el presente proyecto de investigación, debido principalmente a la recrystalización dinámica. En la condición de solubilizado, la dureza baja drásticamente debido a que hay crecimiento de grano. Finalmente, en la condición de envejecido la dureza incrementa notablemente, debido a la precipitación intra e intergranular del carburo kappa, obteniendo una microestructura completamente equiaxial.



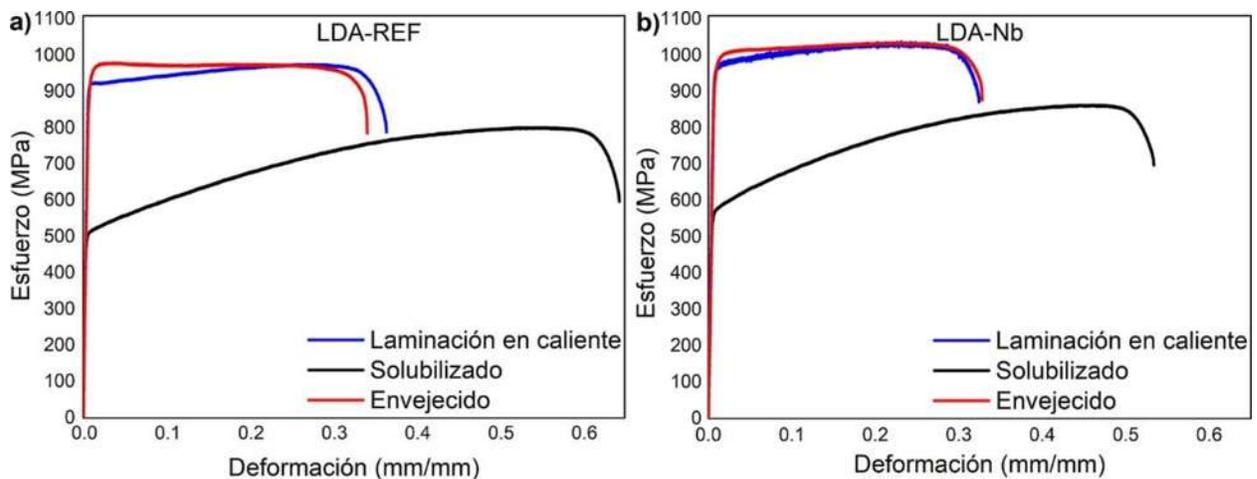
**Figura 4.30** Gráfica global de la evolución del tamaño de grano promedio, microdureza Vickers y micrografías de LOM en los aceros LDA-REF y LDA-Nb.

Es importante señalar que la evolución microestructural, el tamaño de grano y la dureza se ven afectados principalmente durante la laminación en caliente por la recrystalización dinámica. Ya que los límites de grano actúan como sitios de nucleación para la recrystalización dinámica, el gran refinamiento de grano en los aceros LDA-Nb da lugar a un mayor número de sitios de nucleación, lo que acelera la recrystalización dinámica a menores deformaciones y temperaturas más bajas, y por lo tanto, se logra menores tamaños de granos recrystalizados y mayores tasas de

endurecimiento por deformación en comparación con el acero LDA-REF con tamaños de grano mayores. Después del laminado en caliente la microestructura inicialmente dendrítica pasa a una estructura de grano austenítica equiaxial que contiene maclas de recocido. Sin embargo, debido a la exposición a altas temperaturas y tiempos de permanencia durante el tratamiento térmico de solubilización los precipitados se disuelven, el tamaño de grano austenítico crece, y como consecuencia la dureza disminuye drásticamente. Finalmente, durante el tratamiento térmico de envejecimiento se precipita el carburo kappa, mecanismo que fortalece los aceros LD estudiados, recuperando nuevamente la dureza de estos.

#### 4.10 Ensayos de tracción uniaxial

La Figura 4.31 muestra las curvas esfuerzo-deformación de ingeniería para los aceros LDA-REF (Figura 4.31a) y LDA-Nb (Figura 4.31b) en las diferentes condiciones de tratamiento térmico y termo-mecánico.



**Figura 4.31** Curvas esfuerzo deformación de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb en las condiciones de laminación en caliente, solubilizado y envejecido.

Todas las curvas presentan un comportamiento elástico-plástico característico de los aceros. En este tipo de curvas los aceros LD responden inicialmente de manera elástica a la carga aplicada, lo que significa que la deformación es proporcional al esfuerzo aplicado (porción lineal de la



curva), a medida que el esfuerzo aumenta, el material eventualmente alcanza el esfuerzo de cedencia dando comienzo a la deformación plástica, la cual, continúa de manera uniforme con un aumento gradual del esfuerzo aplicado, presentando endurecimiento por deformación causado por la formación de dislocaciones y el aumento de la densidad de dislocaciones hasta alcanzar el esfuerzo máximo para finalmente producirse la fractura.

Se ha reportado que durante la deformación a la tracción ocurre el cizallamiento de los precipitados de carburo kappa por medio de bandas de deslizamiento, tal como lo reportó Yao y col. [83]. En este trabajo, es en la condición de envejecimiento donde se presenta la mejor resistencia a la tracción con un porcentaje de elongación relativamente bajo, un comportamiento similar presenta la condición de laminación en caliente. Por otro lado, la menor resistencia a la tracción se presenta para ambos aceros en la condición de solubilizado, alcanzando altos porcentajes de elongación. El acero microaleado con 0.25 % de Nb presentó valores de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo mayores con respecto al acero de referencia, lo cual corrobora que la adición de Nb mejora eficazmente las propiedades mecánicas. Hwang y col. [103] estudiaron un acero austenítico Fe-21Mn-10Al-1C-5Ni bajo condiciones de recocido envejecimiento donde obtuvieron una mejora significativa en la dureza de la fase B2 y el límite elástico reportando que la combinación entre laminación, recocido por recristalización y envejecido puede garantizar no solo un alto límite elástico, sino también superar el equilibrio entre resistencia y ductilidad en los aceros Fe-Mn-Al-C. Frommeyer y col. [104] estudiaron un acero Fe-28Mn-10Al-1.2C con una SFE de 110 mJ/m<sup>2</sup>, donde reportaron que durante la deformación a la tracción, las maclas de deformación están casi restringidas y las bandas de corte se forman acompañadas de deslizamiento de dislocaciones, los precipitados nanométricos de carburo kappa se distribuyen de manera uniforme en la matriz austenítica. Además, la deformación uniforme por corte es muy benéfica para el alargamiento total.

