



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

Instituto de Investigaciones Metalúrgicas

“EL PAPEL DEL NIOBIO EN LAS PROPIEDADES
MECANICAS Y LA ESTRUCTURA DE UN ACERO
DOBLE FASE (Dual-Phase Steel)”

TESIS

PARA OBTENER EL TITULO DE;

MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS
DE LOS MATERIALES

QUE PRESENTA;

ING. GUSTAVO CALDERÓN BEDOLLA.

ASESOR: Ph.D. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE.

AGOSTO 2008



ÍNDICE.

| | Paginas |
|---|---------|
| CAPÍTULO I | 7 |
| 1.1. INTRODUCCIÓN. | 7 |
| 1.2. JUSTIFICACIÓN. | 9 |
| 1.3. HIPÓTESIS. | 9 |
| CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA..... | 10 |
| 2.1. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO EN LOS ACEROS DOBLE FASE. | 10 |
| 2.1.1. <i>ENDURECIMIENTO POR SOLUCIÓN SÓLIDA.</i> | 10 |
| 2.1.1.1. ATMÓSFERAS DE COTTREL. | 11 |
| 2.1.1.2. DILATACIÓN DESAJUSTADA O ENERGÍA DE INTERACCIÓN ELÁSTICA DESAJUSTADA. | 12 |
| 2.1.1.3. INTERACCIÓN DE ÁTOMOS DE SOLUTO CON DISLOCACIONES. | 12 |
| 2.1.2. <i>ENDURECIMIENTO POR DISPERSIÓN (PRECIPITACIÓN).</i> | 13 |
| 2.1.3. <i>ENDURECIMIENTO POR REFINAMIENTO DE GRANO.</i> | 16 |
| 2.1.3.1 INHIBICIÓN DEL CRECIMIENTO DEL GRANO. | 17 |
| 2.1.4. <i>ENDURECIMIENTO POR REACCIÓN MARTENSÍTICA.</i> | 20 |
| 2.1.4.1. RELACIÓN PROPIEDAD Y ESTRUCTURA MARTENSÍTICA. | 22 |
| 2.1.4.2. TEMPLE. | 23 |
| 2.1.4.3. MECANISMOS DEL TEMPLE. | 23 |
| 2.1.4.4. CLASIFICACIÓN DE MARTENSITAS DE ACUERDO AL CONTENIDO DE CARBONO. | 24 |
| 2.1.4.5. RESISTENCIA DE LA MARTENSITA. | 25 |
| 2.2. TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO. | 25 |
| 2.2.1. <i>RECALENTAMIENTO HASTA EL RANGO AUSTENÍTICO.</i> | 25 |
| 2.2.2. <i>LAMINACIÓN CONTROLADA.</i> | 26 |
| 2.2.3. <i>RECUPERACIÓN Y RECRISTALIZACIÓN.</i> | 31 |
| 2.3. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO (TTI)..... | 32 |
| 2.3.1. <i>FORMACIÓN DE LA AUSTENITA DURANTE EL TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO.</i> | 34 |
| 2.3.2. <i>CAMBIOS DE LA FASE FERRÍTICA DURANTE EL TEMPLE.</i> | 35 |
| 2.4. INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA. | 35 |
| 2.4.1. <i>NIOBIO.</i> | 36 |
| 2.4.2. <i>EL NIOBIO Y EL ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN.</i> | 36 |
| 2.5. FORMACIÓN DE FINOS PRECIPITADOS EN LOS ACEROS DOBLE FASE (ADF) EN EL TTI. | 37 |
| 2.5.1. <i>SOLUBILIDAD Y COMPOSICIÓN DE LOS CARBONITRUIROS.</i> | 38 |
| 2.5.2. <i>PRECIPITACIÓN DURANTE LA DESCOMPOSICIÓN DE LA AUSTENITA.</i> | 40 |
| 2.5.3. <i>EFEECTO DEL NIOBIO SOBRE LA RECRISTALIZACIÓN.</i> | 40 |
| 2.5.4. <i>EFEECTO DEL NIOBIO SOBRE LA LÍNEA Ac_3.</i> | 41 |
| 2.5.5. <i>EL EFECTO DEL Nb SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO.</i> | 43 |
| 2.6. OTROS ELEMENTOS EN EL ACERO DF. | 43 |
| 2.6.1. <i>CARBONO.</i> | 44 |
| 2.6.2. <i>MANGANESO.</i> | 44 |
| 2.6.2.1. EFECTO DEL MANGANESO SOBRE LA TEMPERATURA DE TRANSFORMACIÓN DE LA AUSTENITA. | 45 |
| 2.6.2.2. EL MANGANESO Y RECRISTALIZACIÓN DE LA AUSTENITA. | 46 |
| 2.6.2.3. EL MANGANESO Y LA SEGREGACIÓN. | 46 |
| 2.6.3. <i>CROMO.</i> | 46 |
| 2.6.4. <i>MOLIBDENO.</i> | 46 |
| 2.6.5. <i>SILICIO.</i> | 47 |
| 2.6.6. <i>FÓSFORO.</i> | 48 |
| 2.6.7. <i>AZUFRE.</i> | 48 |
| 2.6.8. <i>ALUMINIO.</i> | 48 |

| | |
|--|------------|
| CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL. | 49 |
| 3.1. BALANCE DE CARGA. | 50 |
| 3.2. PROCESO DE FABRICACIÓN DEL ACERO. | 55 |
| 3.3. TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO (TTM). | 58 |
| 3.4. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PROVENIENTES DEL TTM PARA EL ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ÓPTICA. | 61 |
| 3.5. ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ÓPTICA (MO) EN LA ETAPA DEL TTM. | 62 |
| 3.6. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET) EN LA ETAPA DEL TTM. | 62 |
| 3.7. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB) EN LA ETAPA DEL TTM. | 62 |
| 3.8. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO (TTI). | 63 |
| 3.9. MICROSCOPIA ÓPTICA EN LA ETAPA DEL TTI. | 64 |
| 3.10. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN. | 65 |
| 3.11. ENSAYO MECÁNICO DE DUREZA. | 65 |
| 3.12. ENSAYO DE TENSIÓN. | 66 |
| 3.13. MICROSCOPIA ÓPTICA PARA EL ANÁLISIS DE LA FRACTURA. | 69 |
| 3.14. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO PARA EL ANÁLISIS DE LA FRACTURA. | 69 |
| CAPÍTULO IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS. | 70 |
| 4.1. PROCESO DE FUNDICIÓN. | 70 |
| 4.2. CARACTERIZACIÓN POSTERIOR AL TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO. | 70 |
| 4.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA TRANSMISIÓN EN LA ETAPA DEL TTM. | 79 |
| 4.4. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO. | 80 |
| 4.5. MEDICIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO DESPUÉS DEL TTI. | 90 |
| 4.6. ENSAYO DE DUREZA EN LA ETAPA DEL TTM. | 92 |
| 4.7. ENSAYO DE DUREZA EN LA ETAPA DEL TTI. | 93 |
| 4.8. ENSAYOS DE TENSIÓN. | 95 |
| 4.9. MICROSCOPIA ÓPTICA DE LA FRACTURA. | 102 |
| 4.10. MICROSCOPIA ÓPTICA DE BARRIDO. | 106 |
| CAPÍTULO V. CONCLUSIONES. | 112 |
| CAPÍTULO VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS. | 116 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | Paginas |
|--|----------------|
| Figura 2.1. Efecto del endurecimiento por solución sólida en la ferrita debido a la presencia de C, Cr, N, H, Si, Mn, Mo, de los cuales el C, N, H funcionan como elementos intersticiales y el Si, Mn, Mo, Ni como sustitucionales ^[2,13] | 11 |
| Figura 2.2. Dependencia del endurecimiento por precipitación del tamaño (x) y la fracción de precipitados (f) de acuerdo con el modelo Shabi-Orowan, comparada con observaciones experimentales ^[17] | 14 |
| Figura 2.3. "Modelo de Orowan" una dislocación encuentra una partícula de segunda fase indeformable y estas generan anillos como mecanismo de liberación, logrando con esto un elevado esfuerzo y conduciendo al efecto conocido como anillos de Orowan ^[2] | 15 |
| Figura 2.4. Corte de las partículas debido al avance de las dislocaciones a través de las partículas de segundas fases. La partícula de segunda fase llega a ser deformada y el área interfacial partícula matriz es incrementada ^[13] | 16 |
| Figura 2.5. Relación entre el tamaño de grano y la resistencia a la cedencia inferior ^[17] | 17 |

| | |
|---|----|
| Figura 2.6. Efecto del Nb, Ti y V sobre el tamaño de grano de la austenita en aceros con tratamiento termomecánico y normalizados ^[17] | 17 |
| Figura 2.7. “Modelo de Zener” Partícula anclada por efecto del anclamiento de las segundas fases. ^[14] | 18 |
| Figura 2.8. Representación de la dureza y esfuerzo de cedencia alcanzada en los aceros de acuerdo al contenido de carbono y medio de enfriamiento ^[2] | 20 |
| Figura 2.9. Cambio de las líneas de referencia para un cristal sometido a transformación martensítica mostrando la distorsión a través del plano de la interfase ^[2] | 21 |
| Figura 2.10. a) Efecto de la rotación en una estructura cúbica producto de la transformación martensítica, las x muestran las posiciones de los átomos intersticiales en la estructura cúbica y en la rotación de esta. b) Representación de las celdas cúbica FCC y la celda tetragonal representativa de la martensita ^[2] | 21 |
| Figura 2.11. Clasificación de las estructuras martensíticas de acuerdo al contenido de carbono en el diagrama Fe-C. | 24 |
| Figura 2.12. Influencia de la temperatura de recalentamiento sobre el tamaño de grano de la austenita ^[17] | 26 |
| Figura 2.13. Esquema tiempo-temperatura de la historia del procesamiento para un grano muy fino de ferrita en la estructura de un acero HSLA ^[27] | 27 |
| Figura 2.14. Efecto del Nb disuelto y la temperatura de deformación crítica requerida para una recristalización completa ^[17] | 28 |
| Figura 2.15. Deformación crítica para el refinamiento de grano recristalizado ^[17] | 29 |
| Figura 2.16. Deformación crítica para la recristalización de la austenita ⁽⁶⁾ | 29 |
| Figura 2.17. Evolución del tamaño de grano de la austenita con Nb durante la deformación multipasos con deformaciones equivalentes de 0.1 y 0.2 ^[17] | 30 |
| Figura 2.18. Esquema de los procesos de recuperación y recristalización en el tratamiento termomecánico a elevadas temperaturas ^[32] | 32 |
| Figura 2.19. Representación esquemática del tratamiento térmico intercrítico (TTI) en una porción del diagrama Fe-C y en un diagrama tiempo-temperatura ^[33] | 33 |
| Figura 2.20. Diagrama Fe-C para un acero con 1.5% de Mn mostrado en el rango bifásico para el TTI donde Co es el porcentaje de ferrita y austenita estipulado para un porcentaje de carbono ^[2] | 33 |
| Figura 2.21. Solubilidad del Nb en la austenita a varias temperaturas ^[17] | 39 |
| Figura 2.22. Cambio de la composición de Nb CxNy como una función del contenido de carbono y de la temperatura de precipitación ^[17] | 39 |
| Figura 2.23. Efecto de los elementos microaleantes sobre la temperatura de recristalización ^[2] | 40 |
| Figura 2.24. Efecto de la cantidad de Nb sobre la cinética de recristalización ^[17] | 41 |
| Figura 2.25. Diagramas de enfriamiento continuo que muestran el efecto del Nb sobre la temperatura de descomposición de la austenita ^[17] | 42 |
| Figura 2.26. Efecto del Mn y el Nb sobre la temperatura de transformación de la austenita ^[17] | 42 |
| Figura 2.27. Diagramas de transformación continua para un acero base con 0.01% de Nb deformados en caliente a 820 °C ^[17] | 43 |
| Figura 2.28. Tamaño del grano de ferrita en aceros al Nb-V como una función del contenido de Mn. Los aceros se redujeron un 75% por debajo de la Tr ^[17] | 45 |
| Figura 3.1. Estrategia del desarrollo experimental | 49 |

| | |
|---|----|
| Figura 3.2. Aspecto del proceso de fundición del acero DF..... | 56 |
| Figura 3.3. Aspecto del proceso de vaciado así como el de recolección de las muestras chill. | 57 |
| Figura 3.4. Esquema de la estructura generada en los lingotes del ADF proveniente de la colada. a) Lingotera. b) Estructura interna del lingote. c) Corte transversal de la estructura de un lingote ^[26,27] | 57 |
| Figura 3.5. Aspectos del proceso del tratamiento termomecánico a) Calentamiento en el horno. b) Etapa de laminación. | 58 |
| Figura 3.6. Representación esquemática del calentamiento de los lingotes en el diagrama Fe-C dentro del rango austenítico a 1000 °C para el ADF con contenido de 0.1% C que es el contenido real de C que se tiene en el ADF de éste proyecto de investigación | 59 |
| Figura 3.7. Diagrama tiempo-temperatura del tratamiento termomecánico (TTM) al que se sometió el ADF. | 60 |
| Figura 3.8. Diagrama representativo del procesamiento de los lingotes hasta la producción de las placas. | 60 |
| Figura 3.9. Representación esquemática del tratamiento térmico intercrítico en el diagrama Fe-C para un ADF con contenido de 0.1% de C..... | 63 |
| Figura 3.10. Diagrama tiempo-temperatura del tratamiento térmico intercrítico al que fue sometido el ADF..... | 64 |
| Figura 3.11. Representación de las penetraciones realizadas a una muestra para evaluar la dureza promedio de las aleaciones..... | 66 |
| Figura 3.12. Corte y preparación de las placas provenientes del tratamiento térmico intercrítico. | 67 |
| Figura 3.13. Probeta para el ensayo de tensión maquinada en base a las medidas estipuladas por la ASTM E 8M ⁽³⁾ | 67 |
| Figura 3.14. Desarrollo del proceso de ensayo mecánico. a) probeta maquinada de acuerdo a los estándares ASTM E8M. b) máquina de tensión Tinus Olsen de 30 Toneladas. c) Probeta montada en la máquina de tensión con la adaptación del extensómetro. d) Extensómetro Tinus Olsen calibrado a 2 pulgadas (La categoría C). | 68 |
| Figura 4.1. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO de las tres aleaciones en el tratamiento termomecánico. a) Aleación sin contenidos de Nb. b) Aleación con 0.1% de Nb. c) Aleación con 0.5% de Nb. | 71 |
| Figura 4.2. Análisis químico puntual realizado mediante MEB en la aleación con contenido de 0.5% de Nb..... | 75 |
| Figura 4.3. Fotomicrografías provenientes del análisis de la martensita mediante MET. | 79 |
| Figura 4.4. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO para cada un de las aleaciones sometidas a temperatura de 750 °C en el TTI. a) Aleación sin contenido de Nb. b) Aleación con adición de 0.1% de Nb. c) Aleación con adición de 0.5% de Nb..... | 81 |
| Figura 4.5. Porcentaje de martensita contra cada una de las temperaturas del TTI para las aleaciones sin contenido de Nb y con contenidos de 0.5% de Nb. | 83 |

| | |
|--|-----|
| Figura 4.6. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO de las aleaciones a temperatura de 760 °C del TTI. a) Aleación sin adición de Nb. b) Aleación con contenido de 0.1%. c) Aleación con 0.5% Nb. | 86 |
| Figura 4.7. Fotomicrografías provenientes de análisis por MO para cada una de las aleaciones a temperatura de 770 °C del TTI. a) Aleación sin adición de Nb. b) Aleación con 0.1% de Nb. c) Aleación con contenido de 0.5% de Nb. | 87 |
| Figura 4.8. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO para cada una de las aleaciones a temperatura de 780 °C del TTI a) Aleación sin contenido de Nb. b) Aleación con contenido de 0.1% de Nb. c) Aleación con contenido de 0.5% de Nb. | 88 |
| Figura 4.9. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO para cada una de las aleaciones a temperatura de 810 °C del TTI. a) Aleación sin adición de Nb. b) Aleación con adición de 0.1% de Nb. c) Aleación con 0.5% de Nb. | 89 |
| Figura 4.10. Promedios de dureza HRB contra porcentaje de Nb adicionado en el TTM. | 92 |
| Figura 4.11. Dureza HRB versus temperatura del TTI para aleaciones sin contenido de Nb y con 0.1 y 0.5% de Nb. | 94 |
| Figura 4.12. Gráfica Esfuerzo versus deformación para la probeta N° 3(C) (aleación con 0.1% de Nb a 760 °C del TTI). | 97 |
| Figura 4.13. Gráfica esfuerzo versus deformación para la probeta 10(D) (aleación con contenido de 0.1% de Nb a una temperatura de 780 °C del TTI). | 98 |
| Figura 4.14. Gráfica de esfuerzo versus deformación para la probeta 5(F) con contenido de 0.5% de Nb a temperaturas de 760 °C del TTI. | 99 |
| Figura 4.15. Gráfica de esfuerzo versus deformación para la probeta 12 (G) con 0.5% de Nb a temperatura de 780 °C del TTI. | 100 |
| Figura 4.16. Ruptura de las probetas de las diversas aleaciones sometidas al ensayo de tensión. | 102 |
| Figura 4.17. Fotomicrografías de la fractura producto del análisis de MO proveniente de una probeta con aleación de 0.1% de Nb. a) Probeta con adiciones de 0.1% de Nb después del ensayo de tensión. b) Límites de la fractura de la aleación con 0.1% de Nb a temperatura 760 °C del TTI. c) Límites de la fractura de una aleación con 0.1% de Nb a temperatura de 780 °C. | 103 |
| Figura 4.18. Fotomicrografías de la fractura provenientes de una análisis por MO para una aleación con 0.5% de contenido de Nb. a) probeta con adición de 0.5% de Nb después del ensayo de tensión. b) Fotomicrografía en los límites de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 760 °C del TTI. c) Fotomicrografía en la base de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 760 °C del TTI. d) Fotomicrografía en los límites de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 780 °C del TTI. e) Fotomicrografía en la base de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 780 °C del TTI. | 105 |
| Figura 4.19. Fotomicrografías de la superficie de fractura para una aleación sin contenidos de Nb mediante MEB a) magnificación de 1,400X . b) 1,500X. c) 2,000X. | 107 |
| Figura 4.20. Fotomicrografías provenientes de la base de la fractura del análisis por MEB para el acero con 0.1% de Nb. a) 1,700X b) 2,000 c) 3,000 d) 2,500 e) 2,700X f) 3,500X. | 108 |

| | |
|--|-----|
| Figura 4.21. Fotomicrografías de la superficie de fractura de una aleación con contenido de 0.1% de Nb. a) 700X b) 900X c) 2,000x d) 1,000X. | 109 |
| Figura 4.22. Fotomicrografías de la base de fractura de una aleación con contenido de 0.5% de Nb a) 2,000X b) 2,700X. | 110 |
| Figura 4.23. Fotomicrografía por MEB de la superficie de fractura de una aleación con contenido de 0. 5% de Nb. a) 950X b) 1,500X c)1,600X d)1,700X..... | 110 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | Paginas |
|---|----------------|
| Tabla 3.1. Valores promedio de la composición química requerida para un acero doble fase producido por un tratamiento termomecánico y un posterior tratamiento térmico intercrítico ^[3] | 49 |
| Tabla 3.2. Porcentajes de los elementos necesarios para la fabricación de un ADF y contenido de los elementos en el hierro y chatarra respectivamente a utilizar en la fabricación de la aleación..... | 50 |
| Tabla 3.3. Balance de carga para la fundición de 100 kg de aleación. | 50 |
| Tabla 3.4. Porcentaje de pérdidas para los elementos de la aleación. | 51 |
| Tabla 3.5. Balance de carga en consideración de Fe-Mo. | 52 |
| Tabla 3.6. Balance de carga completo para la aleación sin contenidos de elemento Nb. | 52 |
| Tabla 3.7. Balance de carga generalizado para las tres aleaciones de Nb (0, 0.1, 0.5%). | 54 |
| Tabla 3.8. Componentes y contenidos para la fabricación de las mazarotas..... | 56 |
| Tabla 4.1. Resultados del análisis químico de las tres aleaciones obtenidos de las muestras chill. | 70 |
| Tabla 4.2. Monitoreo de las variables del tratamiento termomecánico para cada una de los lingotes y cada una de las aleaciones. | 73 |
| Tabla 4.3. Porcentajes determinados para cada una de las fases presentes para cada una de las tres aleaciones. | 77 |
| Tabla 4.4. Tamaño de grano calculado para cada un de las fases presentes en cada un de las aleaciones..... | 78 |
| Tabla 4.5. Porcentajes de las fases presentes para cada una de las aleaciones a cada una de las temperaturas del TTI..... | 82 |
| Tabla 4.6. Medición del tamaño de grano en las aleaciones posterior, al TTI a temperatura de 760 °C..... | 90 |
| Tabla 4.7. Medición del tamaño de grano en las aleaciones, posterior al TTI a temperatura de 780 °C..... | 90 |
| Tabla 4.8. Resultados de la dureza con respecto a la adición del Nb proveniente de TTM. | 93 |
| Tabla 4.9. Valores promediados de la dureza HRB para cada una de las aleaciones en cada una de las temperaturas del TTI. | 94 |
| Tabla 4.10. Compendio de los resultados obtenidos por el ensayo de tensión para cada una de las aleaciones a cada una de las temperaturas del TTI . Donde (A) es designación para aleaciones sin adición de Nb. (C) y (D) son asignaciones para aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb. (F) y (G) son para aleaciones con 0.5% de Nb..... | 101 |

CAPÍTULO I

1.1. INTRODUCCIÓN.

Las aleaciones Fe-C se clasifican de acuerdo al contenido de carbono en: “Aceros” variando estos desde contenidos bajos de carbono hasta 2.1%, y a partir de éste último hasta 4.3% como máximo, se consideran “Hierros fundidos”. Dentro de la clasificación de los aceros existen los denominados: aceros aleados, para herramienta, estructurales, inoxidable, al carbono y los de alta resistencia y baja aleación conocidos por sus siglas en inglés como HSLA (High Strength Low Alloy).

Dentro de la clasificación de los aceros HSLA se encuentran los “Aceros Doble Fase”(ADF) llamados así porque su microestructura consiste de una matriz ferrítica relativamente suave y de una fina dispersión de martensita (típicamente entre un ~10-50%)^[1] que actúa como una estructura de refuerzo aumentando la resistencia del material, sin embargo, pueden estar presentes pequeñas cantidades de bainita, perlita y austenita retenida. Estos aceros presentan propiedades únicas conocidas como propiedades doble fase las cuales se describen a continuación:

1. Alta resistencia y buena ductilidad. (debidas a la estructura de grano fino).
2. Comportamiento a la cedencia elevado y continuo (~340 a 480 MPa).
3. Alta resistencia a la tensión (Esfuerzo ultimo de resistencia ~640-1,000 MPa).
4. Elevado porcentaje de endurecimiento por trabajado.
5. Elevado porcentaje de elongación uniforme.
6. Buena soldabilidad (dado el bajo contenido de carbono que poseen)^[2- 8].

Como consecuencia de estas propiedades éste tipo de aceros son implementados para producir láminas de espesores muy pequeños, y es por esto que actualmente existe una gran tendencia por parte de las industrias automovilísticas para emplear éste tipo de aceros, y como consecuencia reducir peso en las estructuras de los automóviles además de sus componentes, fabricando láminas de menor espesor con alta resistencia sin sacrificar la ductilidad, con el objetivo de tener un ahorro en el consumo de combustible^[9, 10].

La estructura característica de éste tipo de aceros es debida al tratamiento térmico intercrítico al que son sometidos. Éste tratamiento térmico consiste en calentar al material dentro del rango austenita-ferrita ($\gamma + \alpha$) y posteriormente enfriar rápidamente para transformar el porcentaje de γ en martensita^[11].

El presente trabajo de tesis tiene como objetivo general estudiar el efecto ocasionado en los ADF por la adición de niobio (0.1 y 0.5% peso) como elemento microaleante, en la estructura y propiedades mecánicas. Como objetivos particulares, se planteo analizar el efecto de éste elemento en las etapas de producción del acero como lo son el tratamiento termomecánico y tratamiento térmico intercrítico.

Por lo señalado anteriormente se diseñó una estrategia de investigación que consistió en fabricar tres aleaciones en el laboratorio de fundición del IIM de la U.M.N.S.H. **I.**-(0.10% C; **0%** Nb; 0.92% Mn; 1.22% Si; 0.47% Cr; 0.31% Mo; 0.01% Al; 0.004% S; 0.005% P). **II.**- (0.11% C; **0.1%** Nb; 1.02% Mn; 1.43% Si; 0.49% Cr; 0.32% Mo; 0.008% Al; 0.006% S; 0.004% P) **III.**- (0.12% C; **0.5%** Nb; 1.0% Mn; 1.37% Si; 0.51% Cr; 0.39% Mo; 0.01% Al; 0.006% S; 0.002% P). Estas tres aleaciones se fabricaron en un horno de inducción de 250 kg con una carga de 100 kg y el material liquido fue vaciado en una olla de 30 kg donde se realizaron las adiciones de 0.1 y 0.5% de Nb para posteriormente vaciar la carga en lingoteras rectangulares con capacidad de 12 kg. Los lingotes obtenidos se sometieron a un tratamiento termomecánico que consistió en el calentamiento a una temperatura de 1000 °C y laminando en un molino de 50 ton. de capacidad, hasta reducir el espesor a 2.5 cm. El tratamiento térmico intercrítico se realizó a temperaturas de 760 y 780 °C dentro del rango $\gamma + \alpha$ y templando en agua. Finalmente, se fabricaron probetas para realizar los ensayos mecánicos de tensión y dureza así como análisis por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) y de transmisión (MET).