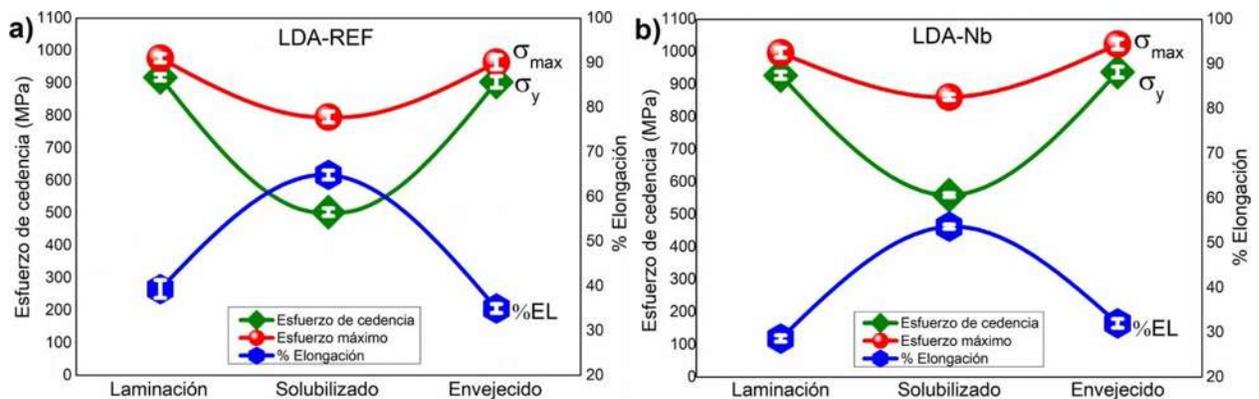
La Tabla 4.6 y la Figura 4.32 muestran las propiedades mecánicas promedio obtenidas a partir de los ensayos de tracción uniaxial. El acero microaleado presenta esfuerzos de cedencia y esfuerzos máximos mayores a los del acero de referencia a cambio de porcentajes de elongación más bajos. Como ya se mencionó, el acero LDA-Nb en condición de envejecimiento fue el que presentó los mejores resultados, obteniendo esfuerzo de cedencia de 938 MPa, 1023 MPa de esfuerzo máximo



y 32 % de elongación en la condición de envejecimiento, mientras que el valor de alargamiento más alto (65%) fue para el acero de referencia en condición de solubilizado.

**Tabla 4.6** Propiedades mecánicas de los aceros LD obtenidas a partir de los ensayos de tracción uniaxial.

Condición	Esfuerzo de cedencia (MPa)	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo de ruptura (%)	% Elongación
<b>LDA-REF</b>				
Laminación	904 ± 2	977 ± 3	42 ± 3	39 ± 2
Solubilizado	503 ± 4	795 ± 8	64 ± 1	65 ± 1
Envejecido	918 ± 18	964 ± 21	34 ± 2	35 ± 1
<b>LDA-Nb</b>				
Laminación	928 ± 11	997 ± 15	32 ± 0.5	29 ± 0.1
Solubilizado	560 ± 5	860 ± 5	53 ± 1	54 ± 0.2
Envejecido	938 ± 17	1023 ± 16	33 ± 1	32 ± 1



**Figura 4.32** Propiedades mecánicas obtenidas a partir de los ensayos de tracción uniaxial de los aceros a) LDA-REF y b) LDA-Nb.



Zargarán y col. [105] estudiaron un acero Fe-8Al-5Mn-0.1C microaleado con 0.2% de Nb donde obtuvieron aproximadamente un límite elástico de 100 MPa más alto en el acero microaleado que en el de referencia, concluyendo que el Nb afecta de manera positiva las propiedades mecánicas. Zeng y col. [106] estudiaron un acero  $\delta$ -TRIP del sistema C-Mn-Al-Si microaleado con 0.03-Nb y 0.05-Ti, donde reportaron que este acero presenta resistencia a la tracción de 1003 MPa y alargamiento de 31.5 %, lo cual está por debajo de lo obtenido en este trabajo de investigación.



## CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

1. De acuerdo con los diagramas de equilibrio de fases determinados por JMatPro® 9.1.2, los porcentajes de fases principales, así como temperaturas de formación y estabilización varían muy poco entre los aceros de baja densidad no microaleado y microaleado con 0.25% de Nb. La gran diferencia entre ambos es que el microaleado presenta precipitados de NbC, los cuales disminuyen el contenido de carburo kappa debido a la competitividad del C para la formación de partículas de NbC.
2. En base a las predicciones de los diagramas de transformación isotérmica (TTT) y enfriamiento continuo (CCT), los aceros LD bajo estudio requieren de tiempos largos o velocidades de enfriamiento extremadamente lentas para que ocurra transformación de la austenita bajo condición isotérmica o enfriamiento continuo, respectivamente.
3. Mediante el acondicionamiento microestructural por homogenización, laminación y solubilización se logró obtener una microestructura austenítica equiaxial uniforme y fina.
4. El acero microaleado con Nb mostró un alto refinamiento de grano (16.43  $\mu\text{m}$ ) y endurecimiento por precipitación (392.63 HV) asociado a la presencia de fase kappa modulada y NbC de tamaños nanométricos en condición de laminación en caliente.
5. La adición de Nb promovió un mayor grado de recristalización dinámica durante la laminación en caliente.
6. Se establece que las mejores condiciones de tratamiento térmico de envejecimiento para obtener la mayor dureza es calentamiento isotérmico a 550 °C con tiempo de permanencia de 2.5 h.
7. Las mejores propiedades mecánicas alcanzadas fueron para el acero LDA-Nb en condición de envejecimiento con esfuerzo máximo de 1023 MPa y 32 % de elongación. En condición de laminación en caliente se obtuvo un comportamiento similar, el cual se puede asociar a la presencia de precipitados nanométricos de NbC, carburos kappa y el alto refinamiento de grano.
8. La condición de solubilizado presentó los mayores porcentajes de elongación (65% para el acero LDA-REF y 54% para el LDA-Nb) debido a la ausencia de precipitados, lo cual favorece a la deformación plástica.



## CUMPLIMIENTO DE METAS CIENTÍFICAS/TECNOLÓGICAS

<b>Meta científica/tecnológica</b>	<b>Porcentaje de cumplimiento</b>
Obtener tamaño de grano austenítico menor a 45 $\mu\text{m}$ .	100 %
Obtener precipitados intragranulares de la fase kappa menores a 20 nm.	100 %
Obtener partículas precipitadas intragranulares de Nb(C,N) menores a 100 nm.	100 %
Desarrollar un acero LD austenítico microaleado con Nb de alta resistencia mayor a 1200 MPa y alargamiento mayor al 40%.	85%
Establecer las mejores condiciones de los tratamientos térmicos de homogenización, solubilizado, envejecimiento y de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente para obtener la mejor relación microestructura-propiedades.	100 %
Aportar nuevos conocimientos sobre el efecto del Nb en los procesos de deformación plástica en caliente y envejecimiento de aceros de baja densidad austeníticos.	100 %



## TRABAJO FUTURO

1. Caracterizar mediante microscopía electrónica de transmisión (MET) para determinar la naturaleza de la fase kappa y precipitados de Nb.
2. Realizar ensayos de tracción y compresión en caliente a diferentes rangos de temperaturas para determinar el comportamiento mecánico y mecanismos de endurecimiento a altas temperaturas del acero LD microaleado con Nb.
3. Caracterizar del comportamiento mecánico a temperaturas criogénicas.
4. Determinar la densidad real de los aceros por medio de picnometría de helio.
5. Modelizar las curvas esfuerzo-deformación reales en condición de laminación en caliente, solubilizado y envejecimiento.
6. Realizar ensayos de dilatometría en condición de envejecimiento para determinar la cinética de precipitación.
7. Realizar la cuantificación de fases por medio de difracción de rayos-X utilizando el método de Rietveld para determinar los porcentajes de fase presentes (austenita, fase kappa, ferrita, NbC).



## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Gutierrez-Urrutia I. *Low density Fe–Mn–Al–C steels: phase structures, mechanisms and properties*. **ISIJ International**. 61(1), 16–25, 2021.
- [2] Bai Y, Jiao D, Li J, Yang Z. *Effect of Nb content on the stacking fault energy, microstructure and mechanical properties of Fe-25Mn-9Al-8Ni-1C alloy*. **Materials Today Communications**. 31, 103554, 2022.
- [3] Ma T, Gao J, Li H, Li C, Zhang H, Li Y. *Microband-induced plasticity in a Nb content Fe–28Mn–10Al–C low density steel*. **Metals**. 11(2), 345, 2021.
- [4] Park B H, Kim C W, Lee K W, Park J U, Park S J, Hong H U. *Role of Nb addition on microstructural stability and deformation behaviors of Fe-Mn-Al-C lightweight steels at 400 °C*. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**. 52(9), 4191–4205, 2021.
- [5] Khaple S, Prakash U, Golla B R, Satya P V. *Effect of niobium addition on microstructure and mechanical properties of Fe–7Al–0.35C low-density steel*. **Metallography, Microstructure, and Analysis**. 9(2), 127–139, 2020.
- [6] Zhou N, Song R, Song R, Li X, Li J. *Influence of Nb addition on microstructure and mechanical properties of medium-Mn low-density steels*. **Steel Research International**. 89(8), 2018.
- [7] Xing J, Wei Y, Hou L. *An overview of the effects of alloying elements on the properties of lightweight Fe-(15–35) Mn-(5–12) Al-(0.3–1.2) C steel*. **JOM**. 70, 929–937, 2018.
- [8] Galán J, Samek L, Verleysen P, Verbeken K, Houbaert Y. *Advanced high strength steels for automotive industry*. **Revista de Metalurgia**. 48(2), 118, 2012.
- [9] Keeler S, Kimchi M. *Advanced high-strength steels application guidelines V5*. **World Auto Steel**. 2015.
- [10] Jeon W S, Sharma A, Jung J P. *Liquid metal embrittlement of galvanized TRIP steels in resistance spot welding*. **Metals**. 10(6), 787, 2020.
- [11] Soleimani M, Kalhor A, Mirzadeh H. *Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review*. **Materials Science and Engineering: A**. 795, 140023, 2020.
- [12] Castillo A C, Rivera J J, Azpeitia M O, Rivera J L. *Desarrollo de un acero de medio Mn con adiciones de B y V para aplicaciones automotrices*. **Memorias del XXV Congreso Internacional Anual de la SOMIM**. 2019.
- [13] Rana R, Liu C, Ray R K. *Low-density low-carbon Fe–Al ferritic steels*. **Scripta Materialia**. 68(6), 354–359, 2013.