De los resultados obtenidos se observa que en función de la adición de Nb en éste tipo de aceros disminuye el porcentaje de martensita, así como su homogénea distribución, por éste efecto, a medida que se incrementa la adición de Nb se incrementa la ductilidad y se reduce la resistencia a la tensión así como la dureza.

1.2. JUSTIFICACIÓN.

Es bien conocida la capacidad de endurecimiento por precipitación y refinamiento de grano del niobio como elemento microaleante, además de su éxito en la fabricación de aceros HSLA para el mejoramiento de sus propiedades mecánicas. Sin embargo, son pocos los trabajos referentes a éste como elemento microaleante en los aceros doble fase, puesto que existe la controversia siguiente: “si existe una cantidad considerable de precipitados dispersos en los granos, estos pueden afectar de manera significativa el desplazamiento y movilidad de las dislocaciones y por ello disminuir sensitivamente las propiedades mecánicas principalmente la ductilidad”.

1.3. HIPÓTESIS.

Es de esperar que en el proceso de producción de los aceros doble fase, principalmente en el tratamiento termomecánico los finos precipitados Nb (C,N) formados producto de la adición de Nb en la etapa del proceso de recuperación y recristalización se ubiquen en su mayoría preferencialmente en los límites de grano (zonas de alta energía libre negativa que promueve de gran manera la espontaneidad por ser zonas de gran concentración de defectos ^[2]) impidiendo el crecimiento de estos y no así dentro de los defectos puntuales y lineales de los granos que son de manera significativa menores, permitiendo así un libre movimiento en el deslizamiento de las dislocaciones no afectando sensitivamente la ductilidad de la aleación.

CAPÍTULO II.

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

2.1. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO EN LOS ACEROS DOBLE FASE.

Para comprender cómo es que los aceros doble fase obtienen las destacadas propiedades es importante analizar y comprender los mecanismos de endurecimiento que entran en función en las etapas de producción de estos aceros así como los estudios realizados a estos mecanismos hasta el momento.

Los mecanismos de endurecimiento que entran en función en las etapas de producción de los aceros doble fase son:

1. Endurecimiento por solución sólida.
2. Endurecimiento por dispersión (precipitación).
3. Endurecimiento por refinamiento de grano.
4. Endurecimiento por reacción martensítica.

De acuerdo con los estudios realizados en los ADF hasta el momento establecen que los mecanismos de endurecimiento que incrementan la resistencia de la ferrita son endurecimiento por solución sólida, precipitación y refinamiento de grano^[3].

A continuación se describen los mecanismos de endurecimiento, así como los estudios realizados hasta el momento en éste tipo de aceros.

2.1.1. ENDURECIMIENTO POR SOLUCIÓN SÓLIDA.

Cuando la movilidad de una dislocación en un sólido esta restringida por la introducción de átomos de soluto en la red, el endurecimiento resultante es llamado endurecimiento por solución sólida. Así, por ejemplo, para una aleación el endurecimiento puede ser alcanzado por el aumento de la resistencia a la cedencia por el incremento de la cantidad de soluto. Los solutos de C y N que tienen posiciones

intersticiales en la red del Fe, tienen un efecto mucho mayor que los átomos sustitucionales como el Mn^[13] ver figura 2.1.

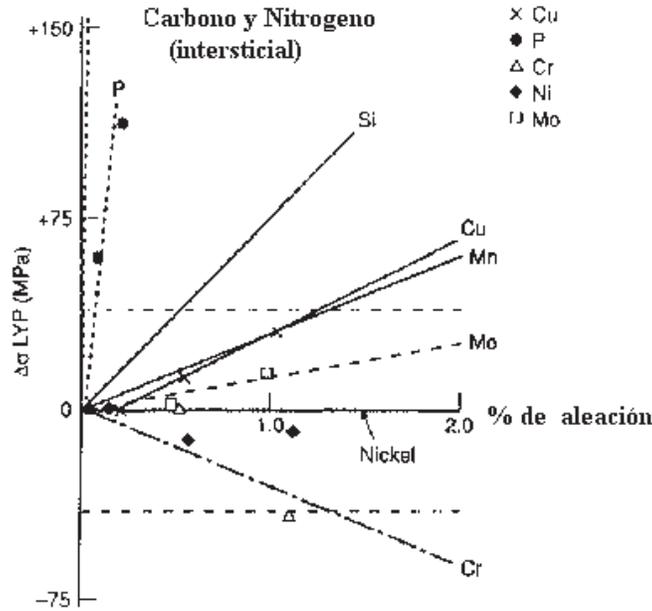


Figura 2.1. Efecto del endurecimiento por solución sólida en la ferrita debido a la presencia de C, Cr, N, H, Si, Mn, Mo, de los cuales el C, N, H funcionan como elementos intersticiales y el Si, Mn, Mo, Ni como sustitucionales^[2,13].

El mecanismo de endurecimiento por solución sólida produce deformación en la red, cuando los átomos interactúan con las dislocaciones, para impedir que estas se muevan. La dislocación es rodeada por átomos de soluto que la anclan, y cada vez que esta dislocación se mueve más átomos de soluto se acomodan a su alrededor produciéndose una especie de atmósfera que la rodea e impide su movimiento^[14].

2.1.1.1. ATMÓSFERAS DE COTTREL.

Las interacciones de soluto con dislocaciones conducen a la migración de átomos de solutos intersticiales a la dislocación donde estos forman una atmósfera a su alrededor. Estas tienen un efecto de candado sobre la dislocación y es necesario aplicar mayor esfuerzo para liberar a la dislocación de esa atmósfera, lo cual resulta en el fenómeno bien conocido de una caída de cedencia pronunciada en aceros recocidos de bajo contenido de carbono^[13].

Éste endurecimiento se origina por la introducción de átomos de soluto en la red sólida del solvente. Se distinguen principalmente dos tipos de solución sólida como son:

Solución sólida intersticial: Ocurre si un átomo tiene un diámetro menor de 0.59 que es el del solvente. Los átomos intersticiales (no metales) más importantes son los de Carbono, Nitrógeno, Hidrógeno Boro y el Oxígeno; sin embargo el tamaño no es el único factor que determinara si se forma o no una solución sólida intersticial.

Solución sólida sustitucional: Esta ocurre por una sustitución directa de un átomo por otra, de manera que los átomos de soluto penetran en el cristal para tomar posiciones ocupadas por átomos del solvente. Es una regla general que si los componentes son mutuamente solubles en el estado sólido para todas sus proporciones, sólo podrán formarse soluciones sólidas sustitucionales^[15].

2.1.1.2. DILATACIÓN DESAJUSTADA O ENERGÍA DE INTERACCIÓN ELÁSTICA DESAJUSTADA.

Los átomos de soluto, especialmente cuando sus tamaños son muy grandes o muy pequeños en relación con el átomo de la matriz son centros de deformación elástica. Un átomo de soluto es una fuente de punto de dilatación. De esta manera una interacción debida a la diferencia de tamaños es llamada interacción de desajuste elástica o interacción de desajuste por dilatación. Estas interacciones representan una barrera de energía al movimiento de dislocaciones^[13].

2.1.1.3. INTERACCIÓN DE ÁTOMOS DE SOLUTO CON DISLOCACIONES.

Un átomo de soluto más grande en tamaño que el de la matriz ($+\Delta V$) sería repelido por el lado compresivo y atraído por el lado de tensión en una dislocación de borde. Para átomos más pequeños que los de la matriz ($-\Delta V$) la energía de interacción será negativa en la parte superior de la dislocación y el soluto será atraído. En ambos casos

los átomos de soluto migrarán hacia la dislocación, lo cual resultará en una disminución de la energía libre del sistema.

El esfuerzo de fluencia aumentará en función del incremento del esfuerzo cortante requerido para que la dislocación siga avanzando. El esfuerzo es posible determinarlo en función del número de átomos que rodea a la dislocación ^[13].

2.1.2. ENDURECIMIENTO POR DISPERSIÓN (PRECIPITACIÓN).

La resistencia del acero aumenta con la formación de una dispersión de partículas duras muy finas de una fase secundaria dentro de la matriz. A medida que existe una reducción del tamaño de los precipitados se crea un mayor efecto de endurecimiento ^[16]. Estos precipitados impiden el movimiento de las dislocaciones cuando el material se somete a esfuerzos. ^[17] (Figura 2.2). Las partículas de segundas fases están formadas por elementos metálicos como Nb, V o Ti y no metálicos tales como: O, S, N y C, además de formar óxidos, sulfuros, nitruros y carburos o carbonitruros de los elementos durante el tratamiento de austenización, tales partículas impiden el crecimiento de los granos de austenita. De aquí que los precipitados, es decir carburos o carbonitruros de Nb, V o Ti puedan inhibir o retardar el crecimiento de la austenita resultando en un refinamiento de grano de la ferrita posterior ^[13,14], además se ha estudiado que estos elementos en las aleaciones pueden producir:

- a) Resistencia al crecimiento de grano.
- b) Resistencia a la recristalización.
- c) Resistencia por textura.
- d) Producir acero libre de intersticios.

En las propiedades mecánicas se puede mejorar:

- a) Resistencia a la cedencia.
- b) Resistencia a la tensión.
- c) Temperatura de transición de impacto.

- d) La tenacidad se mejora al combinarse con elementos perjudiciales a la tenacidad tales como el carbono y el nitrógeno ^[14].

Los estudios realizados para éste mecanismo estipulan que el endurecimiento inducido por la formación de carbonitruros ocurre a temperaturas de alrededor de 800°C y 1,000°C en la etapa de rolado en caliente siendo estas partículas las responsables de actuar sobre la austenita, ferrita o entre la interfase de transformación austenita-ferrita [2, 13, 14, 17].

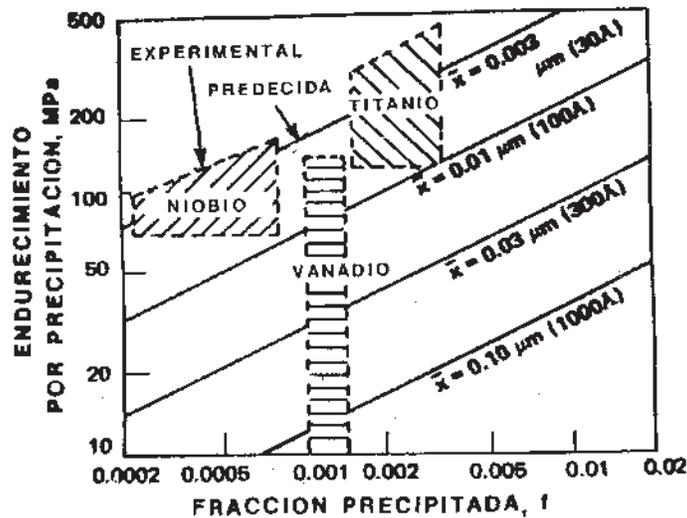


Figura 2.2 Dependencia del endurecimiento por precipitación del tamaño (x) y la fracción de precipitados (f) de acuerdo con el modelo Shabi-Orowan, comparada con observaciones experimentales ^[17].

En general cuando los precipitados están dispersos en la matriz con espaciados muy pequeños (menor a 10 nm), las dislocaciones los cortarán. Sin embargo, hay poca evidencia del corte de los precipitados en los aceros. Los carburos, nitruros o carbonitruros son muy duros y su presencia en una matriz significa que las dislocaciones sólo los podrán cortar cuando estos sean demasiado pequeños. El tamaño crítico de la partícula, corresponde a la transición entre el mecanismo de Orowan y el mecanismo de corte de partícula, disminuye con el aumento de la dureza de la partícula.

Dos de los más importantes mecanismos que explican el endurecimiento debido a la precipitación indican que:

1. Las dislocaciones circunnavegan alrededor de las partículas en el plano.

Las partículas de precipitados son impenetrables a las dislocaciones. De acuerdo con Orowan, si una matriz dúctil tiene partículas de segundas fases impenetradas sobre el plano de deslizamiento de las dislocaciones, un esfuerzo adicional sería necesario para que una dislocación se expanda entre la partículas. El esfuerzo aplicado deberá ser suficientemente alto para hacer que las dislocaciones intenten avanzar en forma semicircular entre las partículas como se muestra en la figura 2.3.

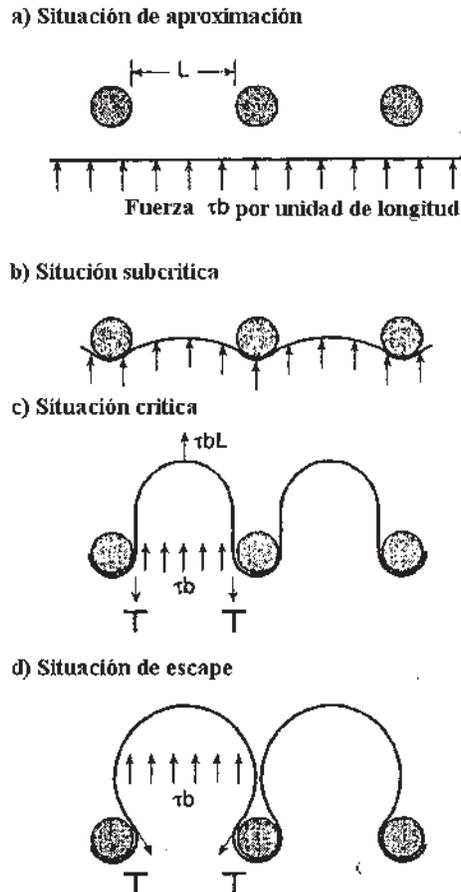


Figura 2.3. Modelo de Orowan" una dislocación encuentra una partícula de segunda fase indeformable y estas generan anillos como mecanismo de liberación, logrando con esto un elevado esfuerzo y conduciendo al efecto conocido como anillos de Orowan [2].

2. Las dislocaciones cortan las partículas en el plano de deslizamiento.

Las partículas de precipitados son penetradas por las dislocaciones, si el esfuerzo extra necesario para cortar es menor que aquel para curvar la dislocación entre las partículas, las partículas serán cortadas por las dislocaciones durante la cedencia. En éste caso la resistencia de la partícula y la naturaleza cristalográfica de la interfase partícula matriz determinan si las dislocaciones cortaran las partículas como se muestra en la figura 2.4.

El esfuerzo necesario para cortar los precipitados es una función solo de la fracción volumétrica de las partículas que han sido transformadas^[13].

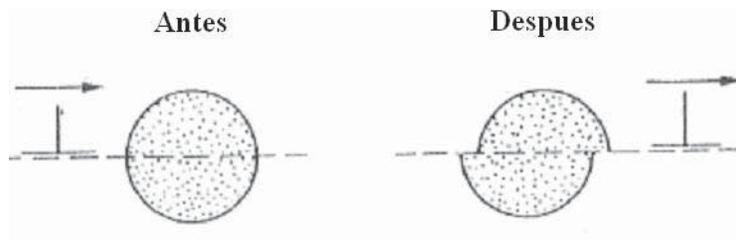


Figura 2.4. Corte de las partículas debido al avance de las dislocaciones a través de las partículas de segundas fases. La partícula de segunda fase llega a ser deformada y el área interfacial partícula matriz es incrementada^[13].

2.1.3. ENDURECIMIENTO POR REFINAMIENTO DE GRANO.

La excelente combinación de resistencia y tenacidad que alcanzan los aceros doble fase (ADF) se debe parcialmente al refinamiento de grano ferrítico, al disminuir su tamaño aumenta su resistencia al esfuerzo (Figura 2.5). El refinamiento del grano en los ADF se produce en supremacía con la aplicación de un tratamiento termomecánico como la laminación y el enfriamiento controlado además de ser estipulado que en los aceros HSLA la aplicación de elementos microaleantes ayudan a reducir el tamaño de grano según la figura 2.6.

Los elementos microaleantes contribuyen al refinamiento de grano, además de que estos son más eficientes con la aplicación de un tratamiento termomecánico que con un normalizado [3,17].

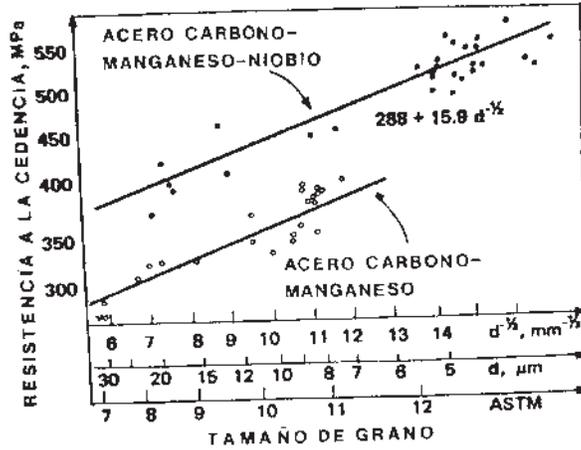


Figura 2.5. Relación entre el tamaño de grano y la resistencia a la cedencia inferior [17].

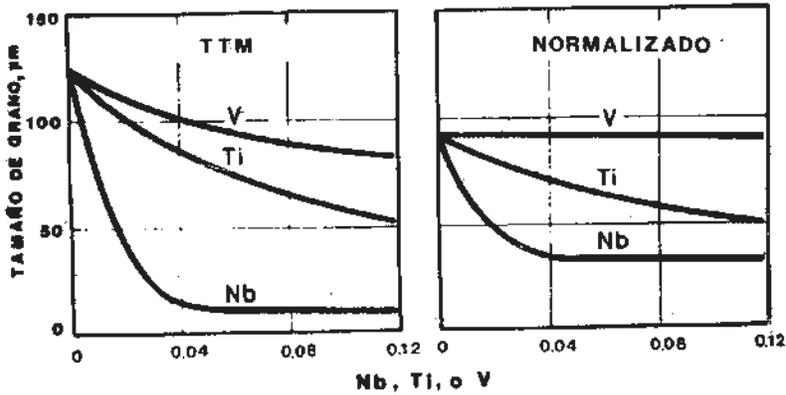


Figura 2.6. Efecto del Nb, Ti y V sobre el tamaño de grano de la austenita en aceros con tratamiento termomecánico y normalizados [17].

2.1.3.1 INHIBICIÓN DEL CRECIMIENTO DEL GRANO.

Para explicar el proceso de inhibición del crecimiento de grano en los aceros, de manera general se ha estipulado el modelo de Zener, éste modelo mostrado en la figura 2.7, se considera al grano como una burbuja que se pretende suprimir por medio de partículas externas resistente, que se oponen al crecimiento frenando de manera puramente mecánica.

Esta teoría muestra como al precipitar partículas de segunda fase en los límites de grano inhiben el crecimiento de éste. Estas pequeñas partículas que interactúan con el límite de grano impiden la expansión, por la diferencia que existe de solubilidad entre la partícula precipitada y el límite de grano. La reducción del tamaño de grano de la austenita (TGA) incrementa la resistencia de ésta a la deformación plástica localizada y macroscópica [18].

Zener relacionó la fuerza de anclamiento requerida para anclar el límite desde la partícula.

$$p = \pi r \gamma \dots\dots\dots (1)$$

donde $r =$ es el radio de la partícula, λ es la energía de superficie.

Zener estipulo que el movimiento del límite de grano podría cesar cuando la dirección de la fuerza del crecimiento del grano sea igual a la fuerza de anclamiento ejercida por un conjunto aleatorio de partículas dispersas [2].

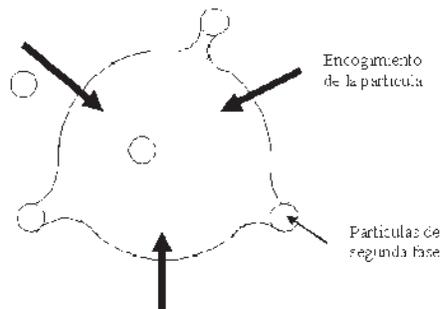


Figura 2.7. “Modelo de Zener” Partícula anclada por efecto del anclamiento de las segundas fases [14].

Para el refinamiento de grano según esta teoría, es muy importante tomar en cuenta los siguientes aspectos:

- a) Tipo y tamaño de partícula que se pega en el límite de grano austenítico.
- b) Número de partículas por unidad de volumen.
- c) Tamaño de grano y heterogeneidad de la matriz.
- d) Temperatura de disolución.
- e) Grado de la solubilidad de las partículas.

La relación cuantitativa entre el esfuerzo de cedencia y el tamaño de grano en metales esta descrita por la relación de Hall- Petch basado en aproximaciones teóricas y experimentales;

$$\sigma_y = \sigma_i + K_y d^{-1/2} \dots\dots\dots(2)$$

donde σ_y es el esfuerzo de cedencia, σ_i = Esfuerzo de fricción, K_y = Coeficiente de endurecimiento y d = Tamaño de grano. De esta relación σ_y y K_y son constantes.

El efecto del tamaño de grano sobre el esfuerzo de cedencia, por lo tanto, puede ser explicado al suponer que una fuente de dislocaciones opera dentro del cristal causando que las dislocaciones se muevan y eventualmente se apilen en el límite de grano. El apilamiento promueve que se genere un esfuerzo en el grano adyacente. De esta manera, el proceso de cedencia es propagado de grano a grano. Hasta el momento los estudios revelan que el tamaño de grano determina la distancia que las dislocaciones tienen que moverse para formar apilamientos en los límites, y por ende, el número de dislocaciones involucradas ^[19]. El esfuerzo aplicado en la punta del apilamiento es dependiente sobre el número de dislocaciones en el apilamiento, y el número incrementa conforme el número de granos sea incrementado ^[2].

Con tamaños de grano grandes, los apilamientos contendrán grandes números de dislocaciones las cuales, a su vez, causarán concentraciones de esfuerzo más altas en los granos vecinos. El esfuerzo de corte τ_i en el frente de un apilamiento de dislocaciones es $n\tau$, donde n es el número de dislocaciones involucradas, y τ es el esfuerzo cortante sobre el plano de deslizamiento. Esto significa que entre más grande sea el tamaño de

grano, más fácil será la propagación del proceso de cedencia. En términos prácticos, entre más fino sea el tamaño de grano, mayor será el esfuerzo de cedencia resultante [19].

2.1.4. ENDURECIMIENTO POR REACCIÓN MARTENSÍTICA.

Uno de los medios para alterar la respuesta mecánica de metales es la transformación martensítica. Esta reacción es un medio altamente efectivo para incrementar la resistencia así como la dureza mediante temple como se puede ver en la figura 2.8, aunque la ductilidad se ve reducida. En el caso de los ADF a altas velocidades de enfriamiento desde temperaturas dentro del rango bifásico ferrita-austenita, la austenita transforma predominantemente a martensita por medio de un temple [13,20]. Los estudios hasta el momento revelan que la relación de la resistencia a la tensión de los ADF esta en función de la fracción volumétrica de la martensita [21].

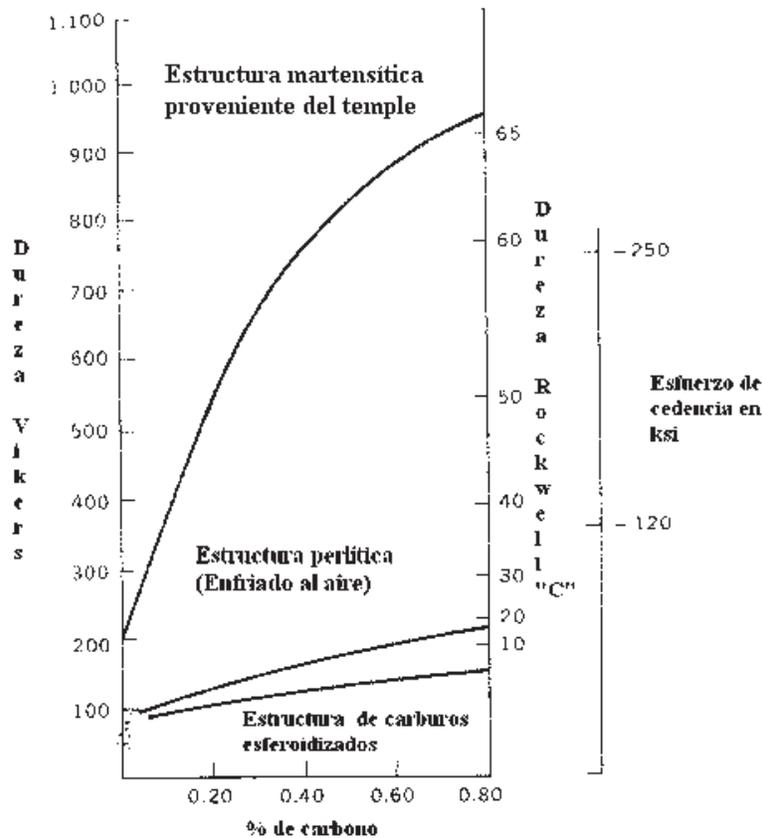


Figura 2.8. Representación de la dureza y esfuerzo de cedencia alcanzada en los aceros de acuerdo al contenido de carbono y medio de enfriamiento [2].

Una transformación martensítica es una distorsión de la red (Figura 2.9), con cambio estructural y virtualmente sin difusión que tiene una componente desviadora dominante (cortante) y un cambio asociado de manera que la energía de deformación domina la cinética y morfología de la transformación (Figura 2.10)^[13].

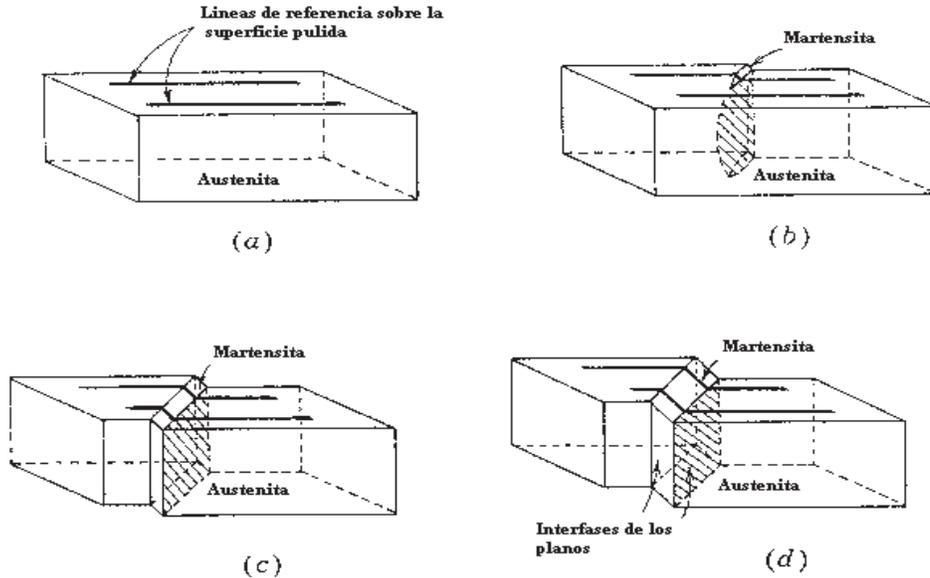


Figura 2.9. Cambio de las líneas de referencia para un cristal sometido a transformación martensítica mostrando la distorsión a través del plano de la interfase^[2]

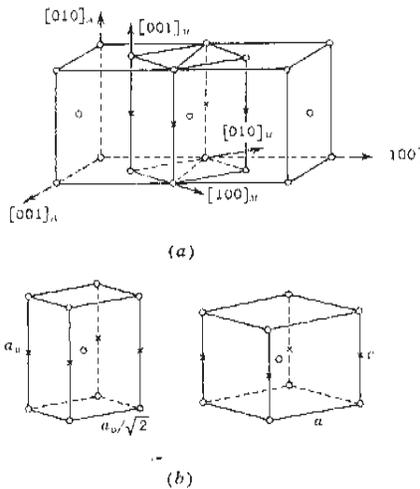


Figura 2.10. a) Efecto de la rotación en una estructura cúbica producto de la transformación martensítica, las x muestran las posiciones de los átomos intersticiales en la estructura cúbica y en la rotación de esta. b) Representación de las celdas cúbica FCC y la celda tetragonal representativa de la martensita^[2].

2.1.4.1. RELACIÓN PROPIEDAD Y ESTRUCTURA MARTENSÍTICA.

Los estudios más recientes sobre ADF revelan que la distribución de la martensita puede influenciar la ductilidad. Cambios de las partículas de las martensitas que están ligadas pueden disminuir la ductilidad porque esto puede ofrecer una fácil propagación de la fractura a través de la matriz.

La formación de martensita en los ADF genera un esfuerzo residual y una elevada densidad de dislocaciones en la ferrita, especialmente cerca de la interfase martensita – ferrita [3].

En estos estudios realizados a los ADF la resistencia es incrementada en función de la fracción volumétrica de la martensita en concordancia con la regla de mezclas:

$$\sigma_D = \sigma_\alpha V_\alpha + \sigma_M V_M \dots\dots\dots (3)$$

donde σ es el esfuerzo de cedencia y V es la fracción volumétrica y los subíndices α , M y D representan a ferrita, martensita y aceros doble fase, respectivamente.

Ha sido reportado en algunas investigaciones, [22,23] que en los ADF sometidos a esfuerzos normales uniaxiales, los inicios de microporosidades y de fracturas inician preponderantemente en los límites de la martensita con una posterior propagación en la ferrita. La trayectoria de fractura para el caso de los ADF en zigzag tiene una tendencia a pasar por los granos de martensita resultando en fallo por fractura [29].

Los ADF, en general muestran un esfuerzo de cedencia continuo, por causa de la combinación de elevados esfuerzos residuales y una elevada movilidad de densidad de dislocaciones, lo que ocasiona flujo plástico. La ductilidad en éste tipo de aceros depende de diversos factores:

1. Fracción volumétrica de la martensita.
2. Contenido de carbono en la martensita.
3. Plasticidad de la martensita.
4. Distribución de la martensita.
5. Contenido de aleación en la ferrita.
6. Contenido de carbono en la ferrita.
7. Cantidad de ferrita epitaxial.
8. Cantidad de austenita retenida^[3].

Se ha encontrado que el incremento uniforme de la elongación se da cuando el contenido de carbono de la fase martensítica se disminuye^[3].

2.1.4.2. TEMPLE.

Los estudios realizados para los aceros convencionales definen al temple como el calentamiento de 30-70° C por arriba de Ac_3 (hipoeutectoides) y Ac_1 (para aceros hipereutectoides) con una permanencia para finalizar la transformación de fase y un enfriamiento posterior con una velocidad más alta que la crítica^[15].

Pero para el caso de los ADF éste tratamiento térmico consiste en el calentamiento en el rango bifásico por arriba de Ac_1 y por debajo de Ac_3 para el caso de éste tipo de aceros que pertenecen a los hipoeutectoides, con un tiempo de permanencia relativamente corto y un enfriamiento rápido posterior. Según Speich, la presencia de la austenita retenida es incrementada desde un 2% a un 9% cuando el temple se lleva acabo a temperaturas muy bajas^[3,24].

2.1.4.3. MECANISMOS DEL TEMPLE.

El temple en un líquido estable consiste en tres etapas:

1. Formación de una capa envolvente de vapor.

2. Ebullición, la cual incrementa la extracción de calor debido a la energía consumida en la formación de burbujas.
3. Convección: La extracción de calor vuelve a ser lenta ^[15].

Ha sido observado que los ADF templados en agua exhiben una elongación reducida y no así un cuello pronunciado previo a la fractura en los ensayos de tensión ^[24].

2.1.4.4. CLASIFICACIÓN DE MARTENSITAS DE ACUERDO AL CONTENIDO DE CARBONO.

La martensita puede presentar una gran variedad de morfologías dependiendo de la composición química de la aleación, las condiciones a las cuales se formó y su estructura cristalina. Por lo anterior podemos encontrar que para aceros con bajos contenidos de carbono la martensita típica presente por efecto del temple será martensita en listón hasta un porcentaje de carbono del 0.6% y a partir de 1% se encuentra la martensita en placas y entre el rango de 0.6 y 1% se encuentra una mezcla de ambas como lo muestra la figura 2.11.

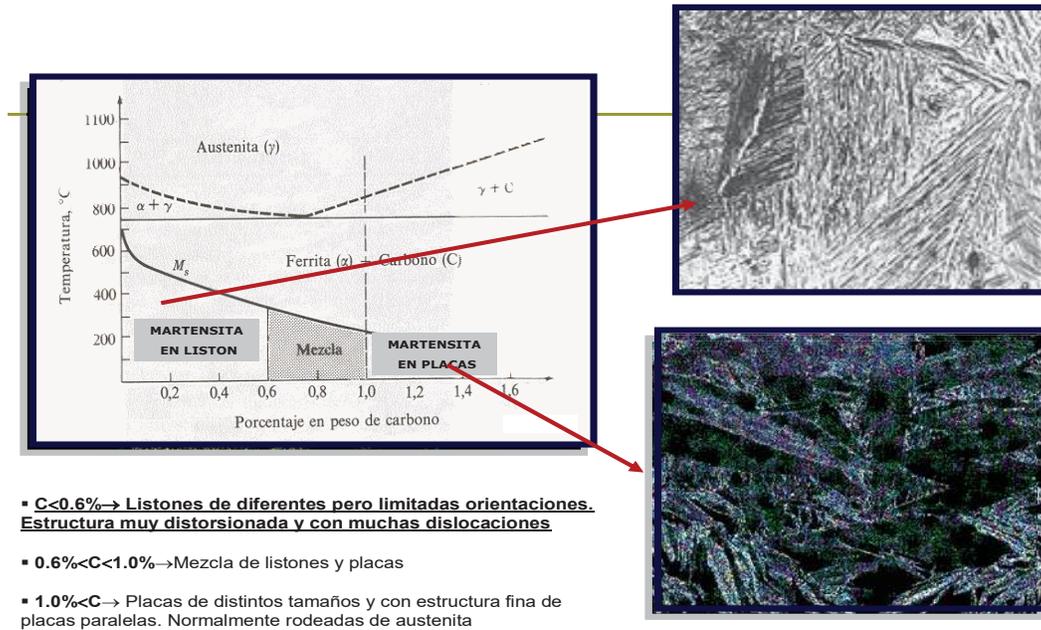


Figura 2.11. Clasificación de las estructuras martensíticas de acuerdo al contenido de carbono en el diagrama Fe-C.

Según los reportes hasta el momento; para el caso de los ADF la tendencia a formación será predominante a formar martensita en listón debido al porcentaje de carbono, sin embargo, éste efecto podrá ser alterado en función de la composición química como ya se ha reportado por Rashid que la presencia de vanadio en los ADF causa la formación de martensita en placas^[25].

2.1.4.5. RESISTENCIA DE LA MARTENSITA.

La transformación martensítica tiene la habilidad para conferir un alto grado de resistencia en los aceros por medio de un endurecimiento (Figura 2.8):

- Endurecimiento por solución sólida intersticial.
- Endurecimiento por subestructuras (endurecimiento por deformación).

La contribución de elementos de solución sólida sustitucional a la resistencia de martensitas ferrosas es relativamente poco importante. Los solutos intersticiales como el carbono y el nitrógeno tienen un efecto de mayor importancia. Si se considera a la martensita como una solución supersaturada de carbono en ferrita, una gran porción de su endurecimiento puede ser atribuida al *endurecimiento por solución* ^[15].

2.2. TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO.

2.2.1. RECALENTAMIENTO HASTA EL RANGO AUSTENÍTICO.

Los objetivos del recalentamiento son destruir la estructura granular proveniente de la colada, además de homogenizar la aleación y prepararla para un proceso de laminación en caliente. La temperatura de recalentamiento afecta la cantidad de elementos microaleantes (EMA) disueltos y el tamaño de grano inicial de la austenita.

Los estudios hasta el momento revelan que a mayor temperatura de recalentamiento en el rango austenítico, mayor cantidad de EMA disueltos. La cantidad disuelta depende de la estabilidad y tamaño del precipitado, así como de la relación temperatura/ tiempo de recalentamiento.

Al disolverse los carbonitruros, la capacidad de los EMA para impedir el crecimiento del grano austenítico disminuye, aquellos elementos como el vanadio, cuyos carburos se disuelvan en la austenita a temperaturas relativamente bajas no impiden el crecimiento del grano austenítico. En la figura 2.12 se aprecia la influencia del Nb y del Ti sobre el comportamiento del crecimiento del grano austenítico en función de la temperatura. Durante el recalentamiento, los carbonitruros impiden el libre movimiento de los bordes de grano austenítico. Un grano fino permite minimizar la aparición de estructuras mixtas [2,17,26].

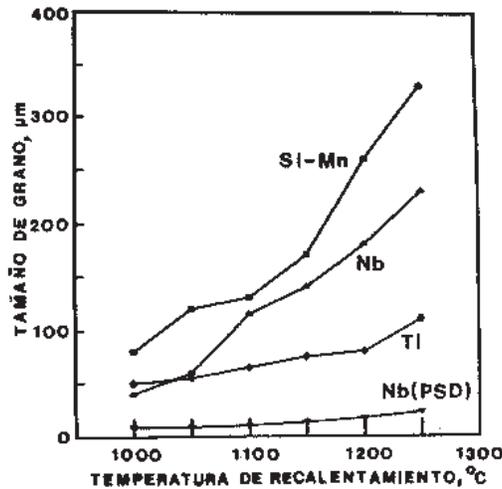


Figura 2.12. Influencia de la temperatura de recalentamiento sobre el tamaño de grano de la austenita [17].

2.2.2. LAMINACIÓN CONTROLADA.

El proceso de rolado en caliente es relativamente simple en su concepto de ingeniería que es el cambio de forma partiendo de la base de lingote a lámina, tiras o placas que pueden ser formadas con relativa baja demanda de energía, debido a la gran

capacidad que tienen los aceros para deformarse a altas temperaturas (rango austenítico) usualmente entre 850°C y 1300°C para aceros de hasta un 0.1% de carbono.

Éste proceso colabora al refinamiento de grano de la ferrita mediante deformaciones sucesivas del acero en regiones de recrystalización de la austenita, en el proceso de deformación plástica a elevadas temperaturas al que es sometido el material ($T \geq 0.3T_m$) producen un refinamiento en la microestructura del material, dado que en esta etapa se presenta el mecanismo recrystalización de los granos (Figura 2.13), y éste efecto se ve reflejado en el incremento significativo del esfuerzo de cedencia, resistencia y dureza en un amplio rango de aceros determina que el tamaño del grano recrystalizado está dado por la temperatura y no por la deformación, y es independiente del tamaño de grano inicial, en éste caso se tiene una recrystalización dinámica, favorecida por elevadas temperaturas, grandes deformaciones y bajas velocidades de deformación.

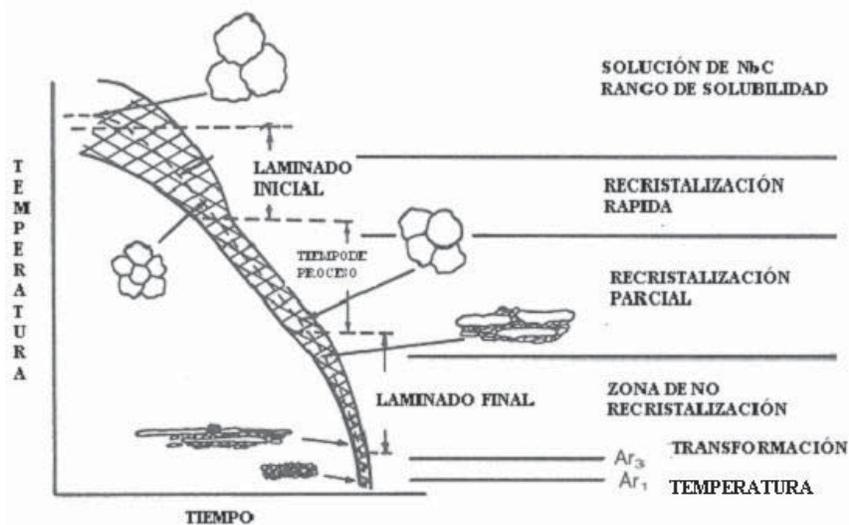


Figura 2.13. Esquema tiempo-temperatura de la historia del procesamiento para un grano muy fino de ferrita en la estructura de un acero HSLA^[27].

Al deformar los aceros en el rango de la austenita, se induce precipitación por deformación inhibiéndose el crecimiento de grano recrystalizado. En esta región de deformación, para obtener un grano recrystalizado más fino, es necesario que la deformación aplicada esté por arriba de un valor crítico que garantice la recrystalización

completa de la austenita, y por lo menos, con un tamaño de grano igual al de la austenita deformada, el valor de la deformación crítica aumenta con la disminución de la temperatura de deformación, el incremento de la cantidad de EMA en solución y tamaño de grano inicial. De acuerdo, con la figura 2.14 entre más fino sea el grano inicial de la austenita mayor será la cantidad de deformación crítica necesaria para obtener un refinamiento de grano en un acero con adiciones de Nb (ver Figura 2.15) [17,27-29]

Uno de los efectos importantes de la deformación es el de incrementar el porcentaje de formación de la ferrita poligonal y la aceleración de la transformación se da a medida que la temperatura se acerca a la línea Ac_3 [30]. Además de que se ha reportado que la precipitación de partículas de carbonitruros de Nb es acelerada durante la deformación en caliente [31].

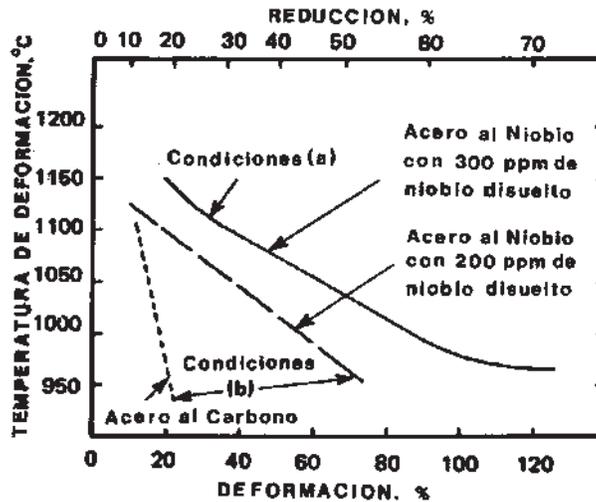


Figura 2.14. Efecto del Nb disuelto y la temperatura de deformación crítica requerida para una recristalización completa [17].

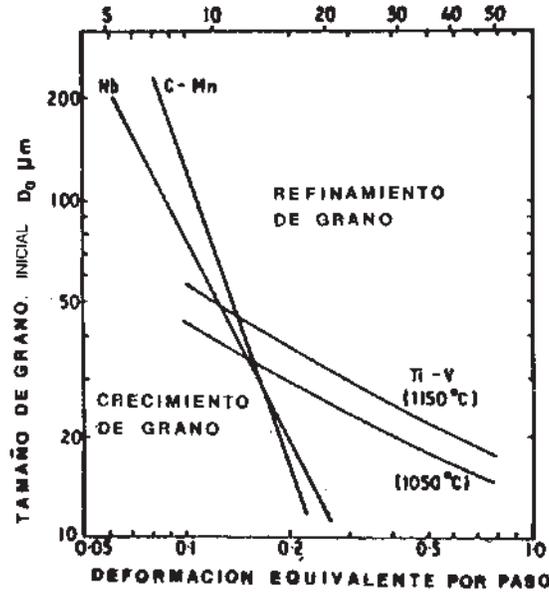


Figura 2.15. Deformación crítica para el refinamiento de grano recristalizado ^[17].

En la figura 2.16, se observa la reducción crítica necesaria para la recristalización completa de la austenita en un acero, si la deformación es por debajo de la correspondiente al valor crítico, se tendrá una recristalización incompleta de la austenita, compuesta por granos largos no recristalizados de austenita y granos recristalizados que pueden crecer excesivamente, por lo que debe evitarse.

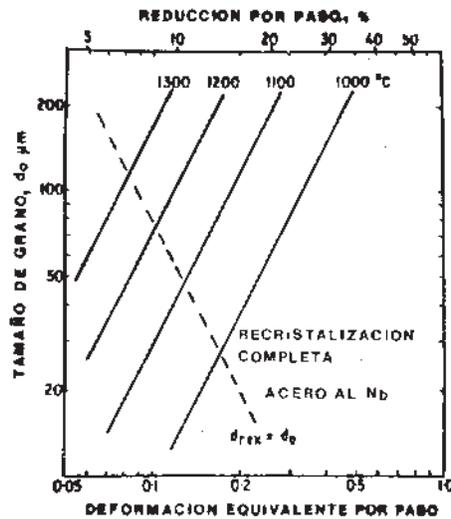


Figura 2.16. Deformación crítica para la recristalización de la austenita ⁽⁶⁾.

En la figura 2.17 se puede observar que el tamaño de grano final es independiente del tamaño de grano inicial después de una reducción total del 60% para una misma reducción por paso ^[17].

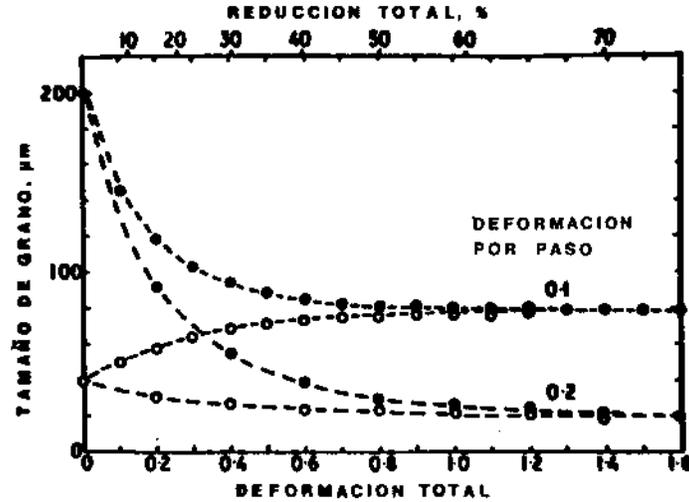


Figura 2.17. Evolución del tamaño de grano de la austenita con Nb durante la deformación multipasos con deformaciones equivalentes de 0.1 y 0.2 ^[17].

El proceso de rolado en caliente en los aceros conlleva a mecanismos que operan a temperaturas altas ($T \geq 0.3T_m$) lo que implica:

- Trepado de dislocaciones
- Aglutinamiento de subgranos
- Poligonización

TREPADO DE DISLOCACIONES

Se presenta cuando la línea de dislocación de borde se mueve en ángulos rectos al vector de Burgers, como resultado, el medio plano extra se hace más corto o más largo.

AGLUTINAMIENTO DE SUBGRANOS

Los límites entre los subgranos simplemente desaparecen por una rotación que elimina el desajuste de orientación (éste proceso implica trepado y difusión).

POLIGONIZACIÓN

Es el proceso mediante el cual el exceso de dislocaciones de borde se alinean una con otra en los límites de ángulo pequeño. Esta alineación se da por deslizamiento y trepado y se produce a temperaturas muy elevadas de recuperación produciendo subgranos hasta 10 veces más grandes que los producidos por condensación de estructuras de dislocaciones [15].

2.2.3. RECUPERACIÓN Y RECRISTALIZACIÓN.

La mayor parte del trabajo realizado por las fuerzas externas durante la deformación plástica es disipado como calor, pero una pequeña proporción es retenida en el material como *energía almacenada*. Esto va acompañado de un incremento en la energía de deformación elástica que resulta del incremento de la densidad de dislocaciones.

La energía sólo permanece almacenada dentro del cristal si la temperatura es suficientemente baja para que los átomos permanezcan efectivamente inmóviles, es decir $T \leq 0.3T_m$. La deformación plástica que cumple con éste requisito se llama *trabajado en frío*. La energía almacenada puede ser extraída si las dislocaciones se arreglan en configuraciones de baja energía, estos arreglos son llamados límites de bajo ángulo y pueden ser representados por arreglos uniformes de varios arreglos de dislocaciones. Estos límites (sub-límites) separan el cristal en regiones que difieren en orientación $<5^\circ$.

El arreglo local de dislocaciones en posiciones de baja energía y la formación de sub-límites de grano, producen una considerable liberación de energía. Ambos procesos involucran escalamiento de dislocaciones, y por lo tanto, sólo ocurrirá cuando exista suficiente energía de activación térmica para permitir la difusión de defectos puntuales de manera local y de largo alcance, es decir, $T \leq 0.3T_m$. Estos cambios son acompañados por un suavizamiento pronunciado del cristal a éste proceso es llamado *recuperación* y ocurre cuando el cristal deformado plásticamente es calentado a temperaturas moderadas.

La última etapa del proceso de recuperación en la cual se forman los límites de bajo ángulo se llama *POLIGONIZACIÓN*.

Cuando un metal altamente deformado en frío es calentado arriba de la temperatura crítica, se forman nuevos granos relativamente libres de dislocaciones en la estructura “recuperada”, resultando en un proceso llamado *recristalización*. En éste caso, se presenta la formación de límites de grano de alto ángulo ($>10^\circ$). Si el material es sometido a una temperatura arriba de la crítica por un tiempo excesivo, se presenta otro fenómeno llamado “*crecimiento de grano*” (Figura 2.18)^[19].

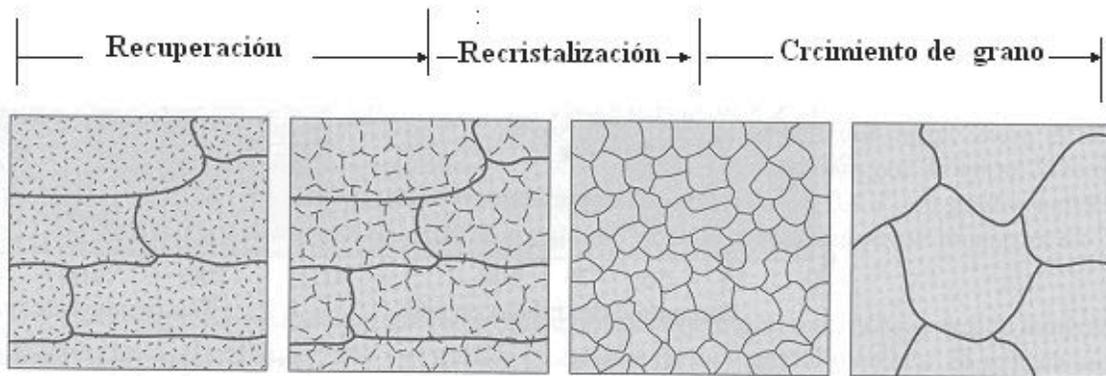


Figura 2.18. Esquema de los procesos de recuperación y recristalización en el tratamiento termomecánico a elevadas temperaturas^[32].