- [14] Rana R, Liu C. *Thermoelectric power in low-density interstitial-free iron-aluminium alloys*. **Philosophical Magazine Letters**. 93(9), 502–511, 2013.
- [15] Lilly A C, Deevi S C, Gibbs Z P. *Electrical properties of iron aluminides*. **Materials Science and Engineering: A**. 258(1–2), 42–49, 1998.
- [16] Frommeyer G, Drewes E J, Engl B. *Physical and mechanical properties of iron-aluminium-(Mn, Si) lightweight steels*. **Metallurgical Research y Technology**. 97(10), 1245–1253, 2000.
- [17] Kim Y G, Han J M, Lee J S. *Composition and temperature dependence of tensile properties of austenitic Fe-Mn-Al-C alloys*. **Materials Science and Engineering: A**. 114, 51–59, 1989.
- [18] Park S, Choi C, Kim B, Kim J. *Landslide susceptibility mapping using frequency ratio, analytic hierarchy process, logistic regression, and artificial neural network methods at the Inje area, Korea*. **Environmental Earth Sciences**. 68, 1443–1464, 2013.
- [19] Rana R, Lahaye C, Ray R K. *Overview of lightweight ferrous materials: strategies and promises*. **JOM**. 66, 1734–1746, 2014.
- [20] Rana R, Liu C. *Effects of ceramic particles and composition on elastic modulus of low-density steels for automotive applications*. **Canadian Metallurgical Quarterly**. 53(3), 300–316, 2014.
- [21] Frommeyer G, Brück U. *Microstructures and mechanical properties of high-strength Fe-Mn-Al-C light-weight TRIPLEX steels*. **Steel Research International**. 77(9–10), 627–633, 2006.
- [22] Tjong S C. *Electron microscope observations of phase decompositions in an austenitic Fe-8.7 Al-29.7 Mn-1.04 C alloy*. **Materials Characterization**. 24(3), 275–292, 1990.
- [23] Choo W K, Kim J H, Yoon J C. *Microstructural change in austenitic Fe-30.0 wt% Mn-7.8 wt% Al-1.3 wt% C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties*. **Acta Materialia**. 45(12), 4877–4885, 1997.
- [24] Bartlett L, Van Aken D. *High manganese and aluminum steels for the military and transportation industry*. **JOM**. 66, 1770–1784, 2014.
- [25] Rana R, Liu C, Ray R K. *Evolution of microstructure and mechanical properties during thermomechanical processing of a low-density multiphase steel for automotive application*. **Acta Materialia**. 75, 227–245, 2014.
- [26] Hu S, Zheng Z, Yang W, Yang H. *Fe-Mn-C-Al low-density steel for structural materials: a review of alloying, heat treatment, microstructure, and mechanical properties*. **Steel Research International**. 93(9), 2200191, 2022.
- [27] Lee J, Sohn S S, Hong S, Suh B C, Kim S K, Lee B J, Kim N J, Lee S. *Effects of Mn addition on tensile and charpy impact properties in austenitic Fe-Mn-C-Al-based steels for*



*cryogenic applications*. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**. 45(12), 5419–5430, 2014.

[28] Chen J, Ren J, Liu Z. *Deformation microstructures as well as strengthening and toughening mechanisms of low-density high Mn steels for cryogenic applications*. **Journal of Materials Research and Technology**. 13, 947–961, 2021.

[29] Raabe D, Springer H, Gutiérrez U I, Roters F, Bausch M, Seol J B, Koyama M, Choi P P, Tsuzaki K. *Alloy design, combinatorial synthesis, and microstructure–property relations for low-density Fe-Mn-Al-C austenitic steels*. **JOM**. 66, 1845–1856, 2014.

[30] Park S J, Hwang B, Lee K H, Lee T H, Suh D W, Han H N. *Microstructure and tensile behavior of duplex low-density steel containing 5 mass% aluminum*. **Scripta Materialia**. 68(6), 365–369, 2013.

[31] Liu D, Cai M, Ding H, Han D. *Control of inter/intra-granular  $\kappa$ -carbides and its influence on overall mechanical properties of a Fe-11Mn-10Al-1.25 C low density steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 715, 25–32, 2018.

[32] Zambrano O A. *A general perspective of Fe–Mn–Al–C steels*. **Journal of Materials Science**. 53(20), 14003–14062, 2018.

[33] Sohrabizadeh M A, Mazaheri Y, Sheikhi M. *The effects of age hardening on tribological behavior of lightweight Fe-Mn-Al-C steel*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 30, 4629–4640, 2021.

[34] Chen S L. *Effects of Al content on microstructure and properties of Fe-Cr wear-resisting alloy steels*. **Foundry**. 67(8), 673–677, 2018.

[35] Chen S, Rana R, Haldar A, Ray R K. *Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels*. **Progress in Materials Science**. 89, 345–391, 2017.

[36] Garcia J C, Rosas N, Rioja R J. *Development of oxidation resistant Fe–Mn–Al alloys*. **Metal Progress**. 122(3), 47–50, 1982.

[37] Acelrad O, Kalashnikov I S, Silva E M, Khadyev M S, Simao R A. *Diagram of phase transformations in the austenite of hardened alloy Fe-28% Mn-8.5% Al-1% C-1.25% Si as a result of aging due to isothermal heating*. **Metal Science and Heat Treatment**. 48(11–12), 543–553, 2006.

[38] Bartlett L, Van Aken D. *High manganese and aluminum steels for the military and transportation industry*. **JOM**. 66, 1770–1784, 2014.

[39] Chao C Y, Hwang L K, Liu T F. *Spinodal decomposition in Fe-9. 0Al-30. 5Mn-xC alloys*. **Scripta Metallurgica et Materialia**. 29(5), 647-650, 1993.

[40] Han K H, Choo W K. *Phase decomposition of rapidly solidified Fe-Mn-Al-C austenitic alloys*. **Metallurgical Transactions A**. 20, 205–214, 1989.