2.3. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO (TTI).

El tratamiento térmico intercrítico, el cual confiere las destacadas propiedades a los ADF, consiste en el calentamiento del acero de bajo contenido de carbono por un tiempo relativamente corto a temperaturas dentro del rango ferrita-austenita ($\alpha + \gamma$) del diagrama hierro carbono seguido de un temple desde la temperatura intercrítica, ($\approx 10^0 C/Seg$) para transformar la fase austenita en martensita como puede ser visualizado en la figura 2.19. La cantidad de enfriamiento es dependiente del espesor del material^[3, 10, 25,33].

Los estudios realizados en los ADF han revelado y comprobado que la fracción volumétrica de la martensita presente dependerá no solamente sobre los contenidos de carbono inicial sino también de la temperatura del tratamiento térmico intercrítico en

la región ferrita + austenita justo antes del temple (Figura 2.20), además del incremento en la cantidad de enfriamiento desde la temperatura del TTI [22,34-37].

Las propiedades mecánicas de los ADF son una función de la temperatura a la que se lleva a cabo el tratamiento térmico intercrítico y la velocidad de enfriamiento. Diversos estudios han comprobado plenamente que incrementando la velocidad de enfriamiento desde la temperatura intercrítica se incrementa la fracción volumétrica de la martensita, resultando en el incremento del esfuerzo a la tensión y reduciendo la ductilidad [11,35, 38,39].

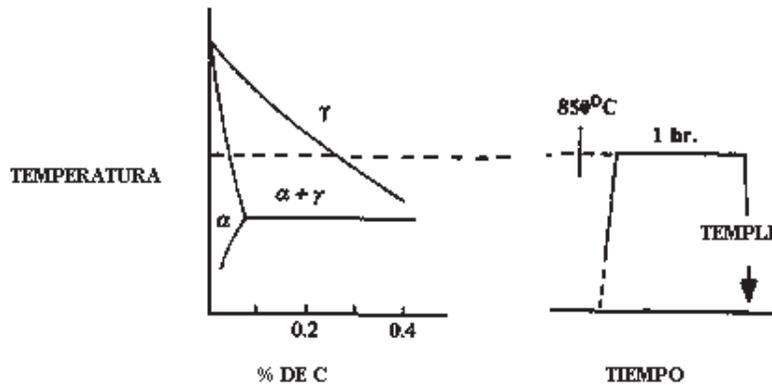


Figura 2.19. Representación esquemática del tratamiento térmico intercrítico (TTI) en una porción del diagrama Fe-C y en un diagrama Tiempo-Temperatura [33].

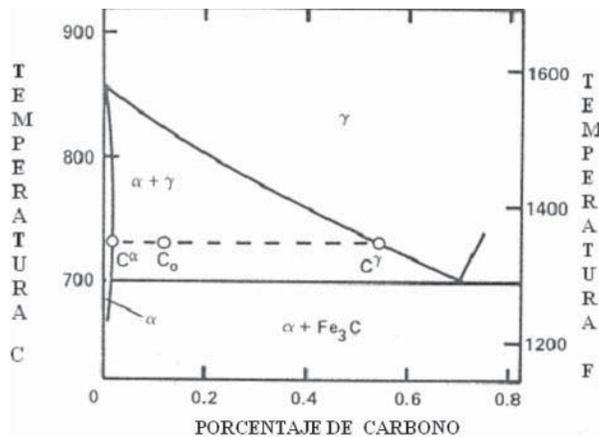


Figura 2.20. Diagrama Fe-C para un acero con 1.5% de Mn mostrado en el rango bifásico para el TTI donde C_o es el porcentaje de ferrita y austenita estipulado para un porcentaje de carbono [2].

Los estudios de los ADF han revelado que la transformación de la fase austenítica a martensita que no es completada, da origen a la austenita retenida, que puede presentarse en cantidades que varían de 2 al 9%, éste porcentaje es sensible a un número de variables, pero la más importante es la velocidad de enfriamiento. Esta fase puede transformarse a martensita a causa de algún tratamiento sub-cero o por deformación. Los aceros enfriados en agua tienen menos austenita retenida que los enfriados al aire. Los contenidos de austenita retenida incrementan ligeramente con el incremento de la temperatura intercrítica y con el incremento de los contenidos de carbono ^[2,40].

En términos generales el TTI que se realiza en los ADF genera la introducción de dislocaciones móviles en la ferrita y en las interfases ferrita martensita debido al volumen de expansión asociado con esta transformación, esta gran cantidad de dislocaciones generan el esfuerzo a la cedencia continuo, además de proveer un excelente endurecimiento por trabajado ^[10].

Escasos estudios en los ADF han revelado que en el TTI la precipitación de carburos de niobio también toma lugar en la etapa del temple de éste tratamiento en las interfases de la austenita-ferrita ^[20].

2.3.1. FORMACIÓN DE LA AUSTENITA DURANTE EL TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO.

La formación de la austenita durante el tratamiento térmico intercrítico para los ADF puede ser clasificado en tres partes:

1. Una casi instantánea nucleación de la austenita en la perlita o partículas de cementita en los límites de grano.
2. Un crecimiento lento de la austenita en la ferrita en un porcentaje que es controlado por la difusión del carbono en la austenita a elevadas temperaturas

- (~850 °C, 1562 °F), y por la difusión del manganeso en la ferrita (a lo largo de los límites de grano) a bajas temperaturas (~750 °C, 1382 °F).
3. Un muy lento equilibrio de ferrita y austenita a un porcentaje que es controlado por la difusión del manganeso en la austenita^[3,20].

2.3.2. CAMBIOS DE LA FASE FERRÍTICA DURANTE EL TEMPLE.

Los estudios realizados en esta etapa del proceso demuestran que la solubilidad del carbono en la ferrita disminuye con el incremento de la temperatura intercrítica así como también puede ser disminuida por el incremento del total de los elementos de aleación en el acero.

Ferrita epitaxial formada a bajas velocidades de enfriamiento mantendrá el equilibrio con la fase austenítica en la cual está creciendo, resultando en bajos contenidos de carbono, pero para el caso de los aceros doble fase que son templados en agua desde el TTI se presentará de manera generalizada una estructura de ferrita poligonal^[2,7,11,41].

Se ha reportado que la formación de la estructura ferrita-martensita de los ADF a causa del enfriamiento rápido genera que una gran cantidad de carbono sea retenido en la ferrita resultando en una pérdida de la ductilidad. Además que buenas combinaciones de resistencia y ductilidad está asociado con las cantidades significativas de ferrita epitaxial en conjunción con la martensita y la austenita retenida^[41,42].

2.4. INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA.

Se consideran como elementos microaleantes (EMA) al Nb, Ti, B y Zr los cuales tienen, en general, las siguientes características:

- Se usan entre 0.001% hasta 0.1% en peso.
- Tienen una elevada afinidad química con el C, N y S.
- Forman compuestos que precipitan en la matriz.

- La reacción de disolución y precipitación es controlada por los parámetros de procesamiento.
- Modifican las características estructurales de la matriz.

El Nb, Ti y V afectan tres temperaturas claves de la austenita:

- La temperatura de crecimiento de grano.
- Temperatura de recristalización.
- Temperatura de transformación de la austenita.

Pero su influencia sobre las temperaturas dependen de un adecuado control sobre las reacciones de disolución y precipitación de los EMA ^[17].

2.4.1. NIOBIO.

Numerosos estudios realizados en los aceros HSLA han demostrado que el niobio es uno de los EMA más importantes debido al gran efecto que ejerce sobre la cinética de recristalización de la austenita: *El niobio retarda la recristalización de la austenita deformada*. Pero además puede modificar las condiciones de transformación de la austenita y endurecer la ferrita por precipitación. Su efecto inhibitor del crecimiento del grano austenítico durante el recalentamiento es prácticamente nulo. Por otra parte el niobio es un estabilizador de la fase ferrita ^[2,17,20,43].

2.4.2. EL NIOBIO Y EL ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN.

Cuantiosos reportes de investigaciones sobre los aceros HSLA, y los pobres estudios en los ADF con las adiciones de Nb como EMA reportan que éste elemento al precipitar en la ferrita produce partículas semicoherentes muy finas que endurecen a esta fase por precipitación. Con elevadas temperaturas de recalentamiento se asegura la completa disolución del Nb disponible para la precipitación inducida por deformación y el endurecimiento por precipitación en la ferrita ^[17,20].

La fuerza que conduce la reacción de la precipitación toma lugar desde la súper saturación del carbono o nitrógeno en la fase ferrita. Además de que se ha reportado que los carburos o carbonitruros del orden de 20 \AA han sido observados en la región de la ferrita de los ADF^[20,21].

2.5. FORMACIÓN DE FINOS PRECIPITADOS EN LOS ACEROS DOBLE FASE EN EL TTI.

Por la permanencia en la región $(\gamma + \alpha)$, el acero consiste de bajo contenido de carbono en la ferrita (α) y altos contenidos de carbono en la austenita (γ). Sin embargo, el contenido de carbono en la ferrita es considerablemente pequeño comparado con el contenido en la austenita, esto podría ser significativamente suficiente para causar la precipitación en la ferrita.

En los ADF el temple desde la temperatura intercrítica crea una súper saturación de carbono intersticial el cual provee energía de activación para la precipitación del carbono en la ferrita. La velocidad del temple es crítica en la formación de los precipitados. Si el material es enfriado lentamente desde la región $(\gamma + \alpha)$, la súper saturación del carbono en la ferrita será reducida o eliminada debido a la difusión del carbono dentro de la austenita atenuada. De acuerdo con el diagrama Fe-C en el rango $(\gamma + \alpha)$, la solubilidad del carbono en la ferrita disminuye conforme el incremento de temperatura del tratamiento térmico intercrítico^[20, 21,24].

Ha sido reportado en los ADF, que si el enfriamiento es demasiado rápido más allá del enfriamiento crítico se podrá suprimir la formación de los NbC formando la fase martensítica.

Algunas investigaciones han revelado en los ADF precipitados a lo largo de la ferrita son del orden de $\sim 10 \text{ \AA}$ y $\sim 50 \text{ \AA}$.

Los escasos reportes sobre los carburos de Nb en los ADF revelan tamaños del orden de los $5 \overset{\circ}{\text{Å}}$, los cuales fueron observados en la región de la ferrita. Estas partículas probablemente fueron formadas durante el temple. La energía de activación para la reacción de la precipitación toma lugar desde la súper saturación del carbono (o nitrógeno) en la fase ferrítica [20-22].

2.5.1. SOLUBILIDAD Y COMPOSICIÓN DE LOS CARBONITRUIROS.

EL niobio por su gran afinidad con el carbono y nitrógeno forma preponderantemente carburos y nitruros de Nb, los cuales precipitan en la austenita y en la ferrita. La mayor cantidad de precipitados que aceptan carbono son conocidos como carburos que son formados por el proceso clásico de nucleación y crecimiento [20,44].

La cinética de disolución y precipitación de los Nb (C,N) depende de su solubilidad y del tratamiento dado al acero. En la figura 2.21 se observa que al disminuir el contenido de carbono aumenta la solubilidad del niobio, lo cual ocurre también, con la presencia de otros elementos de aleación como el Mn, Mo y Si. La composición y tamaño de los Nb (C,N) depende del balance del carbono, nitrógeno y de la temperatura a la que estos se forman. Los *carbonitruros de niobio* ricos en carbono, se forman con contenidos de carbono abundantes y a temperaturas inferiores a 1200°C , *aproximadamente a 925°C* , (Figura 2.22). Los carbonitruros ricos en nitrógeno al crecer pueden originar defectos superficiales en la placa o contribuir a la descohesión de los borde de grano durante el trabajado en caliente [17, 20,44].

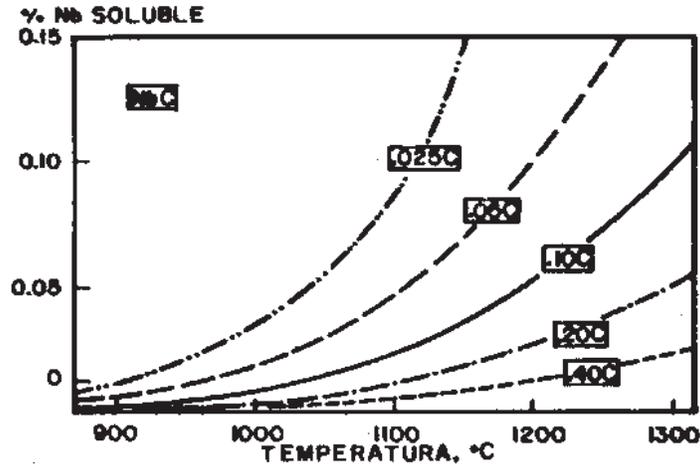


Figura 2.21. Solubilidad del Nb en la austenita a varias temperaturas ^[17].

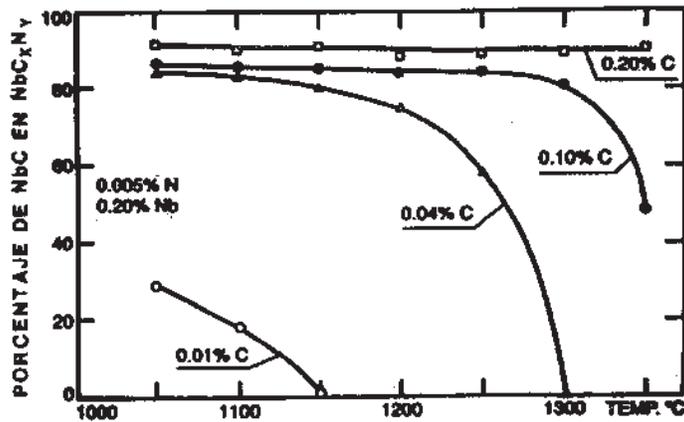


Figura 2.22. Cambio de la composición de Nb C_xN_y como una función del contenido de carbono y de la temperatura de precipitación ^[17].

En el caso de los estudios realizados hasta el momento; los carburos de niobio (NbC) presentan una progresiva formación a 925 °C y una solubilidad a 1350°C encontrando que el mayor porcentaje de precipitación esta dado a ~1100 °C .

Los carburos de Nb son más solubles en la austenita que en la ferrita y los nitruros de Nb son menos solubles, además que la relación estequiometrica de los carburos de Nb esta dada por NbC_x en la que corresponde Nb₁C_{0.87} cercana a una relación 1 a 1 mostrando una estructura FCC.

Los nitruros de Nb son más estables que los carburos en la austenita, aunque a 1000 °C la formación de carburos de Nb es mayor que los nitruros [2,20].

2.5.2. PRECIPITACIÓN DURANTE LA DESCOMPOSICIÓN DE LA AUSTENITA.

La transformación de austenita a ferrita provee sitios para la nucleación de los carburos o nitruros y estos crecerán hasta que un borde de otra superficie interrumpa su crecimiento. Las partículas de las segundas fases pueden crecer por una permanencia a elevadas temperaturas en el rango de la ferrita esta referencia esta descrita por Ostwald R.[3].

Enfriamientos rápidos aplicados a aceros con bajos contenidos de carbono pueden efectivamente suprimir la reacción de precipitación en los límites de grano [2].

2.5.3. EFECTO DEL NIOBIO SOBRE LA RECRISTALIZACIÓN.

El principal efecto del niobio es elevar la temperatura de recristalización (Tr) de la austenita deformada, Tr, y su influencia es superior a la del titanio y vanadio (Figura 2.23).

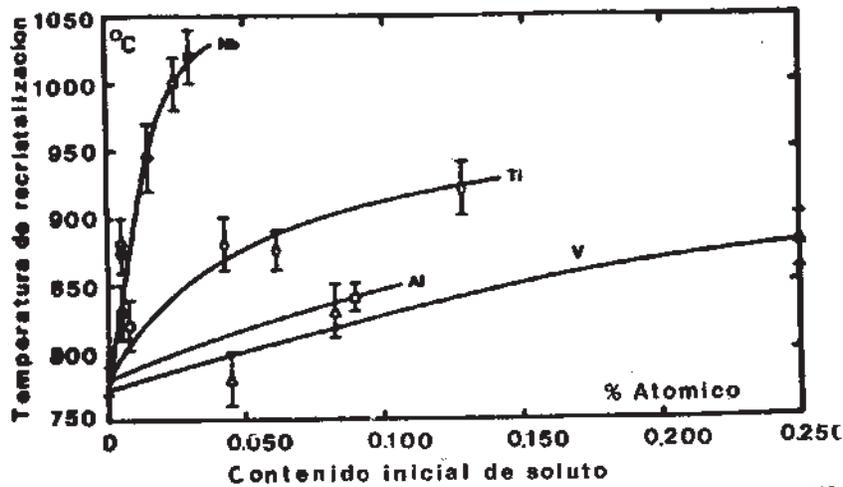


Figura 2.23. Efecto de los elementos microaleantes sobre la temperatura de recristalización [2].

Éste efecto del Nb puede realizarse con la presencia de otros elementos microaleantes: por ejemplo en combinación con el vanadio eleva más la Tr. El Nb en cantidades muy pequeñas (inferiores a 0.015%) ejerce una influencia muy apreciable sobre la recrystalización, (Figura 2.24), el Nb es un inhibidor muy eficiente de la recrystalización de la austenita deformada, durante la deformación, los precipitados inhiben la recrystalización si los carbonitruros tienen el tamaño adecuado y se encuentran en cantidad suficiente; al precipitar los carburos sobre los límites de grano y los defectos producidos en la austenita deformada, impiden la recrystalización [17].

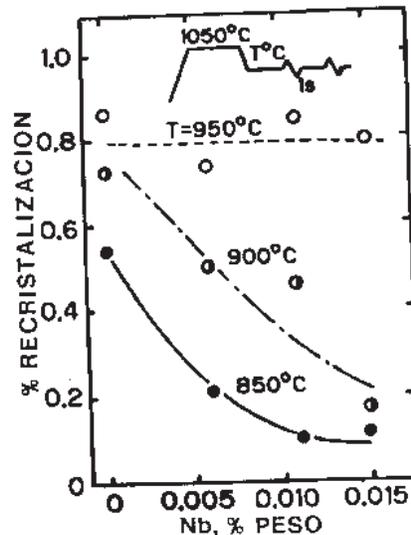


Figura 2.24. Efecto de la cantidad de Nb sobre la cinética de recrystalización [17].

2.5.4. EFECTO DEL NIOBIO SOBRE LA LÍNEA A_{c_3} .

El niobio en solución o precipitado ejerce una influencia pronunciada sobre la temperatura de transformación de la austenita A_{c_3} , (Figura 25). Cuando el niobio está disuelto retarda la transformación. El niobio en solución reduce apreciablemente la temperatura de transformación de la austenita (A_{c_3}), en relación con otros elementos como el manganeso (Figura 2.26). Si hay precipitación de NbC, inducida por deformación, la temperatura de transformación A_{c_3} , se eleva. En aceros enfriados

aceleradamente, se debe buscar una adecuada combinación de Nb en solución, de tamaño de grano austenítico y de velocidad de enfriamiento para asegurar una transformación óptima de la austenita. El efecto del Nb como soluto se puede combinar con el boro o con el molibdeno para producir ferrita acicular o bainita con enfriamiento acelerado. Aún en cantidades muy pequeñas el Nb ejerce una gran influencia sobre la transformación de la austenita. En la figura 2.27 el diagrama revela que la “nariz” de la curva de la ferrita y la bainita se recorrieron a la derecha con la adición de 0.01% Nb^[17].

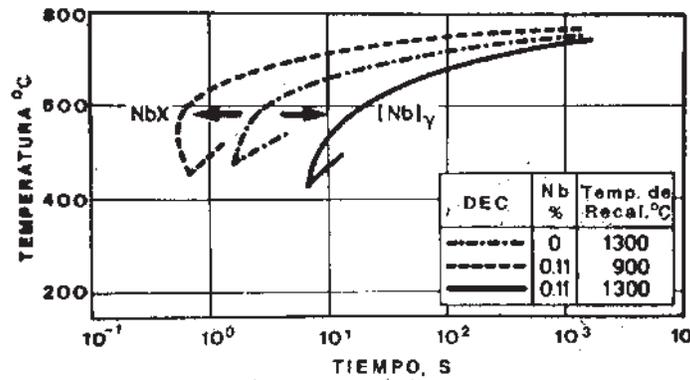


Figura 2.25. Diagramas de enfriamiento continuo que muestran el efecto del Nb sobre la temperatura de descomposición de la austenita^[17].

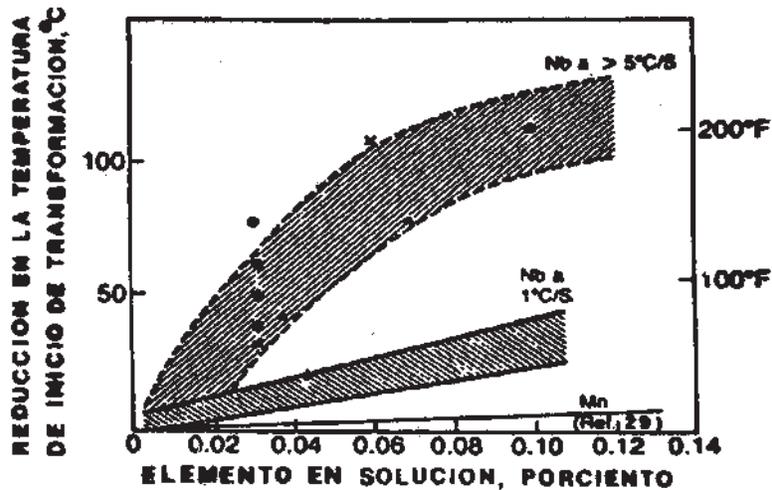


Figura 2.26. Efecto del Mn y el Nb sobre la temperatura de transformación de la austenita^[17]

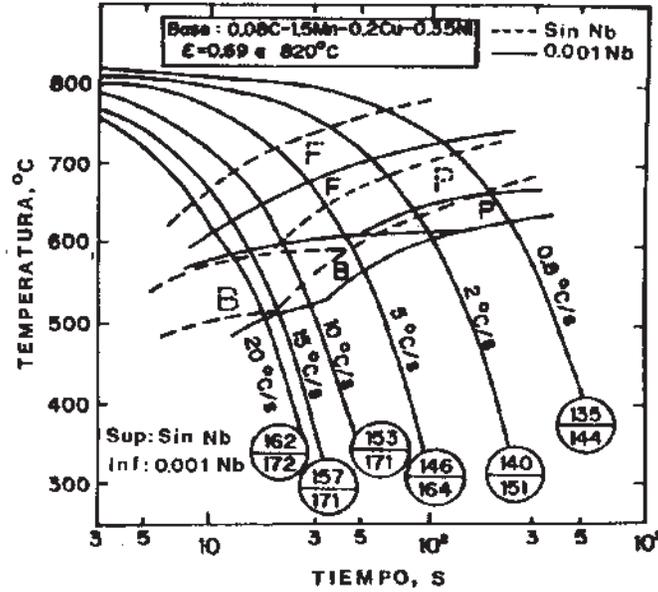


Figura 2.27. Diagramas de transformación continua para un acero base con 0.01% de Nb deformados en caliente a 820°C ^[17].

2.5.5. EL EFECTO DEL Nb SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO.

Los reportes del efecto del Nb sobre las propiedades mecánicas de los aceros dependen de la cantidad de éste y del proceso de fabricación del acero. El Nb en porcentajes de 0.01% con laminación controlada y enfriamiento acelerado aumenta la resistencia a la cedencia y reduce ligeramente la temperatura de transición al impacto. La presencia del Nb conduce a un mejor balance entre la resistencia a la tensión y la tenacidad^[17].

2.6. OTROS ELEMENTOS EN EL ACERO DF.

Los elementos de aleación pueden influir de las siguientes maneras:

- Controlar (retardar) la precipitación.
- Afectar la temperatura de transición de la austenita.
- Endurecer por solución sólida.
- Dar al acero otras propiedades deseables.

2.6.1. CARBONO.

Los estudios que se han realizado en los aceros de alta resistencia y baja aleación revelan que el carbono es un elemento que incrementa considerablemente la resistencia a la tensión del acero por solución sólida, dado que aumentando la cantidad de éste elemento se incrementa el porcentaje de perlita en los aceros enfriados al aire, pero a expensas de otras propiedades tales como la solubilidad, la formabilidad y la tenacidad; además de que éste elemento funge como elemento estabilizador de la fase austenita^[15,31,45].

Los reportes que se han presentado en los ADF revelan que el porcentaje de carbono es determinante para la reacción martensítica que es fundamental en la etapa del proceso TTI y característico de estos aceros, además de que el carbono incrementa la dureza de la austenita. De hecho el contenido de carbono debe mantenerse bajo para mejorar la tenacidad^[33,45].

2.6.2. MANGANESO.

Por lo reportado en los estudios de los aceros, el manganeso es un desoxidante eficiente por su afinidad con el azufre y con el oxígeno para formar óxidos y sulfuros de manganeso. El manganeso es un endurecedor por solución sólida y aumenta la templabilidad, la resistencia y es promotor de la tenacidad. Éste elemento tiende a formar carburos pero con menos estabilidad que los formados con otros elementos como el cromo o titanio. Incrementando el contenido de manganeso el carbono disminuye estabilizando la austenita.