- [41] You R K, Kao P W, Gan D. *Mechanical properties of Fe-30Mn-10Al-1C-1Si alloy*. **Materials Science and Engineering: A**. 117, 141–148, 1989.
- [42] López C V. *Efecto del calor de entrada en las propiedades mecánicas y metalúrgicas de soldaduras de aceros avanzados de alta resistencia de plasticidad inducida por transformación TRIP unidos por el proceso GMAW para la industria automotriz*. **Tesis Doctoral**. Universidad Autónoma de Nuevo León. 2013.
- [43] Li Z, Wang Y, Cheng X, Li Z, Du J, Li S. *The effect of Ti–Mo–Nb on the microstructures and tensile properties of a Fe–Mn–Al–C austenitic steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 780, 139220, 2020.
- [44] Seo S W. *First principles calculations on thermodynamic properties and magnetism of  $\kappa$ -carbide and Monte-Carlo cell gas model*. **PhD, GIFT, Pohang University of Science and Technology, South Korea**. 2010.
- [45] Chen P, Zhang F, Zhang Q C, Du J H, Shi F, Li XW. *Precipitation behavior of  $\kappa$ -carbides and its relationship with mechanical properties of Fe–Mn–Al–C lightweight austenitic steel*. **Journal of Materials Research and Technology**. 25, 3780–3788, 2023.
- [46] Kim S H, Kim H, Kim N J. *Brittle intermetallic compound makes ultrastrong low-density steel with large ductility*. **Nature**. 518(7537), 77–79, 2015.
- [47] Mortensen A, Llorca J. *Metal matrix composites*. **Annual Review of Materials Research**. 40, 243–270, 2010.
- [48] Chao C Y, Hwang C N, Liu T F. *Grain boundary precipitation behaviors in an Fe-9.8Al-28.6Mn-0.8Si-1.0C alloy*. **Scripta Materialia**. 34(1), 75–81, 1996.
- [49] Sutou Y, Kamiya N, Umino R, Ohnuma I, Ishida K. *High-strength Fe–20Mn–Al–C-based alloys with low density*. **ISIJ International**. 50(6), 893–899, 2010.
- [50] Sundman B, Ohnuma I, Dupin N, Kattner U R, Fries S G. *An assessment of the entire Al–Fe system including D03 ordering*. **Acta Materialia**. 57(10), 2896–2908, 2009.
- [51] Xie Z, Hui W, Zhang Y, Zhao X. *Effect of Cu and solid solution temperature on microstructure and mechanical properties of Fe-Mn-Al-C low-density steels*. **Journal of Materials Research and Technology**. 18, 1307–1321, 2022.
- [52] Pierce D T, Field D M, Limmer K R, Muth T, Sebeck K M. *Hot deformation behavior of an industrially cast large grained low density austenitic steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 825, 141785, 2021.
- [53] Chang K M, Chao C G, Liu T F. *Excellent combination of strength and ductility in an Fe–9Al–28Mn–1.8 C alloy*. **Scripta Materialia**. 63(2), 162–165, 2010.



- [54] Kim M S, Kang Y B. *Development of thermodynamic database for high Mn–high Al steels: Phase equilibria in the Fe–Mn–Al–C system by experiment and thermodynamic modeling.* **Calphad.** 51, 89–103, 2015.
- [55] Gao J, Yang A, Chen Y, Kirkland J P, Lou J, Sun N X, Vittoria C, Harris V G. *The effect of boron addition on the atomic structure and microwave magnetic properties of FeGaB thin films.* **Journal of Applied Physics.** 105(7), 10-14 2009.
- [56] Yi C, Quanlin L, Xiaolong C, Fen H, Jingkui L. *The ternary system neodymium-cobalt-boron.* **Journal of Alloys and Compounds.** 288, 170-172, 1999.
- [57] Moon J, Park S J. *Microstructure and mechanical property in the weld heat-affected zone of V-added austenitic Fe-Mn-Al-C low density steels.* **Journal of Welding and Joining.** 33(5), 31-34, 2015.
- [58] Liscic B, Tensi H M, Canale L C, Totten G E. *Quenching Theory and Technology.* **CRC Press.** 2010.
- [59] Salas A E, Mejía I, Bedolla J A, Boulaajaj A, Calvo J, Cabrera J M. *Hot ductility behavior of high-Mn austenitic Fe–22Mn–1.5 Al–1.5 Si–0.45 C TWIP steels microalloyed with Ti and V.* **Materials Science and Engineering: A.** 611, 77–89, 2014.
- [60] Bigelow L K, Flemings M C. *Sulfide inclusions in steel.* **Metallurgical Transactions B.** 6, 275–283, 1975.
- [61] Wang F, Wang S, Chen B, Ma W, Jing Q, Zhang X, Ma M, Wang Q, Liu R. *Effect of Ti addition on the mechanical properties and microstructure of novel Al-rich low-density multi-principal-element alloys.* **Journal of Alloys and Compounds.** 891, 162028, 2022.
- [62] Ren X, Li Y, Qi Y, Wang C. *Effect of micro-alloyed/alloyed elements on microstructure and properties of Fe-Mn-Al-C lightweight steel.* **Metals.** 12(4), 695, 2022.
- [63] Honeycombe W K, Robert W K. *The plastic deformation of metals.* **2nd ed. E. Arnold.** 1984.
- [64] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and related annealing phenomena.* **Elsevier.** 2012.
- [65] McQueen H J, Jonas J J. *Recovery and recrystallization during high temperature deformation.* **Treatise on Materials Science & Technology.** 6, 393–493, 1975.
- [66] Gottstein G. *Physical Foundations of Materials Science.* **Berlin; Springer.** 2004.
- [67] Varela Castro G. *Efecto de los contenidos de C, Si y Mn en el comportamiento a fluencia en caliente de aceros de construcción al carbono. Aplicación a la obtención de productos largos laminados.* **Tesis Doctoral.** Universidad Politécnica de Catalunya, España. 2013.
- [68] Semiatin S L. *Fundamentals of Modeling for Metals Processing.* **ASM International.** 2009.



- [69] Jonas J J. *Dynamic recrystallization—scientific curiosity or industrial tool?*. **Materials Science and Engineering: A**. 184(2), 155–165, 1994.
- [70] Jonas J J, Weiss I. *Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels*. **Metal Science**. 13(3–4), 238–245, 1979.
- [71] Le B A, Rofes V J, Rossard C. *Recrystallization and precipitation during hot working of a Nb-bearing HSLA steel*. **Metal Science**. 9(1), 36–40, 1975.
- [72] Garcia J C, Rosas N, Rioja R J. *Development of oxidation resistant Fe-Mn-Al alloys*. **Met. Prog.** 122(3), 47–50, 1982.
- [73] Ding H, Liu D, Cai M, Zhang Y. *Austenite-based Fe-Mn-Al-C lightweight steels: research and prospective*. **Metals**. 12(10), 1572, 2022.
- [74] Ko K K, Bae H J, Park E H, Jeong H U, Park H S, Jeong J S, Kim J G, Sung H, Park N, Seol J B. *A feasible route to produce 1.1 GPa ferritic-based low-Mn lightweight steels with ductility of 47%*. **Journal of Materials Science & Technology**. 117, 225–237, 2022.
- [75] Zargarán A, Kim H S, Kwak J H, Kim N J. *Effects of Nb and C additions on the microstructure and tensile properties of lightweight ferritic Fe–8Al–5Mn alloy*. **Scripta Materialia**. 89, 37–40, 2014.
- [76] Huang H, Yang G, Zhao G, Mao X, Gan X, Yin Q, Yi H. *Effect of Nb on the microstructure and properties of Ti-Mo microalloyed high-strength ferritic steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 36, 148–155, 2018.
- [77] Song W, Zhang W, von Appen J, Dronskowski R, Bleck W.  *$\kappa$ -phase formation in Fe–Mn–Al–C austenitic steels*. **Steel Research International**. 86(10), 1161–1169, 2015.
- [78] Cheng W C, Cheng C Y, Hsu C W, Laughlin D E. *Phase transformation of the L12 phase to kappa-carbide after spinodal decomposition and ordering in an Fe–C–Mn–Al austenitic steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 642, 128–135, 2015.
- [79] Howell R A, Van Aken D C. *A literature review of age hardening Fe-Mn-Al-C alloys*. **Association for Iron & Steel Technology (AIST)**. 6(4), 193–212, 2009.
- [80] Lee K, Park S J, Moon J, Kang J Y, Lee T H, Han H N.  *$\beta$ -Mn formation and aging effect on the fracture behavior of high-Mn low-density steels*. **Scripta Materialia**. 124, 193–197, 2016.
- [81] Gutierrez U I. *Low density Fe-Mn-Al-C Steels: Phase structures, mechanisms and properties*. **ISIJ International**. 61(1), 16–25, 2021.
- [82] Bai S, Chen Y, Liu X, Lu H, Bai P, Li D, Huang Z, Li J. *Research status and development prospect of Fe–Mn–C–Al system low-density steels*. **Journal of Materials Research and Technology**. 25, 1537–1559, 2023.



- [83] Yao M J, Welsch E, Ponge D, Haghighat S M, Sandlöbes S, Choi P, Herbig M, Bleskov I, Hickel T, Lipinska C M. *Strengthening and strain hardening mechanisms in a precipitation-hardened high-Mn lightweight steel*. **Acta Materialia**. 140, 258–273, 2017.
- [84] Kim Y G, Park Y S, Han J K. *Low temperature mechanical behavior of microalloyed and controlled-rolled Fe-Mn-Al-CX alloys*. **Metallurgical Transactions A**. 16, 1689–1693, 1985.
- [85] Moon J, Park S J, Lee C, Han H N, Lee T H, Lee C H. *Microstructure evolution and age-hardening behavior of microalloyed austenitic Fe-30Mn-9Al-0.9C light-weight steels*. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**. 48(10), 4500–4510, 2017.
- [86] Sozańska J L, Borek W, Mazurkiewicz J. *Mechanisms of plastic deformation in light high-manganese steel of TRIPLEX type*. **Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences**. 69(5), 137412, 2021.
- [87] Zhao T, Rong S, Hao X, Wang Y, Chen C, Wang T. *Effect of Nb-V microalloying on hot deformation characteristics and microstructures of Fe-Mn-Al-C austenitic steel*. **Materials Characterization**. 183, 111595, 2022.
- [88] ASTM, E112-96. *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. ASTM International. West Conshohocken, PA, USA. 2004.
- [89] Acelrad O, Kalashnikov I S, Silva E M, Khadyev M S, Simao R A. *Diagram of phase transformations in the austenite of hardened alloy Fe-28% Mn-8.5% Al-1% C-1.25% Si as a result of aging due to isothermal heating*. **Metal Science and Heat Treatment**. 48(11-12), 543-553, 2006.
- [90] Huang Z Y, Hou A L, Jiang Y S, Wang P, Shi Q, Hou Q Y, Liu X H. *Rietveld refinement, microstructure, mechanical properties and oxidation characteristics of Fe-28Mn-xAl-1C (x= 10 and 12 wt.%) low-density steels*. **Journal of Iron and Steel Research International**. 24(12), 1190-1198, 2017.
- [91] ASTM, E384. *Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*. West Conshohocken. ASTM International, USA. 2011.
- [92] Na J K, Middendorf J, Lander M, Waller J M, Rauser R W. *Nondestructive evaluation of programmed defects in Ti-6Al-4V L-PBF ASTM E8-compliant dog-bone samples*. **Structural Integrity of Additive Manufactured Parts**. 206–233, 2020.
- [93] Li D, Qian L, Wei C, Liu S, Zhang F, Meng J. *The tensile properties and microstructure evolution of cold-rolled Fe-Mn-C TWIP steels with different carbon contents*. **Materials Science and Engineering: A**. 839, 142862, 2022.
- [94] Li Z, Wang Y, Cheng X, Li Z, Du J, Li S. *The effect of Ti-Mo-Nb on the microstructures and tensile properties of a Fe-Mn-Al-C austenitic steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 780, 139220, 2020.