En los ADF éste elemento contribuye en retardar la temperatura de transformación, contribuyendo al refinamiento de grano ferrítico. Además, en la etapa del temple el Mn disminuye la temperatura a la cual se forma la fase martensítica aumentando la posibilidad de retardar la austenita^[14]. Ha sido comprobado en forma particular que en los ADF el Mn estabiliza la austenita pero cuando la presencia de éste elemento es

excesiva la transformación de la ferrita es suprimida. La temperatura crítica de enfriamiento decrece en función de la disminución de los contenidos de Mn, así como también para los contenidos de Si, Cr y Mo^[28].

Debido a su afinidad con el carbono, el manganeso desplaza el punto eutectoide hacia la izquierda incrementando la cantidad de perlita para el mismo contenido de carbono, lo cual afecta las propiedades del material ^[26,36,46].

2.6.2.1. EFECTO DEL MANGANESO SOBRE LA TEMPERATURA DE TRANSFORMACIÓN DE LA AUSTENITA.

El manganeso favorece la estabilización de la fase austenita y tiende a bajar su temperatura de transformación, ocasionando el refinamiento de la ferrita, (Figura 2.28), especialmente cuando se lamina con grandes deformaciones en los rangos de la fase austenítica. En las figuras 2.26 y 2.28, se observa que al aumentar el contenido de manganeso disminuye la temperatura de transformación de la austenita lo que promueve la formación de estructuras bainíticas y martensíticas, en los aceros de elevado contenido de carbono y sometidos a elevadas velocidades de enfriamiento ^[17].

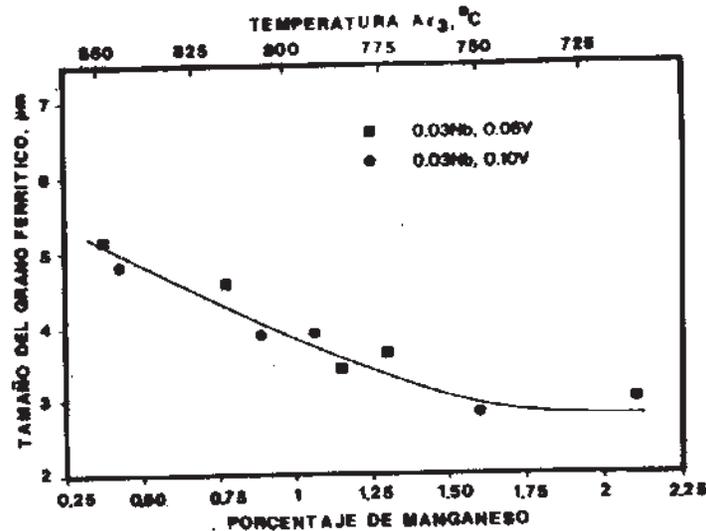


Figura 2.28. Tamaño del grano de ferrita en aceros al Nb-V como una función del contenido de Mn. Los aceros se redujeron un 75% por debajo de la Tr ^[17].

2.6.2.2. EL MANGANESO Y RECRISTALIZACIÓN DE LA AUSTENITA.

Con una misma temperatura de recalentamiento y porcentajes cada vez más elevados de manganeso la recristalización de la austenita es más rápida. En un acero de bajo carbono y microaleado al niobio, la solubilidad del NbC aumenta con el contenido de manganeso. Además de que ha sido reportado ^[21] que el manganeso afecta la solubilidad del NbC.

2.6.2.3. EL MANGANESO Y LA SEGREGACIÓN.

El manganeso en el acero promueve la segregación del fósforo en el borde de grano austenítico afectando severamente la tenacidad; y cambiando al mismo tiempo el comportamiento de la fractura, de transgranular a intergranular. Éste efecto puede compensarse agregando una cantidad adecuada de silicio en el acero ^[17].

2.6.3. CROMO.

Tiene un moderado efecto endurecedor, adiciones superiores de 0.4% incrementa la temperatura de transición al impacto (TTI), además de generar la tendencia a formar martensita y ayuda a prevenir la corrosión ^[2].

2.6.4. MOLIBDENO.

Es un potente agente endurecedor en los aceros templados y revenidos. El molibdeno incrementa la temperatura de transición cuando la adición supera 0.2% y luego tiende a disminuir cuando la adición es de 0.4%. El Mo incrementa relativamente la cantidad de carburos en la estructura y retarda la precipitación en la austenita además de disminuir la susceptibilidad de la fractura en el temple. Además de mejorar las propiedades cuando se trabaja a temperaturas elevadas y estabiliza la fase ferrita ^[17,31,44].

Adiciones de molibdeno en los ADF han sido encontrado particularmente benéfico en la supresión de la transformación perlítica sin la prevención de la formación de perlita poligonal durante el enfriamiento^[3].

2.6.5. SILICIO.

El silicio se adiciona al acero para la desoxidación del mismo, usualmente está presente en cantidades superiores a 0.35%, lo cual asegura la producción de lingotes sanos. El silicio disminuye la maquinabilidad, la forjabilidad, la soldabilidad para los aceros, así como incrementa la uniformidad en la elongación de la ferrita a un esfuerzo constante, debe hacerse notar que los contenidos de 2% Si y 0.2% P tienen una gran uniformidad de la elongación como los aceros convencionales HSLA^[12,44].

En los ADF el silicio también incrementa resistencia a la tensión por endurecimiento por solución sólida además de mejorar la ductilidad. El silicio puede incrementar el contenido de carbono en la fase ferrítica además de contribuir a la dispersión de la segunda fase que es la martensita^[3, 12,45].

El silicio es utilizado para inhibir o retardar la formación de cementita e incrementar el enriquecimiento de carbono en la austenita durante la transformación bainítica, además de fungir como elemento estabilizador de la fase ferrita^[10,15].

Ha sido reportado que en los ADF con contenidos de Mn, Si, Cr el Si acelera la transformación de la ferrita y estabiliza la austenita además de acelerar la reacción poligonal de la ferrita y el silicio en conjunto con el cromo incrementan la dureza de la austenita remanente^[12].

2.6.6. FÓSFORO.

El fósforo es uno de los mejores endurecedores por solución sólida sustitucional, además de generar una uniformidad de elongación que incrementa el límite elástico, resistencia a la tracción, resistencia mecánica en caliente, maquinabilidad, tendencia a segregaciones, tendencia a la fragilidad en caliente, resistencia al desgaste y la templabilidad reduciendo la resistencia a la fatiga^[12,44].

Ha sido reportado que el fósforo en los ADF en cantidades menores a 1 % en peso contribuye a la uniformidad de elongación y la resistencia a la tensión^[12,36].

2.6.7. AZUFRE.

Éste elemento incrementa la maquinabilidad, la dureza, la fragilidad en caliente, además de disminuir el alargamiento, límite elástico, soldabilidad, forjabilidad y la templabilidad^[44].

2.6.8. ALUMINIO.

Funge principalmente como elemento desoxidador y afinador de grano en el proceso de fabricación del acero. En las propiedades del acero, el aluminio incrementa; la resistencia mecánica en caliente y la resistencia a la corrosión^[44] además de que éste elemento estabiliza la fase ferrita^[15].

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

Se diseñó una estrategia de investigación la cual se muestra en la figura 3.1 que consistió en primeramente en fabricar el acero doble fase con la composición química requerida y establecida en la tabla 3.1. Para la obtención de esta composición en cada una de las coladas fue necesario realizar el balance de carga para cuantificar la adición de elementos en el horno.

Tabla 3.1. Valores promedio de la composición química requerida para un acero doble fase producido por un tratamiento termomecánico y un posterior tratamiento térmico intercrítico ^[3].

| Técnica de producción | C% | Mn% | Si% | Cr% | Mo% | Al% | N% | S% | P% | Otros |
|-----------------------|------|-----|------|------|------|------|----|-------|-------|---------------|
| Laminado | 0.06 | 0.9 | 1.35 | 0.50 | 0.35 | 0.03 | - | 0.010 | 0.010 | Tierras Raras |

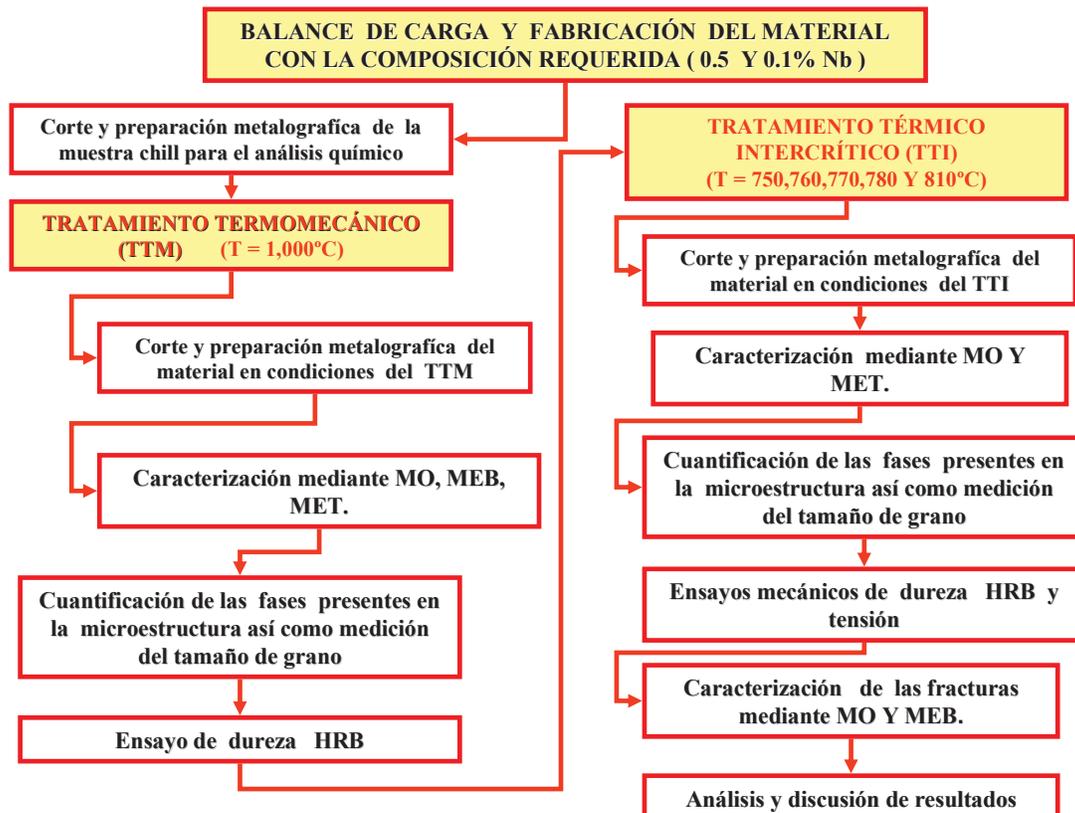


Figura 3.1. Estrategia del desarrollo experimental

3.1. BALANCE DE CARGA.

Primeramente se analizó la cantidad en peso requerida de cada elemento para una carga de 100 kg tomando en cuenta la composición promedio de estos elementos contenidos en la chatarra y el hierro a utilizar como materias primas (Tabla 3.2).

Tabla 3.2. Porcentajes de los elementos necesarios para la fabricación de un ADF y contenido de los elementos en el hierro y chatarra respectivamente a utilizar en la fabricación de la aleación.

| Elementos | % en peso de elemento en un ADF | % en peso Promedio contenido en el Hierro BC | % en peso Promedio contenido en la Chatarra |
|------------------|---------------------------------|--|---|
| CARBONO | 0.06 | 0.018 | 0.08 |
| MANGANESO | 0.9 | 0.13 | 0.456 |
| SILICIO | 1.35 | 0.21 | 0.125 |
| CROMO | 0.5 | 0.019 | 0.008 |
| MOLIBDENO | 0.35 | 0.032 | 0.027 |

En la tabla 3.3 se analiza el porcentaje en peso que se necesita de cada uno de los elementos para la fabricación de la aleación, en la tabla 3.4 se muestra el porcentaje de pérdidas para cada uno de los elementos al momento de la fundición que debemos de tomar en cuenta para nuestro análisis.

Tabla 3.3. Balance de carga para la fundición de 100 kg de aleación.

| | Suma del % promedio en peso de chatarra y Hierro | % en peso requerido para la fabricación de un ADF | % en peso que se necesita adicionar a la fundición | En kg. se necesita adicionar para una carga de 100 kg | En g se necesita adicionar para una carga de 100 kg |
|-----------|--|---|--|---|---|
| C | 0.098 | 0.06 | ----- | ----- | ----- |
| Mn | 0.586 | 0.9 | 0.413 | 0.413 | 413.333 |
| Si | 0.335 | 1.35 | 1.014 | 1.014 | 1014.333 |
| Cr | 0.027 | 0.5 | 0.473 | 0.473 | 473 |
| Mo | 0.059 | 0.35 | 0.290 | 0.290 | 290.333 |

Tabla 3.4. Porcentaje de pérdidas para los elementos de la aleación.

| % Pérdidas | Elementos |
|------------|-----------|
| ----- | C |
| 1.15 | Mn |
| 1.1 | Si |
| 1.25 | Cr |
| 1.1 | Mo |

Para el caso del molibdeno el cual se encuentra de manera aleada con el elemento Fe como Fe-Mo (Ferro-molibdeno) debemos considerar el porcentaje presente de cada elemento:

$$\text{Fe} = 63\% \text{ y el Mo} = 37\%$$

Lo cual nos indica que si para 100 kg en peso de la carga de la fundición se necesita adicionar 290.333 g de molibdeno y esto a su vez es el 37% de una composición Fe-Mo, y tomando en cuenta las pérdidas del Molibdeno (1.1% en peso) tenemos que:

$$290.333 \text{ g} \longrightarrow 100\% \text{ Mo}$$

$$X \longrightarrow 1.1\% \text{ Mo}$$

$$\frac{1.1\% \times 290.333 \text{ g}}{100\%} = 3.193 \therefore$$

$$3.193 \text{ g} + 290.333 \text{ g} = 293.526 \text{ g Mo}$$

$$37\% \text{ de Mo} \longrightarrow 293.526 \text{ g Mo}$$

$$63\% \text{ de Fe} \longrightarrow X \text{ g}$$

$$X = \frac{63\% \times 293.526 \text{ g}}{37\%} = 499.789 \text{ g Fe}$$

Ahora es necesario sumar las cantidades obtenidas de Fe y Mo para obtener el 100% de material Fe-Mo para agregar.

$$499.789 \text{ g (63\% de Fe)} + 293.526 \text{ g (37\% de Mo)}$$

$$= 793.316 \text{ (Fe- Mo 100\%)}$$

Por lo que la concentración de resultados para la aleación sin contenidos de Nb está presente en la tabla 3.5.

Tabla 3.5. Balance de carga en consideración de Fe-Mo.

| <i>ELEMENTO</i> | <i>Gramos</i> |
|-----------------|---------------|
| <i>C</i> | ----- |
| <i>Mn</i> | 413 |
| <i>Si</i> | 1014 |
| <i>Cr</i> | 473 |
| <i>Mo</i> | 290 |
| <i>Fe-Mo</i> | 793 |

Ahora como procedimiento final debemos de considerar un porcentaje de pérdida para cada elemento (Tabla 3.6).

Tabla 3.6. Balance de carga completo para la aleación sin contenidos de elemento Nb.

| <i>ELEMENTO</i> | <i>Gramos</i> | <i>Pérdidas en %</i> | <i>Gramos totales a adicionar</i> |
|-----------------|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| <i>C</i> | ----- | ----- | 0 |
| <i>Mn</i> | 413 | 1.15 | 418 |
| <i>Si</i> | 1014 | 1.1 | 1025 |
| <i>Cr</i> | 473 | 1.25 | 478 |
| <i>Fe-Mo</i> | ----- | 1.1 | 793 |

Sabiendo que el elemento Nb se encuentra como Fe-Nb, por lo tanto, tomando en cuenta que contiene un 60% Fe y un 40% Nb y además conociendo que el Nb tiene un 0.10% pérdidas realizamos los siguientes cálculos.

PARA 0.10% DE ADICIÓN DE Nb

Lo cual nos indica que si para 30 kg que es el peso contenido en la olla donde se vaciara el elemento para la aleación, se necesitara adicionar 0.03 kg = 30 g de niobio, además debemos considerar que el niobio se encuentra en aleación con el Fe (Ferro-Niobio) de lo que el 100% de la aleación el 40% es Nb.

$$X = \frac{30g \times 0.10\%}{100\%} = 0.03g + 30g = 30.03g \text{ de Nb}$$

$$40\% \text{ de Nb} \longrightarrow 30.03 \text{ g Nb}$$

$$60\% \text{ de Fe} \longrightarrow X \text{ g}$$

$$X = \frac{60\%Fe \times 30.03gNb}{40\%Nb} = 45.045g \text{ de Fe}$$

$$45.0455g (60\% \text{ de Fe}) + 30.033g (40\% \text{ de Nb}) = \mathbf{75.075g \text{ de Fe-Nb}}$$

PARA 0.5% DE ADICIÓN DE Nb.

Para el caso de una aleación con contenido de 0.5% se necesita adicionar 0.15 kg = 150 g de niobio y esto a su vez es el 40% de una composición Fe-Nb, y tomando en cuenta las pérdidas del Nb que es del 0.10% tenemos que:

$$X = \frac{150g \times 0.10\%}{100\%} = 0.15g + 150g = 150.15g \text{ de Nb}$$

$$\begin{array}{l}
 40\% \text{ de Nb} \quad \longrightarrow \quad 150.15 \text{ g Nb} \\
 60\% \text{ de Fe} \quad \longrightarrow \quad X \text{ g}
 \end{array}$$

$$X = \frac{60\%Fe \times 150.15gNb}{40\%Nb} = 225.225g \text{ de Fe}$$

$$225.225g (60\% \text{ de Fe}) + 150.15g (40\% \text{ de Nb}) = 375.375 \text{ g de Fe-Nb}$$

Como resultados obtenidos de los cálculos, se define utilizar las siguientes cantidades de elementos para fabricar un acero doble fase con los porcentajes respectivos de 0.5% y 0.10% de Nb. (Tabla 3.7).

Tabla 3.7. Balance de carga generalizado para las tres aleaciones de Nb (0, 0.1, 0.5%).

| <i>ELEMENTO</i> | <i>GRAMOS</i> |
|------------------------|----------------------|
| <i>C</i> | <i>-----</i> |
| <i>Mn</i> | <i>475</i> |
| <i>Si</i> | <i>1115</i> |
| <i>Cr</i> | <i>591</i> |
| <i>Fe-Mo</i> | <i>793</i> |
| <i>Fe-Nb(0.10% Nb)</i> | <i>75g de Fe-Nb</i> |
| <i>Fe-Nb(0.5% Nb)</i> | <i>375g de Fe-Nb</i> |

3.2. PROCESO DE FABRICACIÓN DEL ACERO.

El proceso de fabricación del acero fue realizado en el Departamento de Fundición del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (IIM) de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (U.M.N.S.H.) en un horno de inducción abierto con capacidad de 250 kg con una unidad de potencia nominal de salida de 150 KW, frecuencia de 1200 Hz, límite de voltaje de 2400 Volts, con sistema de enfriamiento (cuatro tanques de agua, tres bombas, torre de enfriamiento y controles) sistema de volteo (hidráulico) (Figura 3.2).

Después de haber realizado el balance de carga tomando en cuenta las pérdidas se procedió a la limpieza del óxido presente en la chatarra y en el hierro, una vez limpio el material se cargó en el horno elevando la temperatura hasta el orden de los 1600°C aproximadamente y se esperó hasta que la carga estuviera plenamente fundida para posteriormente desoxidar el baño metálico con aluminio. Subsiguientemente, se adicionaron los porcentajes calculados de manganeso, silicio, cromo y ferro-molibdeno.

La carga fue parcialmente vaciada en una olla de capacidad de 30 kg con el fin de realizar las adiciones del elemento microaleante como ferro-niobio (FeNb) para sus dos porcentajes; 75 g de Fe-Nb para 0.1 % y 375 g de Fe-Nb para 0.5 % (Figura 3.1).

Por lo tanto se produjeron tres coladas con diferente composición:

1. Una se produjo sin adición de Niobio para obtener el acero doble fase sin aleación y tenerlo como base de comparación.
2. La segunda se produjo con 0.1% en peso de Nb que es el máximo permitido para considerarse como microaleación.
3. Finalmente a la tercera se la adicionó un 0.5% en peso de Nb con el fin de promover un máximo en la formación de nitruros, carburos o carbonitruros de niobio.

Se fabricaron lingoteras de solera (7.6 cm x 7.6 cm por 30 cm de longitud) donde se vació la carga proveniente de las 3 ollas de 30 kg (Figura 3.3). Se utilizaron mazarotas que fungieron como elemento auxiliar para dirigir adecuadamente el chorro del metal líquido dentro de la lingotera durante la operación de vaciado. En la figura 3.4 se describe la estructura interna en los lingotes por causa de la solidificación.

Las mazarotas fueron preparadas realizando una mezcla con los componentes mencionados en la tabla 3.8 después de haber mezclado los elementos, se moldeó la forma de la mazarota en verde en un molde de madera y al final se llevó a la cocción en un horno a temperatura promedio de 200°C durante 8 hrs.

Tabla 3.8. Componentes y contenidos para la fabricación de las mazarotas.

| COMPONENTE | CONTENIDO |
|------------------|-----------|
| Arena sílica | 10 kg |
| Harina de trigo | 250 gr |
| Aceite de linaza | 250 gr |
| Agua | 250 gr |
| Bentonita | 50 gr |

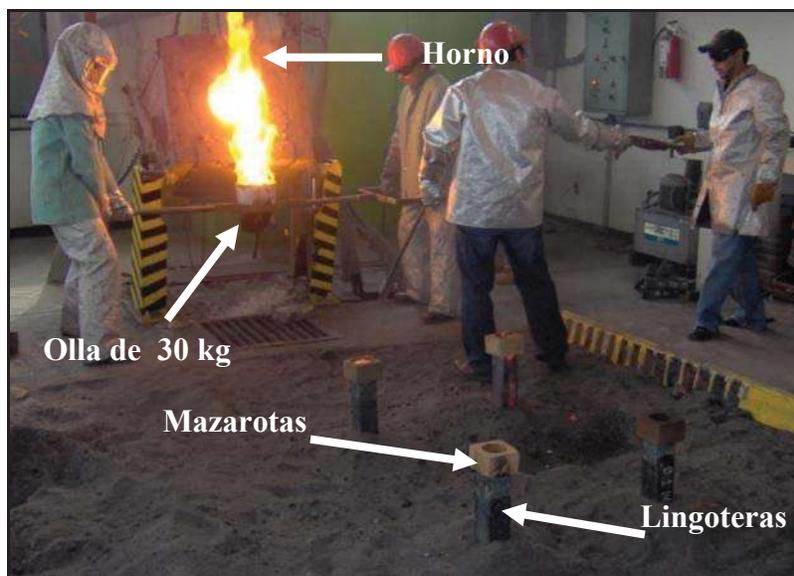


Figura 3.2. Aspecto del proceso de fundición del acero DF.



Figura 3.3. Aspecto del proceso de vaciado así como el de recolección de las muestras chill.

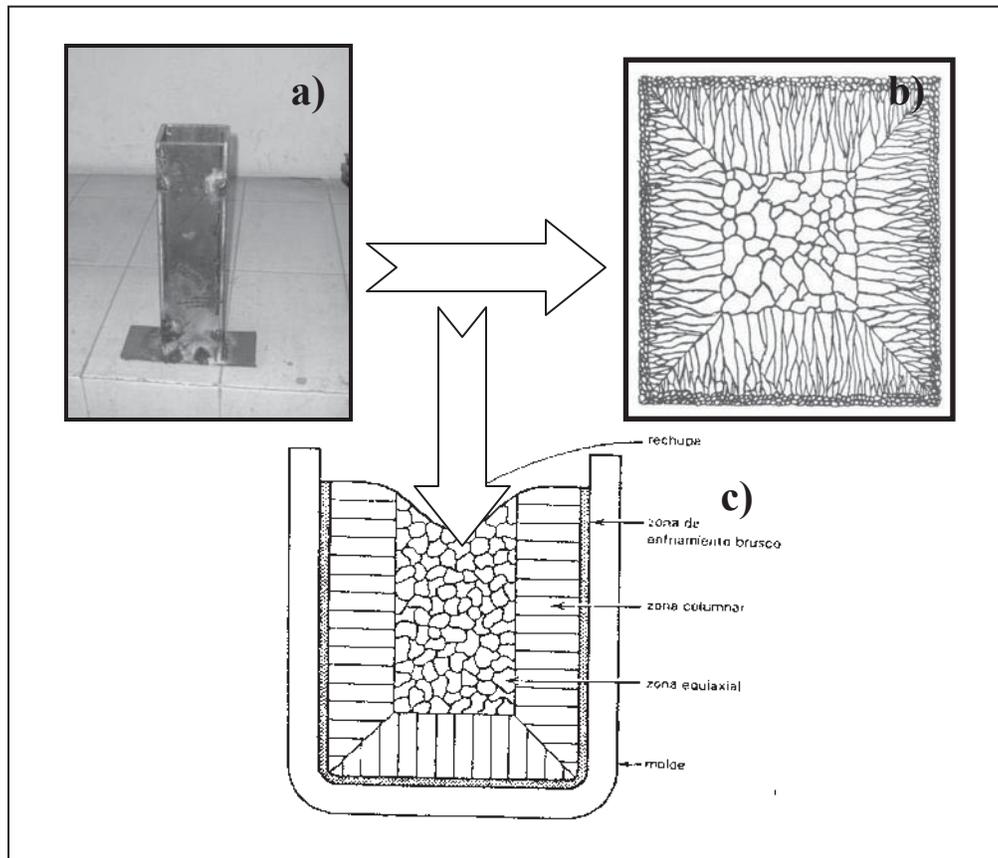


Figura 3.4. Esquema de la estructura generada en los lingotes del ADF proveniente de la colada. a) Lingotera. b) estructura interna del lingote. c) corte transversal de la estructura de un lingote^[26,27].

Como siguiente paso se extrajeron muestras chill de cada una de las aleaciones (Figura 3.3) y al solidificar éstas se procedió a enviarlas para su análisis químico en la planta DeAcero en Celaya Gto por el método de espectrometría. Para corroborar los porcentajes de elementos contenidos en el acero y que correspondieran a los datos de la bibliografía [21] (Tabla 3.2) para un acero doble fase y proseguir con el proyecto de investigación.

3.3. TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO (TTM).

Una vez obtenidos los lingotes, estos se seccionaron para así obtener piezas de ($7.6 \times 7.6 \times 10$ cm) las cuales fueron sometidas a un tratamiento termomecánico llevado a cabo en un laminador de dos rodillos de 50 toneladas (Figura 3.5). Éste proceso comenzó con el calentamiento de cada uno de estos a la temperatura de 1000°C dentro del rango austenítico ($\sim\text{Ac}_3 + 30^{\circ}\text{C}$)^[3] correspondiente al contenido de carbono para nuestra aleación (Figura 3.6). Esta temperatura es establecida por la bibliografía^[20] para estar en la etapa de recristalización y obtener un tamaño de grano óptimo y además de tener un rango de temperatura para realizar el tratamiento termomecánico antes de atravesar la línea Ac_3 ^[27] (Figura 3.7).

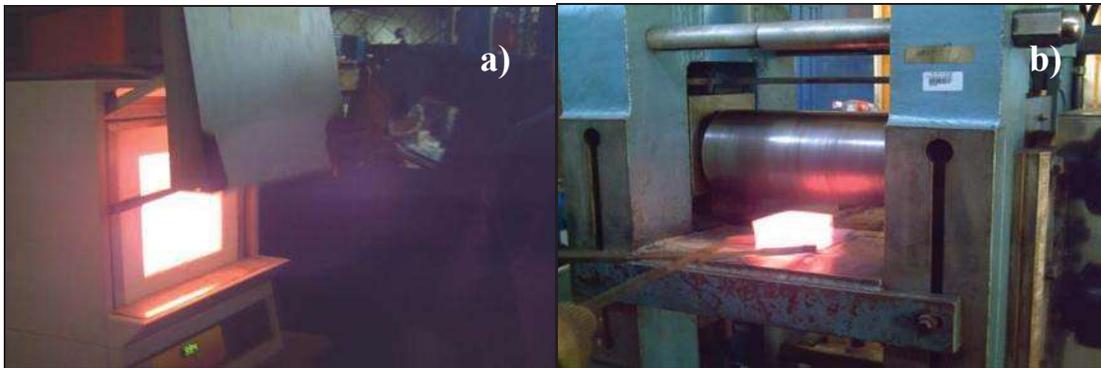


Figura 3.5. Aspectos del proceso del tratamiento termomecánico a) calentamiento en el horno. b) etapa de laminación.

A esta temperatura dentro del rango austenítico se destruye las estructuras provenientes de la colada. Cabe mencionar que el tiempo de permanencia fue de 1:50 hrs para obtener una homogenización del material dentro de la fase austenítica .

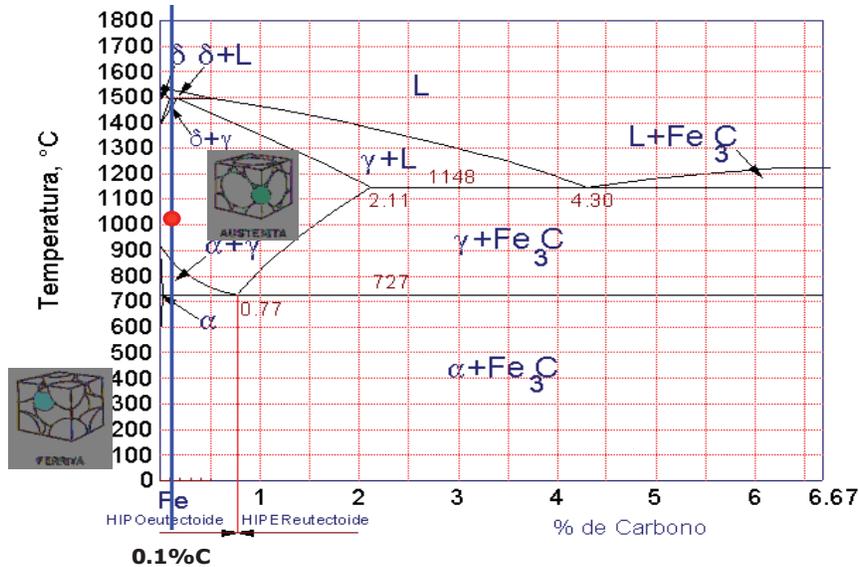


Figura 3.6. Representación esquemática del calentamiento de los lingotes en el diagrama Fe-C dentro del rango austenítico a 1000 °C para el ADF con contenido de 0.1% C que es el contenido real de C que se tiene en el ADF de éste proyecto de investigación

En esta etapa de deformación plástica, es donde se espera que tome lugar el proceso de recuperación y recristalización dinámica de los granos austeníticos. El niobio disuelto, tomará efecto retardando el proceso de recristalización, además de que en esta etapa de recuperación y recristalización la formación de carburos y nitruros de niobio (Nb(C,N)) forman un mecanismo de obstáculo en los límites de grano recristalizado e impiden el proceso de crecimiento posterior de estos, lo cual, provocará que los granos recristalizados libres de defectos tengan un tamaño pequeño o fino^[3]. La temperatura de las placas después de la laminación se midió con un pirómetro láser para poder sustentar los resultados.

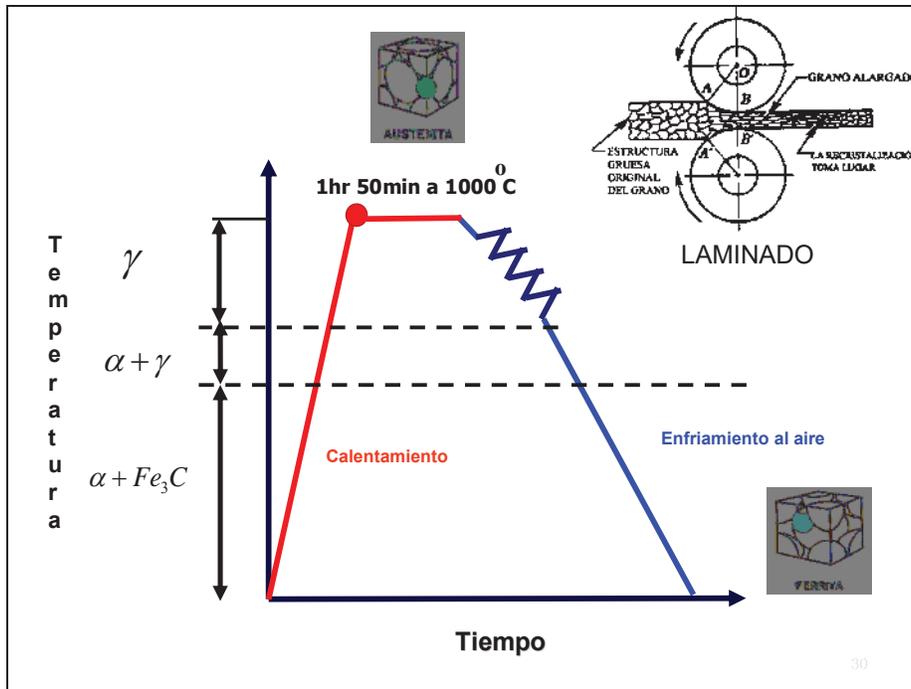


Figura 3.7. Diagrama tiempo-temperatura del tratamiento termomecánico (TTM) al que se sometió el ADF.

Las secciones de lingotes fueron reducidas desde un espesor de 10 cm a 2.5 cm con el objetivo de conformar las placas. En esta etapa la reducción de área fue del 69% (Figura 3.8):

$$A_i = 76cm^2 \text{ y } A_f = 23.75cm^2$$

$$RA = \frac{A_i - A_f}{A_i} = \frac{76cm^2 - 23.75cm^2}{76cm^2} \times 100 = 68.75\%$$

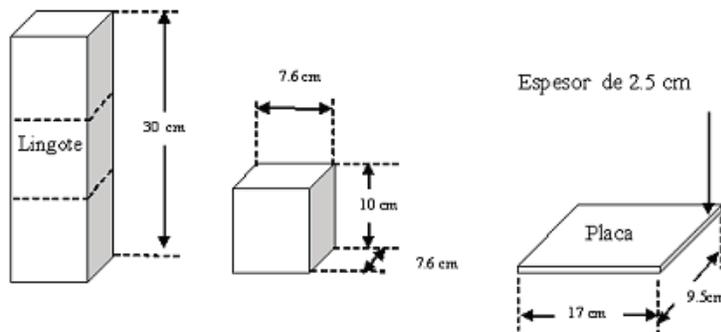


Figura 3.8. Diagrama representativo del procesamiento de los lingotes hasta la producción de las placas.

3.4. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PROVENIENTES DEL TTM PARA EL ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ÓPTICA.

Después de haber realizado el tratamiento termomecánico se seccionó una pieza de las placas ($2.5 \times 2.5 \times 1$ cm) de cada una de las tres composiciones (0%, 0.1% y 0.5% de Nb) para realizar el análisis metalográfico en condiciones finales de la laminación en un microscopio óptico (MO), por lo que se tomaron las muestras y se desbastaron sobre lijas de agua, comenzando en orden decreciente con la lija más gruesa N° 100, y después con las más finas desde 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 y finalmente 1500 (escala FEPA), entre cada cambio de lija la orientación del pulido cambió de transversal a longitudinal o viceversa esto para ir eliminando las ralladuras ocasionadas por la lija antecesora .

Como paso final de la preparación de las probetas, se sometió la superficie a la rotación de un paño al cual se le adicionó pasta de diamante de $6 \mu m$ y que además durante el pulido en el paño fue adicionado lubricante para la dispersión de la pasta. Al término de éste pulido se enjuagó la pieza con alcohol y finalmente se secó. Posteriormente se cambió a un paño limpio y se aplicó pasta de $3 \mu m$ y se realizó el mismo procedimiento, finalmente, se procedió a utilizar pasta de $1 \mu m$ llevando acabo los mismos pasos para obtener un acabado a espejo de nuestras piezas.

Para revelar la microestructura fue necesario atacarlas químicamente utilizando nital al 2% que está compuesto de 2% de ácido nítrico y 98% de alcohol. Las muestras pulidas fueron sumergidas dentro del nital en promedio 15 seg. Para después ser enjuagadas en con el objetivo de retirar los residuos presentes y finalmente ser secadas.

3.5. ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ÓPTICA (MO) EN LA ETAPA DEL TTM.

Se procedió a analizar las muestras atacadas químicamente en un microscopio óptico (MO) y de éste análisis se recabaron un conjunto de fotomicrografías, las cuales fueron analizadas para diferenciar las fases presentes con apego y fundamento de la revisión bibliográfica ^[3] ya que cada una presentó diversas tonalidades a causa del ataque químico, con éste hecho se procedió a analizar las imágenes con un Software analizador de imágenes llamado *Sigma Scan pro 5* para hacer la cuantificación de cada una de las fases presentes, así como el tamaño de grano y poder discernir los posibles resultados en la siguiente etapa de éste proyecto de investigación.

3.6. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET) EN LA ETAPA DEL TTM.

Después de haber identificado dos de las tres fases presentes en la aleación, como lo fueron la ferrita en tonalidades muy claras y la perlita en tonalidades muy oscuras, ^[3] en esta etapa se recurrió a la MET para la corroboración de la naturaleza de la tercera fase en una tonalidad intermedia. Por lo tanto, se cortó una muestra del material de aproximadamente 1 mm con un disco de diamante y posteriormente esta pieza fue desbastada con lija hasta obtener un espesor del orden de las $\sim 800 \mu m$ micras.

Habiendo finalizado lo anterior se envió la muestra a la Universidad de Sheffield en el Reino Unido, para que se le realizara el análisis por MET para obtener su patrón de difracción y con éste poder identificar la tercera fase presente.

3.7. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB) EN LA ETAPA DEL TTM.

Posteriormente de haber corroborado la presencia de las tres fases en el acero (ferrita, perlita y martensita) se realizó MEB en un microscopio *JEOL 6400 operado a 15KV* aplicando un análisis químico puntual para poder identificar la presencia de pequeñas

partículas existentes en los límites de grano de las aleaciones con contenidos de 0.1 y 0.5% Nb, asumiendo la existencia de carburos de Nb con base a lo estipulado en la revisión bibliográfica [21,20,44], y así poder justificar y sustentar los efectos de refinamiento de grano visualizados en la etapa del TTM para las aleaciones que poseían este elemento microaleante.

3.8. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO (TTI).

Después de haber obtenido las placas, se procedió a estimar las temperaturas para realizar los TTI, por lo cual se seccionaron varias muestras de las diferentes aleaciones para someterlas al tratamiento, el cual se llevó a cabo calentándolas en un horno hasta el rango ferrita-austenita ($\alpha + \gamma$) (Figura 3.9) a temperaturas de 750, 760, 770, 780 y 810 °C, (Figura 3.10). Estas temperaturas fueron seleccionadas en función del contenido de carbono (0.1%C) del acero, y aplicando la regla de la palanca para obtener un porcentaje de fase austenita como base de comparación significativo para estipular conclusiones en base a esta etapa y el porcentaje de Nb en la aleación.

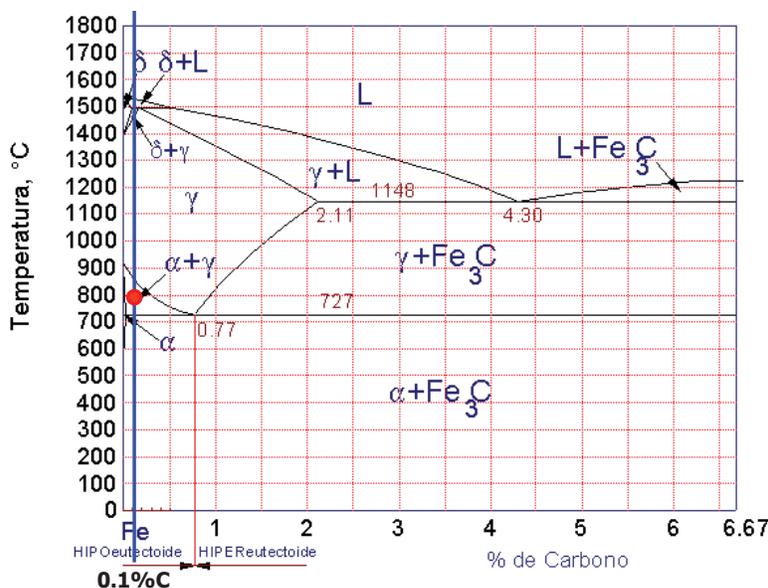


Figura 3.9. Representación esquemática del tratamiento térmico intercrítico en el diagrama Fe-C para un ADF con contenido de 0.1% de C.

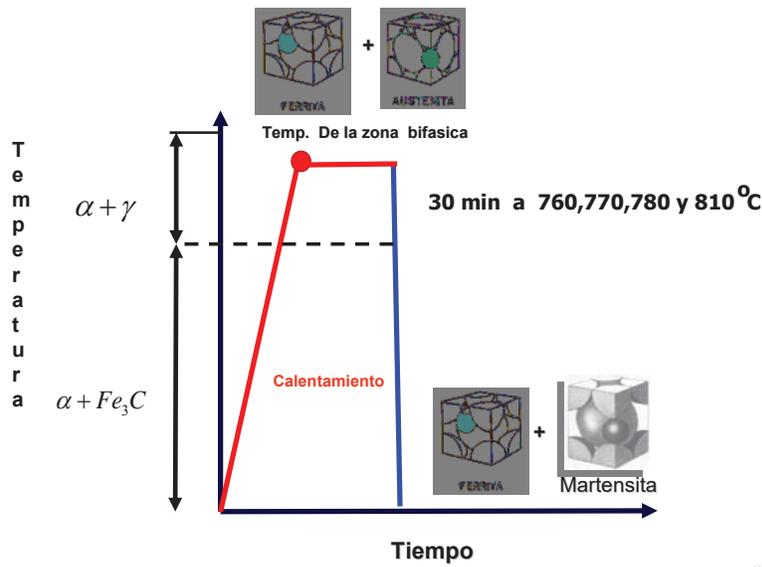


Figura 3.10. Diagrama tiempo-temperatura del tratamiento térmico intercrítico al que fue sometido el ADF.

3.9. MICROSCOPIA ÓPTICA EN LA ETAPA DEL TTI.

Después de haber realizado el TTI a las diversas temperaturas se procedió a la preparación de las muestras para el análisis por MO en las mismas condiciones que en la etapa del TTM. Se tomaron diversas fotomicrografías para después analizarlas mediante el paquete *Sigma Scan Pro 5* y realizar la cuantificación de las fases presentes.

Habiendo realizado lo anterior y cuantificando el porcentaje real de las fases presentes para cada una de las temperaturas del TTI, se seleccionaron dos temperatura para realizar el TTI que fueron 760°C y 780°C, a las cuales se encontró los porcentajes más significativos para poder establecer nuestra base comparativa y descriptiva de esta etapa del proceso en función de las cantidades de aleación.

Después de esta etapa se realizó medición del tamaño de grano proveniente del TTI para estas dos temperaturas, y conocer si es que existió y en que medida, una alteración del tamaño de grano heredado del TTM.

3.10. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN.

Con el fin de corroborar que las fases existentes en las aleaciones con 0 y 0.1% de Nb sometidas a las temperaturas 750, 760 , 770, 780 y 810 °C del TTI verdaderamente fueran las esperadas para un ADF (ferrita-martensita), se realizó MET para cada una de las muestras y analizar sus patrones para identificar la naturaleza de estas fases.

El microscopio electrónico de transmisión utilizado en la Universidad de Sheffield en el Reino Unido, fue un Phillips 420 equipado con un filamento de tungsteno con un voltaje de aceleración de 120 kv. Las muestras fueron preparadas por electropulido usando 5% de ácido perclórico, 35% Butoxyetanol y 60% de solución de metanol saliendo de un cañón de electropulido operando a 0.5 amps y 38 V.

3.11. ENSAYO MECÁNICO DE DUREZA.

En esta etapa del proceso se realizaron los ensayos de dureza Rockwel “B” (HRB) en un durómetro “ Mitutoyo ATK-600” con punta de bola con una carga de 1471 N (150 kgf) primeramente para las muestras provenientes del TTM para evaluar el comportamiento de la estructura refinada.

Se realizaron un promedio de 5 a 9 penetraciones por muestra y se promedió para obtener un valor representativo (Figura 3.11).

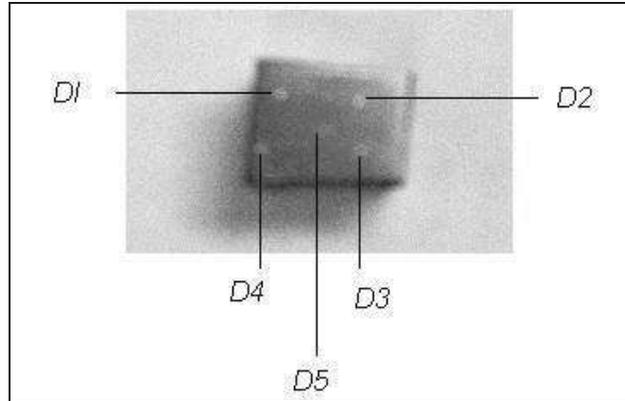


Figura 3.11. Representación de las penetraciones realizadas a una muestra para evaluar la dureza promedio de las aleaciones.

Además de que se evaluó la dureza en la etapa del TTI a temperaturas de 760, 770, 780 y 810⁰C , resaltando que las aleaciones con contenidos de 0% y 0.1% de Nb fueron las únicas que manifestaron un cambio significativo en su estructura con el decremento de la fase martensítica en función de la adición de Nb, y no así para la composición de 0.5% de Nb. Éste ensayo se realizó de la misma manera que en la etapa del proceso de laminación ya que se realizaron varias penetraciones de 5 a 9 para las aleaciones. Con estos resultados se calculó un promedio de la dureza para cada una de las temperaturas del tratamiento y poder estudiar el efecto de las temperaturas con respecto al porcentaje de Nb y su reflejó en la dureza de las aleaciones.

3.12. ENSAYO DE TENSIÓN.

Las placas fueron cortadas con espesor de 1.7 cm (Figura 3.12) para posteriormente maquinas en un torno y dar las dimensiones estipuladas por la norma ASTM E 8M. En esta etapa del maquinado se procuró dejar un sobrematerial de 5 mm ya que posteriormente estas fueron sometidas al del TTI a temperaturas de 760 y 780⁰C, y finalmente a un temple en agua con el fundamento de que estas temperaturas son las más representativas para obtener dos rangos en porcentajes de martensita significativos para poder sustentar comparaciones, por lo que, como paso posterior se procedió a concluir la manufactura de las probetas de acuerdo con las medidas marcadas por la norma (Figura 3.13). Cabe mencionar en éste apartado que la restricción de 5 mm de

sobrematerial fue para obtener probetas sanas y libres de algún agrietamiento, deformación, así como de la decarburización superficial que se presenta en el material debido al proceso del calentamiento en el horno y el temple posterior que implica el TTI.

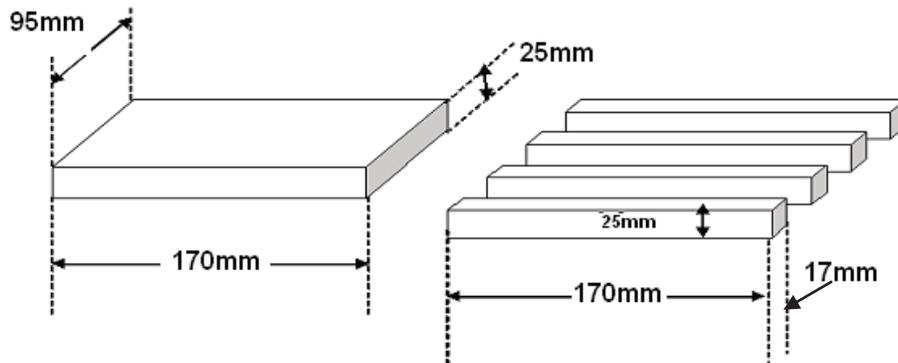


Figura 3.12. Corte y preparación de las placas provenientes del tratamiento térmico intercrítico.

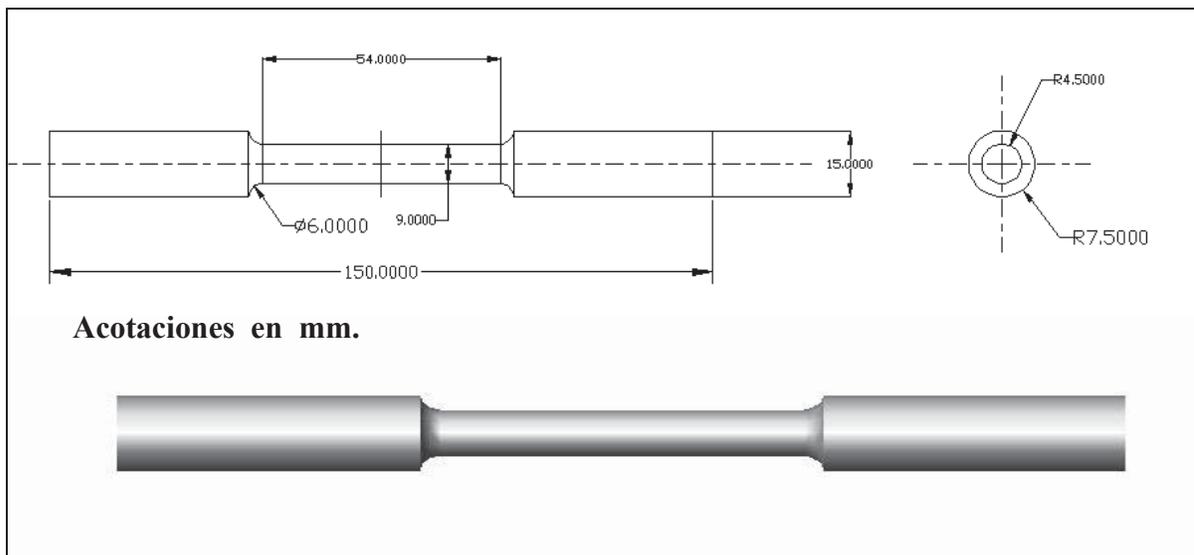


Figura 3.13. Probeta para el ensayo de tensión maquinada en base a las medidas estipuladas por la ASTM E 8M⁽³⁾.

Con las probetas terminadas con las dimensiones marcadas por la norma se procedió a lijar la superficie con lijas de 1000, 1200 y 1500 (escala FEPA) y finalmente darles un acabado a espejo puliéndolas con un paño y pasta de diamante de $3 \mu\text{m}$, esto con el fin de eliminar a su máximo las ralladuras para evitar concentraciones de esfuerzos por

imperfecciones superficiales, además de poder marcar las posiciones iniciales del extensómetro y visualizar de manera notoria el desplazamiento total de éste en el cuello de las probetas al momento de la fractura (Figura 3.14).