- [95] Ma T, Gao J, Li H, Li C, Zhang H, Li Y. *Microband-induced plasticity in a Nb content Fe–28Mn–10Al–C low density steel*. **Metals**. 11(2), 1–15, 2021.
- [96] Zeng Z, Reddy K M, Song S, Wang J, Wang L, Wang X. *Microstructure and mechanical properties of Nb and Ti microalloyed lightweight  $\delta$ -TRIP steel*. **Materials Characterization**. 164, 110324, 2020.
- [97] Zargarán A, Kim H S, Kwak J H, Kim N J. *Effects of Nb and C additions on the microstructure and tensile properties of lightweight ferritic Fe-8Al-5Mn alloy*. **Scripta Materialia**. 89, 37–40, 2014.
- [98] Zhao T, Rong S, Hao X, Wang Y, Chen C, Wang T. *Effect of Nb-V microalloying on hot deformation characteristics and microstructures of Fe-Mn-Al-C austenitic steel*. **Materials Characterization**. 183, 111595, 2022.
- [99] Bhattacharyya M, Langelier B, Zurob H S. *Effect of solute Nb on grain growth in Fe- 30 pct Mn steel*. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**. 50(8), 3674–3682, 2019.
- [100] Bai Y, Jiao D, Li J, Yang Z. *Effect of Nb content on the stacking fault energy, microstructure and mechanical properties of Fe-25Mn-9Al-8Ni-1C alloy*. **Materials Today Communications**. 31, 103554, 2022.
- [101] Moon J, Park S J. *An investigation on the microstructure evolution and tensile property in the weld heat-affected zone of austenitic Fe-Mn-Al-C lightweight steels*. **Journal of Welding and Joining**. 35(1), 9–15, 2017.
- [102] Liu D, Ding H, Han D, Cai M, Lee Y K. *Microstructural evolution and tensile properties of Fe–11Mn–10Al–1.2C medium-Mn lightweight steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 797, 140256, 2020.
- [103] Hwang J H, Trang T T, Lee O, Park G, Zargarán A, Kim N J. *Improvement of strength – ductility balance of B2-strengthened lightweight steel*. **Acta Materialia**. 191, 1–12, 2020.
- [104] Frommeyer G, Brüx U. *Microstructures and mechanical properties of high-strength Fe-Mn-Al-C light-weight TRIPLEX steels*. **Steel Research International**. 77(9–10), 627–633, 2006.
- [105] Zargarán A, Kim H S, Kwak J H, Kim N J. *Effects of Nb and C additions on the microstructure and tensile properties of lightweight ferritic Fe–8Al–5Mn alloy*. **Scripta Materialia**. 89, 37–40, 2014.
- [106] Zeng Z, Reddy K M, Song S, Wang J, Wang L, Wang X. *Microstructure and mechanical properties of Nb and Ti microalloyed lightweight  $\delta$ -TRIP steel*. **Materials Characterization**. 164, 110324, 2020.

## PRODUCTOS ACADÉMICOS

1. International Materials Research Congress, IMRC- 2023, Advanced Structural Materials: Mechanics, Properties and Applications, Poster, Metallographic, structural and mechanical characterization of a low-density austenitic Fe–Mn–Al–C steel microalloyed with Nb in hot-rolling condition.



### METALLOGRAPHIC, STRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF A LOW-DENSITY AUSTENITIC Fe-Mn-Al-C STEEL MICROALLOYED WITH Nb IN HOT-ROLLING CONDITION



N.I. Ramos-Fabián<sup>1</sup>, I. Mejía<sup>2</sup>, M. García-Domínguez<sup>1</sup>, A. Bedolla-Jacuinde<sup>2</sup>

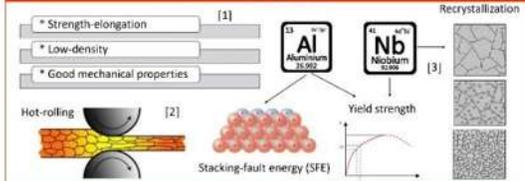
<sup>1</sup>Department of Mechanical Metallurgy, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México.

<sup>2</sup>Department of Foundry, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México.

#### ABSTRACT

Low-density (LD) austenitic Fe-Mn-Al-C steels have a high strength-elongation relationship, with an excellent combination of mechanical and physical properties. These steels exhibit ultimate tensile strength up to 1200 MPa, yield strength of 1000 MPa, total elongation greater than 30%, good fatigue performance and high temperature oxidation resistance, as well as considerable work hardenability and good wear resistance. However, the presence of second-phases such as  $\kappa$ -carbide, B2 and DO3 are present, which are important for the improvement of strength, but these phases tend to the ductility. On the other hand, the few reports of Nb as a microalloying element in LD austenitic steels indicate grain refinement, solid solution and precipitation hardening, and inhibition of recrystallized grain growth during hot deformation. The main objective of the present research work is to determine the effect of Nb addition as microalloying element on the microstructure and mechanical properties of a low-density austenitic steel of the Fe-Mn-Al-C system in hot-rolling condition. For this purpose, initially Fe-27Mn-8.5Al-1C and Fe-27Mn-8.5Al-1C-0.25Nb LD steels were melted in a vacuum induction furnace, then hot-rolled at 1150 °C in five stages achieving an area reduction of 160%. Light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM-EDS), X-ray diffraction (XRD) and electron backscattering diffraction (EBSD) metallographic and structural characterization were used. Also, Vickers microhardness tests were used for the mechanical characterization. In general, the LD steel microalloyed with Nb showed higher dynamic recrystallization, as well as the presence of NbC precipitates with austenite average grain size of 24  $\mu\text{m}$ , and microhardness of 377.5 HV. EBSD results indicate that recrystallized grains do not show preferential orientation in both non and Nb-microalloyed LD steels. On the other hand, XRD results show that austenite does not present phase transformation during hot-rolling.

#### INTRODUCTION



#### EXPERIMENTAL PROCEDURE

Table 1. Chemical composition of low-density steels (wt %)

	Fe	Mn	Al	C	Nb	S	P	N
LDA-REF	Bal.	27	8.5	1	---	0.002	0.012	0.004
LDA-Nb	Bal.	27	8.5	1	0.25	0.002	0.012	0.004

Figure 1. Melting, homogenizing and hot-rolling.



Figure 2. Thermomechanical cycle of hot-rolling in five stages.

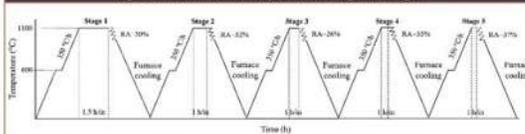


Figure 3. Metallographic, structural and mechanical characterization techniques.



#### RESULTS

Figure 4. LOM micrographs, grain size and microhardness.

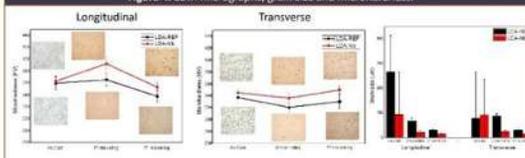


Figure 5. SEM micrographs in hot-rolling condition.

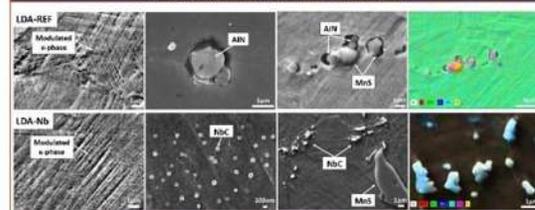


Figure 6. EBSD maps in hot-rolling condition of studied LD steels.

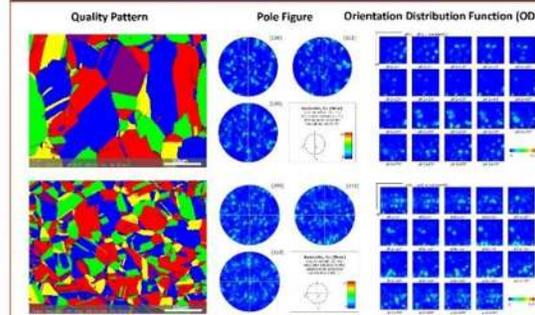
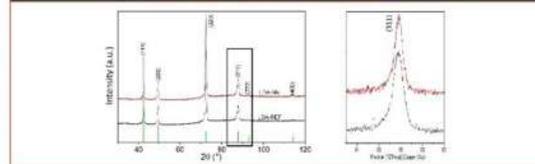


Figure 7. Diffraction patterns of the third and fifth hot-rolling stages.



#### CONCLUSIONS

- Hot-rolled austenitic low-density steels show dynamically recrystallized grains. LD steel microalloyed with Nb exhibits a higher degree of dynamic recrystallization.
- The LD steel microalloyed with Nb shows a smaller grain size (22  $\mu\text{m}$ ) compared to the non-microalloyed LD steel (58  $\mu\text{m}$ ).
- The LD steel microalloyed with Nb shows a higher microhardness (390 HV) compared to the non-microalloyed LD steel (355 HV).
- The higher grain refinement and hardening in the LD steel microalloyed with Nb is associated with the presence of NbC and modulated  $\kappa$ -phase.
- Hot-rolled austenitic low-density steels do not exhibit a preferred crystallographic texture.
- Hot-rolled austenitic low-density steels do not exhibit phase transformation of austenite, mainly due to its high stability at high temperatures.

#### REFERENCES

- I. Gutiérrez-Urteaga, Low density Fe-Mn-Al-C steels: phase structures, mechanisms and properties, *ISIJ International* 61(2021), 16-25. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.2020-462>
- S. Hu, Z. Zhang, W. Yang, and H. Yang, Fe-Al-C-Al Low-Density Steel for Structural Materials: A Review of Alloying, Heat Treatment, Microstructure, and Mechanical Properties, *Steel Research International* 93(2022). <https://doi.org/10.1002/srin.202200191>
- E. Swain, D. Kim, and H. Park, Deformation Induced in Nb microalloyed Fe-Mn-C-Al: Austenite induced plasticity Steel, *Journal of Materials Engineering and Performance* 28 (2017) 4500-4507. <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2898-4>

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. The present research project was also supported by the Coordinación de la Investigación Científica-UMSNH (Mexico). The studies of Netza Ramos were sponsored by the National Council on Science and Technology (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología-México), CVU 1179736.



2.- Ramos-Fabián, N.I., Mejía, I., García-Domínguez, M. Bedolla-Jacuinde, A. Metallographic, structural and mechanical characterization of a low-density austenitic Fe–Mn–Al–C steel microalloyed with Nb in hot-rolling condition. *MRS Advances* (2023). <https://doi.org/10.1557/s43580-023-00710-2>.



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

ORIGINAL PAPER



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

N. I. Ramos-Fabián<sup>1</sup> · I. Mejía<sup>1</sup> · M. García-Domínguez<sup>1</sup> · A. Bedolla-Jacuinde<sup>1</sup>

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

### Abstract

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

### Introduction

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

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

### Materials and methods

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

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

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