Los ensayos de tensión se realizaron en el laboratorio de pruebas eléctricas y mecánicas (LAPEM) de Comisión Federal de Electricidad (CFE) Irapuato Gto. en una máquina Tinius Olsen de 30 toneladas (con una carga aplicada de $120 \text{ N/min} = 2 \text{ N/seg}$) y un extensómetro Tinius Olsen (Pat 2767476 Sm) "C" calibrado a 2 pulgadas (Figura 3.14)

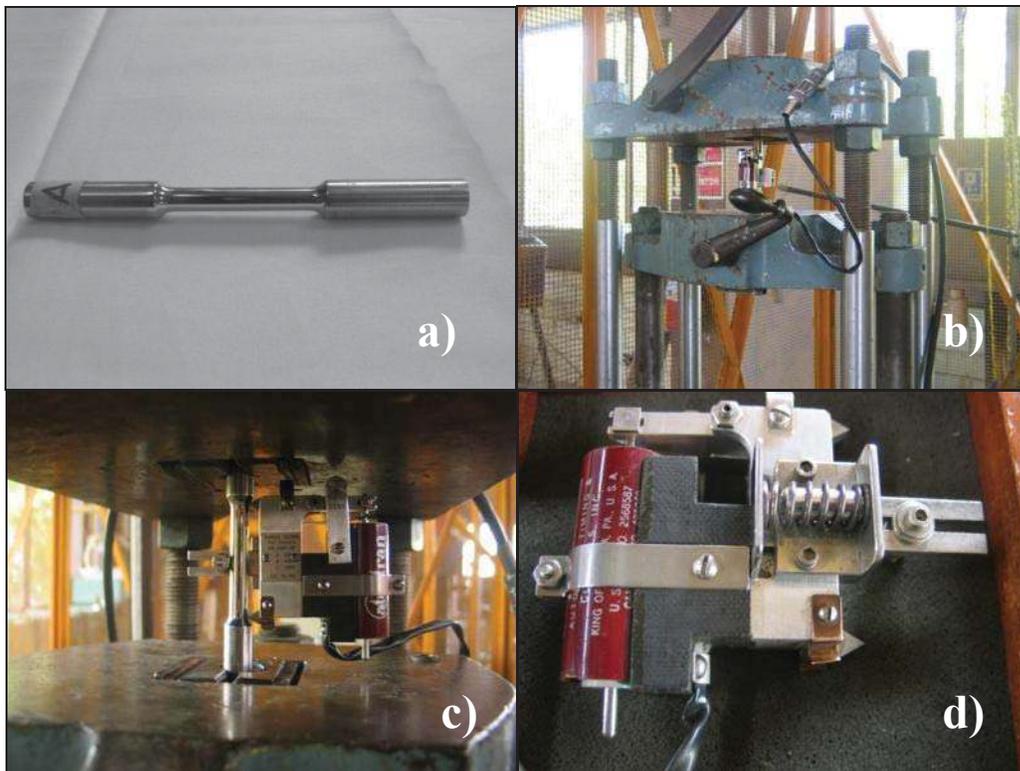


Figura 3.14. Desarrollo del proceso de ensayo mecánico. a) Probeta maquinada de acuerdo a los estándares ASTM E 8M. b) Máquina de tensión Tinius Olsen de 30 Toneladas. c) Probeta montada en la máquina de tensión con la adaptación del extensómetro. d) Extensómetro Tinius Olsen calibrado a 2 pulgadas (La categoría C).

3.13. MICROSCOPIA ÓPTICA PARA EL ANÁLISIS DE LA FRACTURA.

En esta etapa del proyecto de investigación se tomaron las probetas sometidas al ensayo de tensión con contenido de 0.1 y 0.5% de Nb, ya que fueron las únicas que presentaron una ductilidad apreciable, y no así con las que no poseían contenido de Nb.

De las probetas de 0.1 y 0.5% de Nb se seccionaron las puntas longitudinal y transversalmente para prepararlas como ya se ha mencionado en anteriores preparaciones para el MO con un desbastado en lijas de agua hasta llegar a un grado de 1600 (escala FEPA) y un pulido en paño hasta 1micra y concluyendo con un ataque químico de nital al 2% para posteriormente tomar las fotomicrografías estrictamente en las zonas de la fractura para cada una de las probetas con los diferentes contenidos de Nb con el objetivo de analizar el alargamiento, así como el comportamiento de los granos y las fases.

3.14. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO PARA EL ANÁLISIS DE LA FRACTURA.

Se cortaron las puntas de las probetas de las aleaciones sin contenidos de Nb y con 0.1 y 0.5% de Nb a una longitud de 1 cm para estudiar la superficie fractura de las probetas mediante MEB para entender y visualizar el tipo de fractura que se presentó, y así poder discutir los resultados y complementar además fundamentar de manera analítica las conclusiones. En los casos de las aleaciones de 0.1 y 0.5% de Nb se tomaron las muestras cortadas longitudinalmente utilizadas en la etapa del análisis en MO para también hacer un análisis por MEB.

CAPÍTULO IV.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

4.1. PROCESO DE FUNDICIÓN.

De los resultados obtenidos del análisis químico de las muestras chill mostrados en la tabla 4.1 se puede comprobar que los valores obtenidos en nuestra aleación corresponden muy cercanamente a los estipulados por los estudios ya realizados^[3] para la obtención de un ADF así como también los valores de adición de niobio (0.1 y 0.5% de Nb) que se plantearon como objetivos en éste proyecto de investigación.

Tabla 4.1 Resultados del análisis químico de las tres aleaciones obtenidos de las muestras chill.

| | C% | Mn% | Si% | Cr% | Mo% | Nb% | Al% | N% | S% | P% | Otros |
|--|------|------|------|------|------|-------|-------|----|-------|-------|---------------|
| Composición química de la referencia [3] | 0.06 | 0.9 | 1.35 | 0.50 | 0.35 | 0.5 | 0.03 | - | 0.010 | 0.010 | Tierras Raras |
| Muestra 1 | 0.10 | 0.92 | 1.22 | 0.47 | 0.31 | 0.001 | 0.01 | - | 0.004 | 0.005 | - |
| Muestra 2 | 0.11 | 1.02 | 1.43 | 0.49 | 0.32 | 0.093 | 0.008 | - | 0.006 | 0.004 | - |
| Muestra 3 | 0.12 | 1.00 | 1.37 | 0.51 | 0.39 | 0.57 | 0.01 | - | 0.006 | 0.002 | - |

4.2. CARACTERIZACIÓN POSTERIOR AL TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO.

Por lo que corresponde al tratamiento termomecánico las fotomicrografías mostradas en la figura 4.1 revelan las fases presentes en el material que fueron; ferrita, perlita y martensita aunado a los datos recabados en la tabla 4.2, los cuales confirman que la laminación fue realizada dentro del campo austenítico sin rebasar la línea A_{c3} durante éste tratamiento, además de que la cantidad de deformación aplicada para la reducción de área fue casi invariante para todas las placas así como el tiempo empleado para cada una de estas, lo que nos conduce a poder establecer los mismos parámetros para el TTI sin obtener alguna variación significativa para nuestra discusión de resultados .

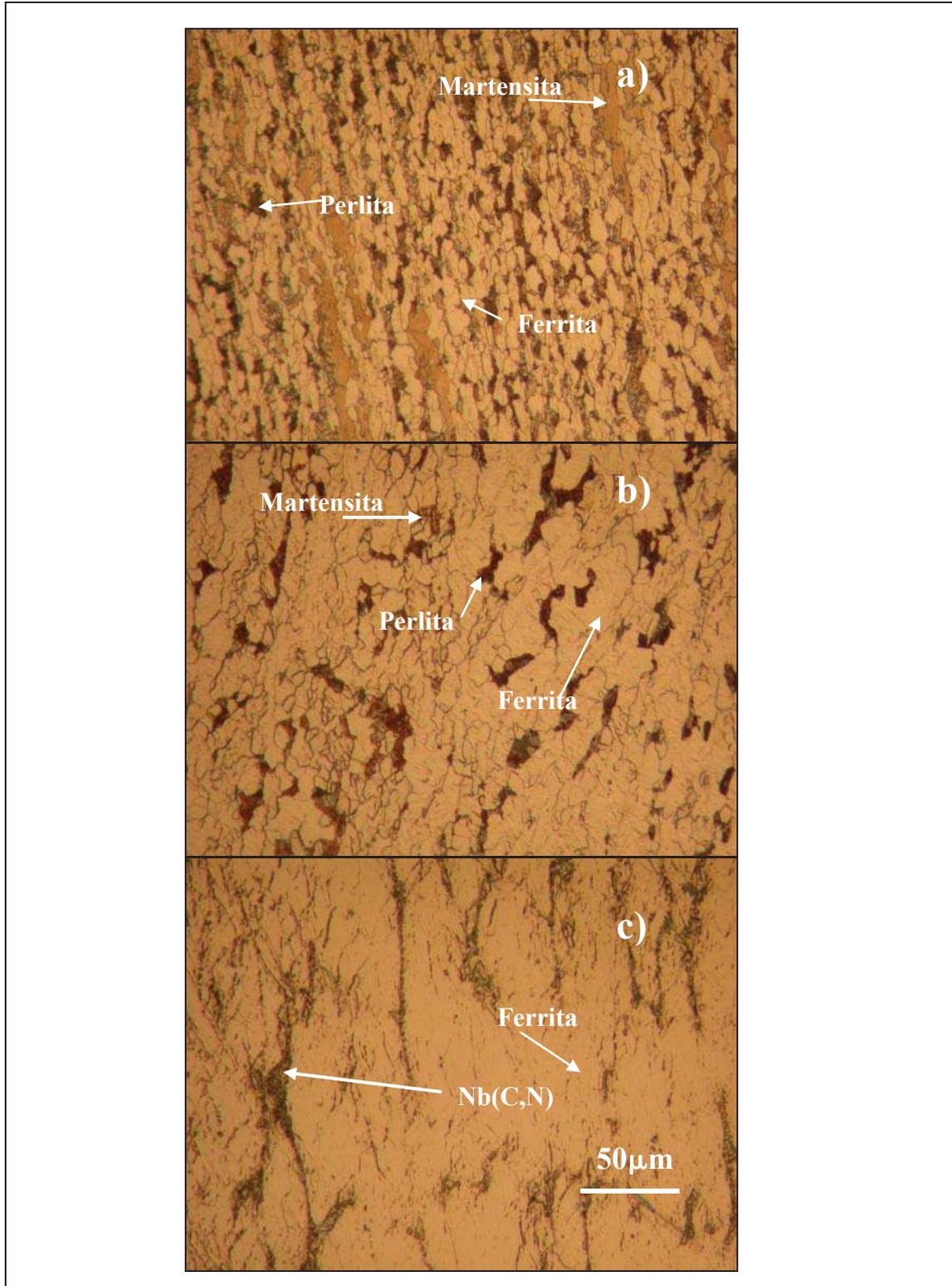


Figura 4.1. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO de las tres aleaciones en el tratamiento termomecánico. a) Aleación sin contenidos de Nb. b) Aleación con 0.1% de Nb. c) Aleación con 0.5% de Nb.

Cabe mencionar que la medición del tamaño de grano y cuantificación de fases en el TTM es una particular aportación de éste proyecto de investigación, ya que hasta el momento no ha habido reportes de éste análisis en esta etapa del proceso, refiriéndose particularmente a los escasos reportes de Nb en los ADF^[20].

Durante la deformación plástica con trabajo en caliente, se produce una microestructura formada por granos alargados en dirección del esfuerzo aplicado (sentido de la laminación). Durante la deformación, los granos giran a la vez que se alargan, haciendo que ciertas direcciones y planos cristalográficos se alineen con la dirección en la que se aplique el esfuerzo. En consecuencia, se desarrollan orientaciones o texturas preferenciales y causan un comportamiento anisotrópico en el material. Para el caso del acero bajo estudio con estructura BCC se alinean en las direcciones $\langle 110 \rangle$ y en los metales FCC se alinean en las direcciones $\langle 111 \rangle$ o $\langle 100 \rangle$ ^[32].

Los datos del monitoreo sobre las variables del tratamiento termomecánico de cada una de las placas con diferentes composiciones se muestra en la tabla 4.2. En esta se puede apreciar que las variaciones monitoreadas para cada una de las placas son considerablemente mínimas, por lo cual, es posible fijar un mismo conjunto de variables con respecto a la temperatura en el TTI y confiar que la variabilidad del proceso del TTM no afecta los resultados del TTI.

Tabla 4.2. Monitoreo de las variables del tratamiento termomecánico para cada una de los lingotes y cada una de las aleaciones.

| Rolado de los lingotes de 0% Nb | | | | |
|--|---|--------------------|-------------------|--------------------------------|
| Lingote | Temperatura final del tratamiento termomecánico | Tiempo de laminado | Número de pasadas | Tiempo de permanencia a 1000°C |
| 1(A) | 910° C | 1min 43 seg. | 47 | 1hr 50min |
| 2(B) | 890°C | 1min 39 seg. | 44 | 1hr 50min |
| Rolado de los lingotes de 0.1% Nb | | | | |
| Lingote | Temperatura final del tratamiento termomecánico | Tiempo de laminado | Número de pasadas | Tiempo de permanencia a 1000°C |
| 3(C) | 900°C | 1min 38 seg. | 51 | 1hr 50min |
| 4(E) | 910°C | 1min 40 seg. | 52 | 1hr 50min |
| Rolado de los lingotes de 0.5% Nb | | | | |
| Lingote | Temperatura final del tratamiento termomecánico | Tiempo de laminado | Número de pasadas | Tiempo de permanencia a 1000°C |
| 5(F) | 912°C | 1min 23 seg. | 48 | 1hr 50min |
| 6(G) | 913°C | 1min 40 seg. | 50 | 1hr 50min |

Los datos recabados por el análisis de las imágenes provenientes del estudio por MO con el *software Sigma Scan pro 5* se sintetizaron en la tabla 4.3 en la cual se puede concluir que los porcentajes presentes de la fase *ferrítica* (α) mostrados para la aleación que no tiene Nb es de 57% α y éste porcentaje se incrementa en la aleación con el contenido de 0.1% de Nb a un 82% α , y éste porcentaje continua incrementándose para el caso de la aleación con 0.5% de hasta un 96% α , por lo que a medida que se incrementa la adición de Nb de un 0.1 a un 0.5%, el porcentaje de la fase *ferrítica* aumenta.

En lo correspondiente a fase *perlítica* ($\alpha + Fe_3C$) se visualiza que parte de un 9% para la aleación sin contenido de Nb presentando una distribución uniforme, pero esta fase disminuye a un 6% para la aleación con 0.1% de Nb y su distribución es un poco más concentrada en ciertas regiones en comparación con la aleación sin Nb, además las

aleaciones con contenidos de 0.5% de Nb no presentaron la existencia de la fase perlítica.

Lo anterior puede ser explicado a partir de que la adición del elemento Nb tiende primeramente a la formación de carburos de niobio (NbC) consumiendo un porcentaje de carbono, anteriores investigaciones^[2,20,21,44] concluyen así mismo que éste efecto comienza partiendo primordialmente en las regiones donde menor concentración de carbono haya y suprimiendo la formación perlítica en esas regiones, sin embargo para las regiones donde mayor cantidad de carbono existe, es posible que la fase perlítica y los NbC se formen compartiendo esa cantidad mayor de carbono presente en esas regiones, marcando una concentración en ciertas regiones. Esta correlación que se planteo entre cada uno de los efectos, esta claramente sustentada ya que no es un efecto estudiado en los trabajos referentes a los ADF, pero sí para casos de aceros templados según reportes anteriores^[2].

Para la aleación de 0.5% de Nb la fase perlítica no esta presente ya que a medida que se incremento el contenido de elemento Nb en la aleación éste en combinación con el carbono formo precipitados NbC los cuales consumieron el porcentaje de carbono requerido para que difundiera y formara la fase perlítica y martensítica. Esta discusión esta basada enteramente en los resultados experimentales de éste proyecto de investigación ya que en la revisión bibliográfica no se mostró una variable de excedente de elemento microaleante para poder hacer una comparación directa y discernir acerca de nuestros resultados.

El sustento de la presencia de carburos de niobio (NbC) está implícito en los análisis químicos puntuales que se realizaron mediante MEB (Figura 4.2) en los límites de grano de las aleaciones para 0.5% de Nb, ya que los patrones de difracción revelaron que los picos más intensos corresponden a los elementos C y Nb despreciando los picos de Fe, ya que estos corresponden a la matriz.

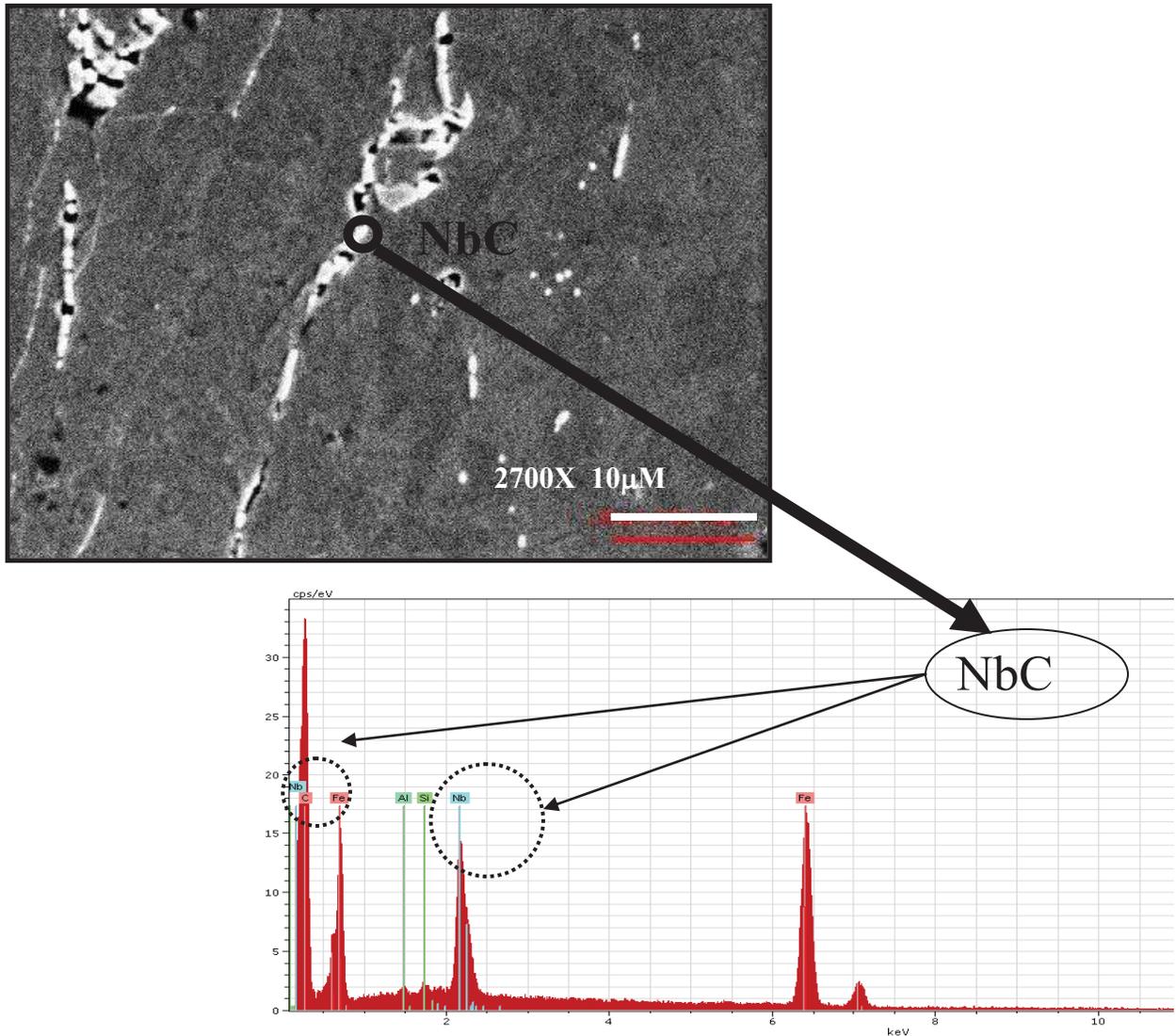


Figura 4.2. Análisis químico puntual realizado mediante MEB en la aleación con contenido de 0.5% de Nb.

Con la gran afinidad química que tiene el niobio con el carbono y la relación estequiometrica 1 a 1 que presentan los NbC, es que se puede sustentar que la presencia de estos dos elementos en los límites de grano conforman NbC, como ya se ha reportado en pasadas investigaciones con adiciones de Nb^[17,20,21].

Es importante explicar el hecho de que el análisis químico puntual se haya realizado en las aleaciones con contenido de 0.5% Nb, fue con el fundamento de que solamente en estas aleaciones es donde la cantidad de Nb es la suficiente para poder formar una gran cantidad de NbC y poder ser primeramente identificados por MEB y finalmente analizados químicamente.

Para el caso de la fase *martensítica* (*Ms*), se tiene que partiendo del 34% de martensita presente en la aleación sin contenido en Nb esta fase disminuye, para el caso de la aleación con contenido de 0.1% Nb a un 12%, y para el caso de la aleación con 0.5% de Nb esta fase no esta presente. Por lo tanto, se puede visualizar que la adición de Nb en nuestro ADF tiene un efecto en la reducción de la fracción volumétrica de la perlita y martensita, por ende éste efecto incrementa la fracción volumétrica de la ferrita.

Lo explicado anteriormente es una importante aportación del presente proyecto de investigación ya que en los reportes hasta el momento de ADF^[20- 22, 25] no se hace referencia de la reducción de la fracción volumétrica de la martensita en función de la adición de elementos microaleantes. Además, como sabemos de estudios en los aceros [2, 15, 26, 27, 32] la fase martensítica tienen una estructura BCT (tetragonal centrada en el cuerpo) que es producto de una distorsión de la estructura FCC (cúbica centrada en las caras) a causa de que los átomos de carbono difundan y se alojen intersticialmente en la estructura FCC distorsionándola y formando una estructura BCT.

De acuerdo a la discusión anterior, se entiende el hecho de que si un porcentaje de carbono es utilizado para la formación de carburos de niobio (NbC) en la etapa de recuperación y recristalización, éste porcentaje de carbono no estará presente para que difunda y distorsione la estructura FCC y forme la fase martensítica.

Tabla 4.3. Porcentajes determinados para cada una de las fases presentes para cada una de las tres aleaciones.

| % PROMEDIO DE FASES PRESENTES EN UNA ALEACIÓN SIN CONTENIDO DE NIOBIO | |
|---|-----|
| Ferrita | 57% |
| Perlita | 9% |
| Martensita | 34% |
| % PROMEDIO DE FASES PRESENTES EN UNA ALEACIÓN CON 0.1% EN PESO DE NIOBIO | |
| Ferrita | 82% |
| Perlita | 6% |
| Martensita | 12% |
| % PROMEDIO DE FASES PRESENTES EN UNA ALEACIÓN CON 0.5% EN PESO DE NIOBIO | |
| Ferrita | 96% |
| Perlita | 0% |
| Martensita | 0% |
| Promedio de carburos | 4% |

En la tabla 4.4 está conjuntado los resultados de los tamaños de granos para cada una de las fases, así como para las diferentes porcentajes de microaleación provenientes del tratamiento termomecánico, de lo que podemos establecer que para la aleación sin contenidos de Nb el promedio de tamaño de grano para el caso de la ferrita es de $7 \mu\text{m}$, para el caso de la perlita y la martensita es de $8 \mu\text{m}$, guardando la restricción de la variabilidad de error que muestra el cálculo estadístico.

Para el caso de la aleación con 0.1% de Nb el tamaño de grano se vio reducido, para el caso de la ferrita perlita y martensita a tamaños de $4 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$ y $5 \mu\text{m}$, respectivamente, de lo que se puede sustentar que existió una reducción en el tamaño de grano en comparación con la aleación sin contenido de Nb. Por último, en la aleación con 0.5% de Nb el tamaño de grano es de $5 \mu\text{m}$.

De esta etapa se puede observar que existió una reducción en tamaño de grano para adiciones de 0.1% de Nb de $3 \mu\text{m}$, lo que corresponde al 57% para el caso de las tres

fases, con respecto a el acero sin adiciones de Nb y para el caso de la aleación con 0.5% de Nb se redujo de igual manera a $3 \mu m$ (57%) sin tener una mayor reducción, de lo que se entiende que no hay comportamiento lineal en reducción del tamaño de grano ya que al incremento a 0.5% de Nb en la aleación no lo reduce mas allá de lo que se presenta con la adición de 0.1% Nb, por lo que se mantuvo constante.

Tabla 4.4. Tamaño de grano calculado para cada un de las fases presentes en cada un de las aleaciones.

| PROMEDIO DEL TAMAÑO DE GRANO EN UNA ALEACIÓN SIN CONTENIDO DE NIOBIO | |
|--|-------------------|
| Ferrita | $7 \mu m \pm 0.5$ |
| Perlita | $7 \mu m \pm 0.6$ |
| Martensita | $7 \mu m \pm 0.7$ |
| PROMEDIO DEL TAMAÑO DE GRANO EN UNA ALEACIÓN CON 0.1 % EN PESO DE NIOBIO | |
| Ferrita | $4 \mu m \pm 0.6$ |
| Perlita | $5 \mu m \pm 0.8$ |
| Martensita | $5 \mu m \pm 0.7$ |
| PROMEDIO DEL TAMAÑO DE GRANO EN UNA ALEACIÓN CON 0.5 % EN PESO DE NIOBIO | |
| Ferrita | $4 \mu m \pm 0.7$ |

Por todo lo anterior se puede resaltar que en el TTM el elemento Nb tuvo un efecto de reducción en el tamaño de grano debido a que los precipitados formados (NbC) en la etapa de recuperación y recristalización frenaron de manera mecánica el crecimiento de grano anclando los granos recristalizados. Pero éste proceso muestra una estabilización a contenidos de 0.5% de Nb, a los que no se reduce a mayores cantidades.

El tamaño de grano que se midió en esta etapa del TTM muestra una reducción para las aleaciones con contenidos de 0.1 y 0.5% de Nb, y esto es de suma importancia ya que éste tamaño fino será heredado al TTI posterior.

El fundamento estipulado en esta etapa del proyecto resalta la importancia del mismo, ya que como se ha mencionado, no existe reporte alguno en esta etapa del proceso para ADF convencionales y para los que reportaron adiciones de elementos microaleantes.

4.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA TRANSMISIÓN EN LA ETAPA DEL TTM.

Las fotomicrografías de MET mostradas en la figura 4.3 revelan y corroboran que la tercera fase presente en la microestructura es martensita ya que después de indexar los patrones de difracción estos correspondieron a los planos correspondientes a la estructura martensita (211) y (200) con un ángulo de 35° .

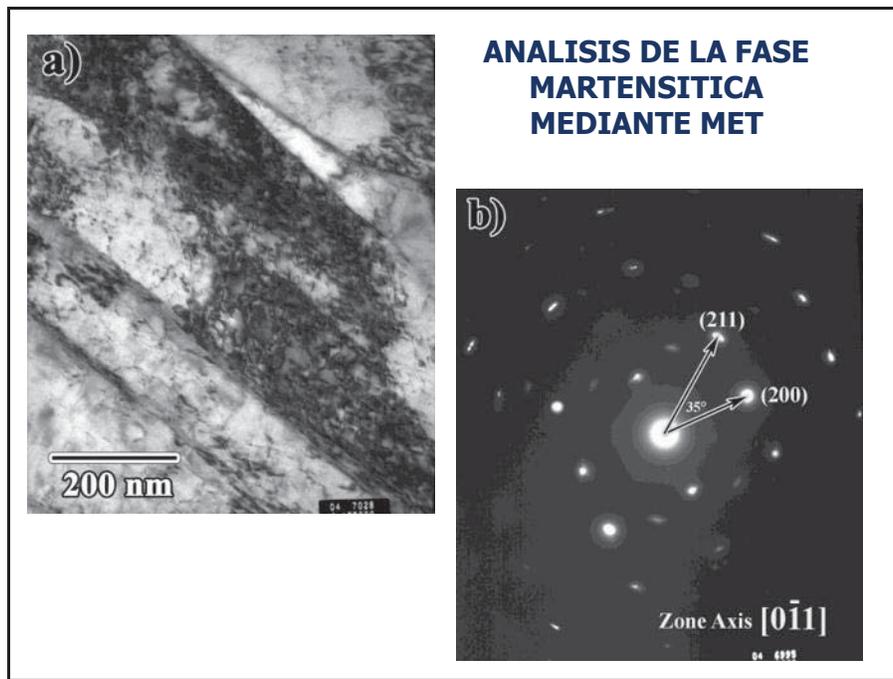


Figura 4.3. Fotomicrografías provenientes del análisis de la martensita mediante MET.

La presencia de la martensita en esta etapa del proceso es atribuido al efecto de los elementos aleantes presentes en esta aleación como lo son el manganeso, molibdeno que incrementan la templabilidad del material^[44], lo que quiere decir que la temperatura crítica de transformación martensítica (M_s) se eleva, de tal manera que el material

enfriado al aire después del TTM fue susceptible a la transformación martensítica sin requerir un enfriamiento rápido (temple).

4.4. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO.

En la etapa del TTI a temperatura de 750 °C las fotomicrografías de la figura 4.4 revelaron la presencia de las fases ferrita-perlita y no así la existencia de la fase martensítica, lo que indica que a esta temperatura en el diagrama Fe-C se está ubicado en el rango ferrítico-perlítico por debajo de A_{c1} , por lo que se seleccionaron temperaturas, por arriba de esta. Esto fue corroborado, ya que al haber realizado MET no se reveló un patrón de difracción que correspondiera a la estructura de la martensita.

La temperatura de 750 °C para el TTI en la producción de ADF fue utilizada en investigaciones anteriores ^[12,18] obteniendo con éxito una estructura ferrita-martensita, pero en contraparte con éste proyecto de investigación los contenidos de C, Mn, y Si que se reportan son mayores, además de que los porcentajes de cromo son menores y que en estas aleaciones no está presente el Mo ^[12], por lo que en estos casos si fue efectiva la temperatura para estar dentro del rango bifásico por arriba de A_{c1} , ya que la combinación de elementos de aleación no desplazaron las temperaturas críticas, en particular A_{c1} , por arriba de esta temperatura.

Las temperaturas utilizadas fueron, 760, 770, 780 y 810 °C, las cuales concuerdan con algunos experimentos ya realizados para ADF convencionales y con adiciones de elementos microaleantes como Nb y Ti ^[1,12,18,20,21,34,45], que revelan que a estas temperaturas si existió la presencia de la martensita, aunque en diversas proporciones con la restricción de los elementos de aleación que variaban en cada uno. Además de realizar el TTI a estas temperaturas se realizó MET para corroborar que la segunda fase en tonalidad más oscura de cada una de las fotomicrografías a las diversas temperaturas, es martensita. Al momento de indexar los patrones de difracción, estos concordaron plenamente con los característicos de la estructura martensítica ^[7].

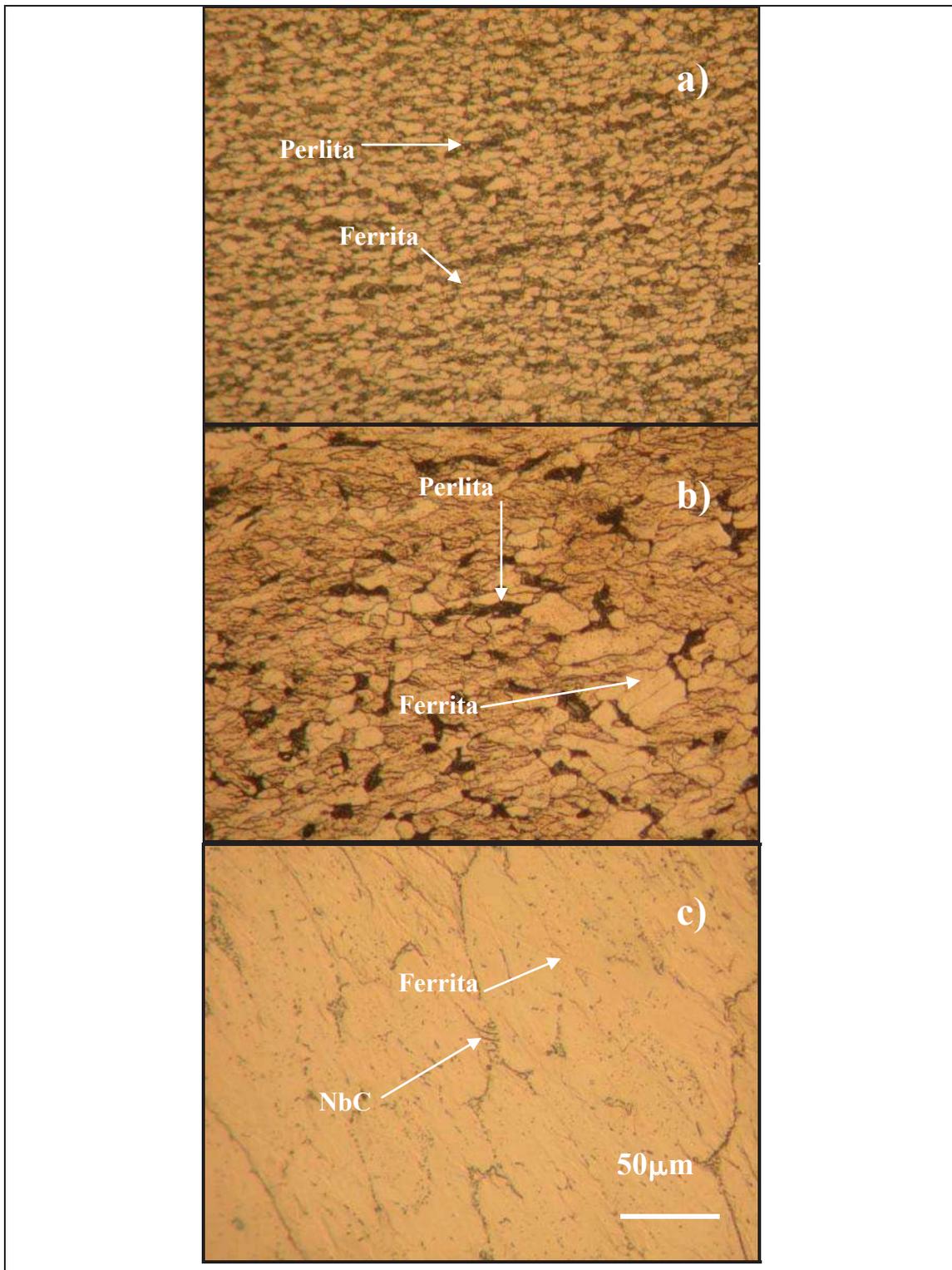


Figura 4.4. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO para cada un de las aleaciones sometidas a temperatura de 750 °C en el TTI. a) Aleación sin contenido de Nb. b) Aleación con adición de 0.1% de Nb. c) Aleación con adición de 0.5% de Nb.

Habiendo realizado el TTI a estas cuatro temperaturas y corroborado la presencia de las fases típicas de un ADF que concuerdan con resultados ya estipulados para ADF convencionales y con adiciones de elementos microaleantes [1, 3, 5, 12,18, 20, 34,45] se procedió a la cuantificación de las fases (ferrita, martensita), ya que cada una de las temperaturas mostraron una variación en porcentajes y esto se muestra en la tabla 4.5. Las temperaturas del TTI arrojaron como resultados la grafica representada en la figura 4.5, en la que para las aleaciones sin adiciones de Nb, así como para las de 0.1% , el porcentaje de la fase martensítica se ve incrementado en función del incremento de la temperatura del TTI; éste efecto concuerda con lo reportado en algunas investigaciones [1, 3, 5,12,18, 20 , 34 ,45].

Tabla 4.5. Porcentajes de las fases presentes para cada una de las aleaciones a cada una de las temperaturas del TTI.

| TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO | | | | |
|---|-------------------------|---------------------------------------|--------------------------------|----------------------|
| TEMPERATURA | % de Elemento Nb | % de la Fase Ferrita | % de la fase Martensita | % de Carburos |
| 750 °C | 0 | Todavía se esta en el rango ferrítico | | |
| 750 °C | 0.1 | Todavía se esta en el rango ferrítico | | |
| 760 °C | 0 | 57 | 43% | ----- |
| 760 °C | 0.1 | 73 | 27% | ----- |
| 760 °C | 0.5 | 92.9 | 0% | 7.1% |
| 770 °C | 0 | 52 | 48 | ----- |
| 770 °C | 0.1 | 67 | 33 | ----- |
| 770 °C | 0.5 | 92.5 | 0% | 7.5% |
| 780 °C | 0 | 42 | 58 | ----- |
| 780 °C | 0.1 | 62 | 38 | ----- |
| 780 °C | 0.5 | 92 | 0% | 8% |
| 810 °C | 0 | 34 | 66 | ----- |
| 810 °C | 0.1 | 52 | 48 | ----- |
| 810 °C | 0.5 | 93 | 0% | 7% |

De la figura 4.5 es importante resaltar que las aleaciones con 0.1% de Nb parten de un porcentaje de martensita menor que el de las aleaciones sin contenido de Nb, lo cual puede ser explicado debido a que las aleaciones con contenido de 0.1% Nb no tienen la

misma cantidad de carbono libre que las aleaciones sin contenido de Nb para la formación de la fase martensítica, ya que en las aleaciones con contenido de 0.1% de Nb, un porcentaje de carbono es utilizado para la formación de carburos de Nb (NbC) y resta ese porcentaje de carbono necesario para la formación martensítica.

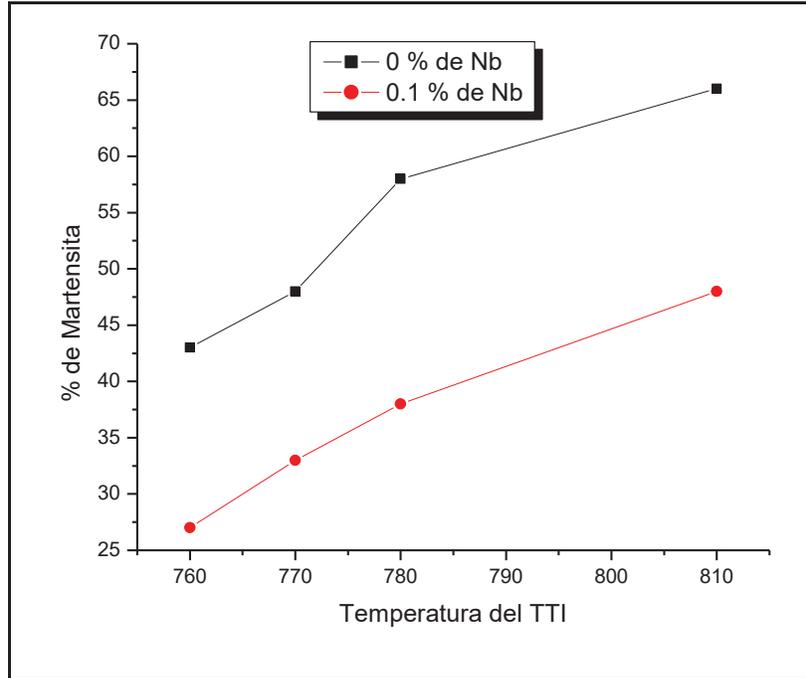


Figura 4.5. Porcentaje de martensita contra cada una de las temperaturas del TTI para las aleaciones sin contenido de Nb y con contenidos de 0.5% de Nb.

Esta etapa del proyecto es de gran relevancia ya que no ha sido reportado éste tipo de efecto en los estudios con presencia de elementos microaleantes [20-22, 25], por lo que no hay parámetro de comparación con estos resultados para poder discernir y sustentar con mayores parámetros los resultados obtenidos.

Detallando lo anterior; estando en el rango $(\gamma + \alpha)$ y efectuando posteriormente un temple en el material, la austenita de estructura FCC (cúbica centrada en las caras) se distorsiona por efecto de que los átomos de carbono se alojan intersticialmente en la estructura FCC distorsionándola y formando una estructura BCT (tetragonal centrada en el cuerpo) que es típica de la martensita [2,23,20].

En la tabla 4.5 se muestra que el porcentaje la fase martensítica incrementa en función del incremento de la temperatura en el TTI. Las aleaciones con contenido de 0.1% de Nb parten de un porcentaje menor que el de las aleaciones sin Nb, además de que en las aleaciones con 0.5% de Nb presentaron un porcentaje de precipitados casi invariante en función del incremento de la temperatura y no revelaron evidencia de la fase martensítica.

El efecto del incremento de porcentaje de martensita en función del incremento de la temperatura del TTI, y a su vez la disminución de esta fase, así como su distribución en función del incremento de la adición del elemento Nb esta concentrado en la tabla 4.5 y esta claramente visualizado en las fotomicrografías de las figuras 4.6 a la 4.9 para cada una de las temperaturas del TTI y para cada una de las aleaciones.

Es importante resaltar, que las fotomicrografías sin contenidos de Nb a las diversas temperaturas del TTI reflejan una homogénea distribución de la martensita como lo establece los resultados ya reportados [1,18, 12, 34, 45] guardando la restricción de que éste porcentaje de martensita varia en función de la temperatura del TTI.

Para el caso de las aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb, aunque la distribución de las fases continua siendo uniforme, se aprecia una concentración mayor en diversas regiones, lo cual puede ser explicado ya que la adición del elemento Nb tendera primeramente a la formación de carburos de niobio (NbC) consumiendo un porcentaje de carbono partiendo primordialmente en las regiones donde menor concentración de carbono haya y suprimiendo la formación martensítica en esas áreas, pero para el caso de las regiones donde mayor cantidad de carbono haya, será posible que la fase martensítica y los NbC se formen compartiendo esa cantidad mayor de carbono presente y la martensita se concentre en esas regiones.

Mientras que para el caso de la aleación con contenido de 0.5% de Nb se obtuvo que su porcentaje de fase ferrítica, así como la excesiva precipitación de carburos de Nb fue invariante a medida de que se incremento el TTI a demás de que su distribución en los límites de grano se mantuvo homogénea.

Los resultados para las aleaciones con 0.1 y 0.5 % de Nb en éste estudio no muestran similitud con los resultados de algunas investigaciones [20-22], ya que en los reportes de estas no especifican ni describen el efecto de los elementos microaleantes con respecto a la formación de la fase martensítica, además de que en las referencias no existe la variable de excedente de elemento de microaleación de hasta un 0.5% de Nb que se utilizo en este proyecto de investigación.

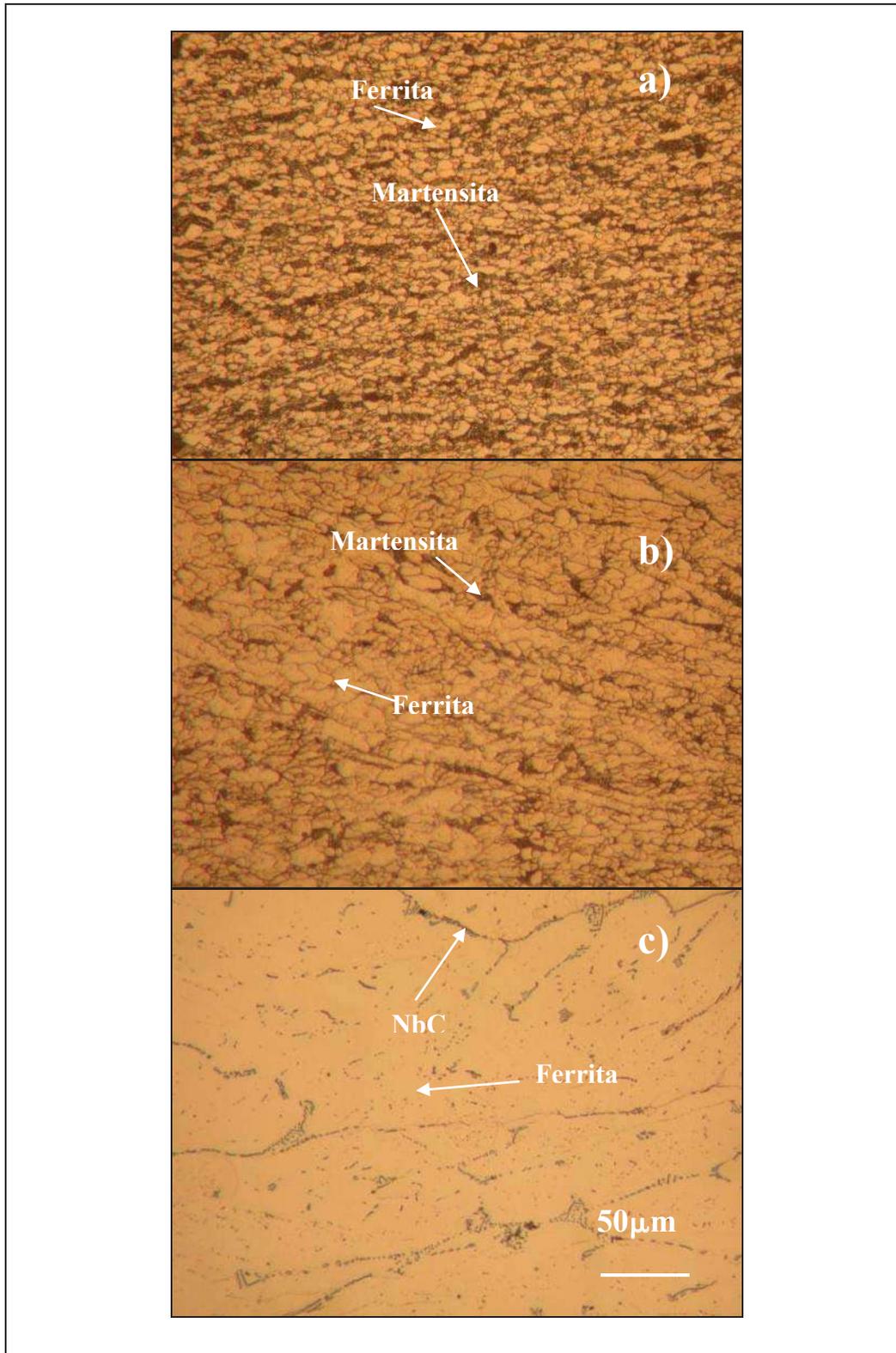


Figura 4.6. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO de las aleaciones a temperatura de 760 °C del TTI. a) Aleación sin adición de Nb. b) Aleación con contenido de 0.1%. c) Aleación con 0.5% Nb.

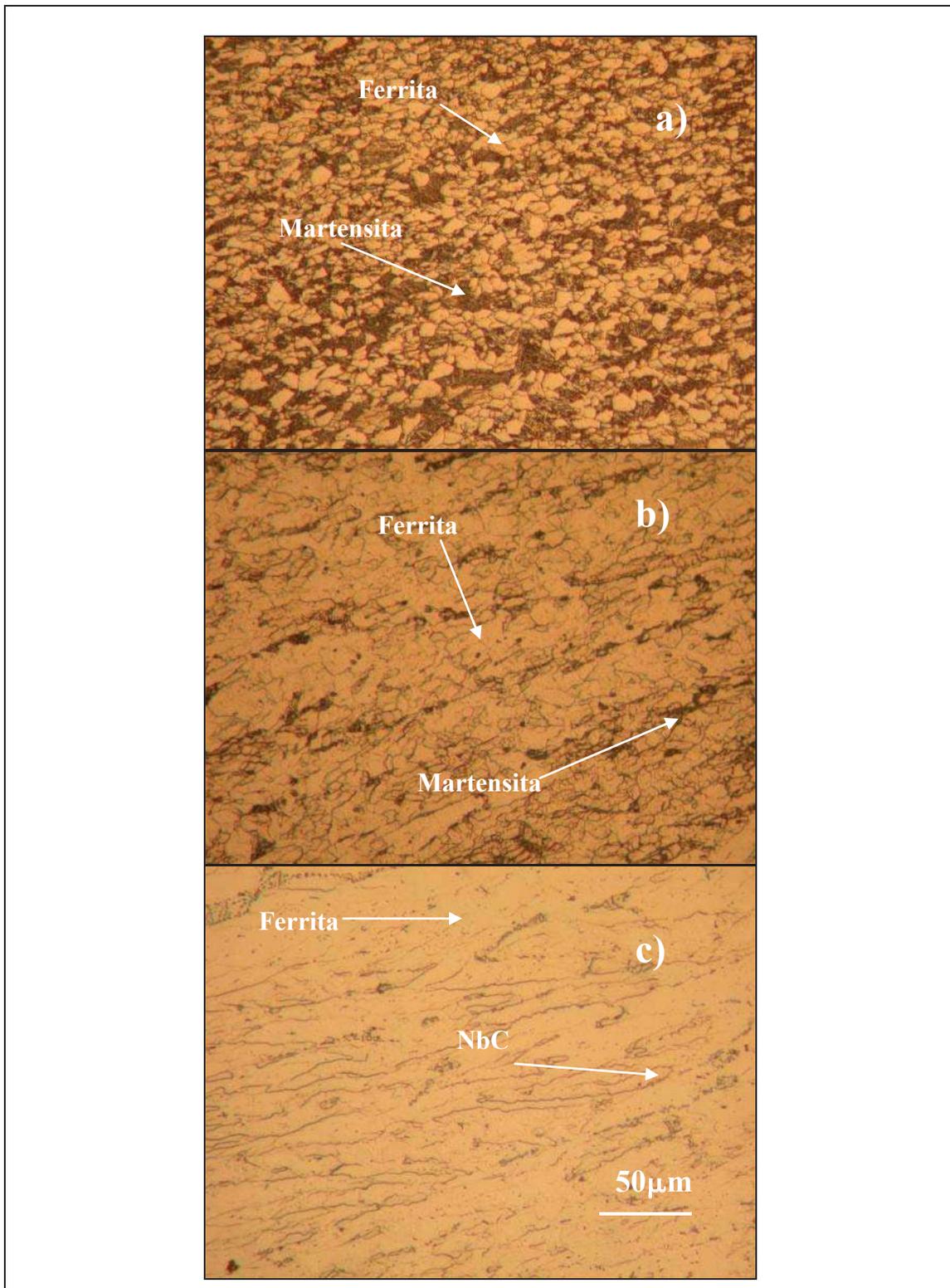


Figura 4.7. Fotomicrografías provenientes de análisis por MO para cada una de las aleaciones a temperatura de 770°C del TTI. a) Aleación sin adición de Nb. b) Aleación con 0.1% de Nb. c) Aleación con contenido de 0.5% de Nb.

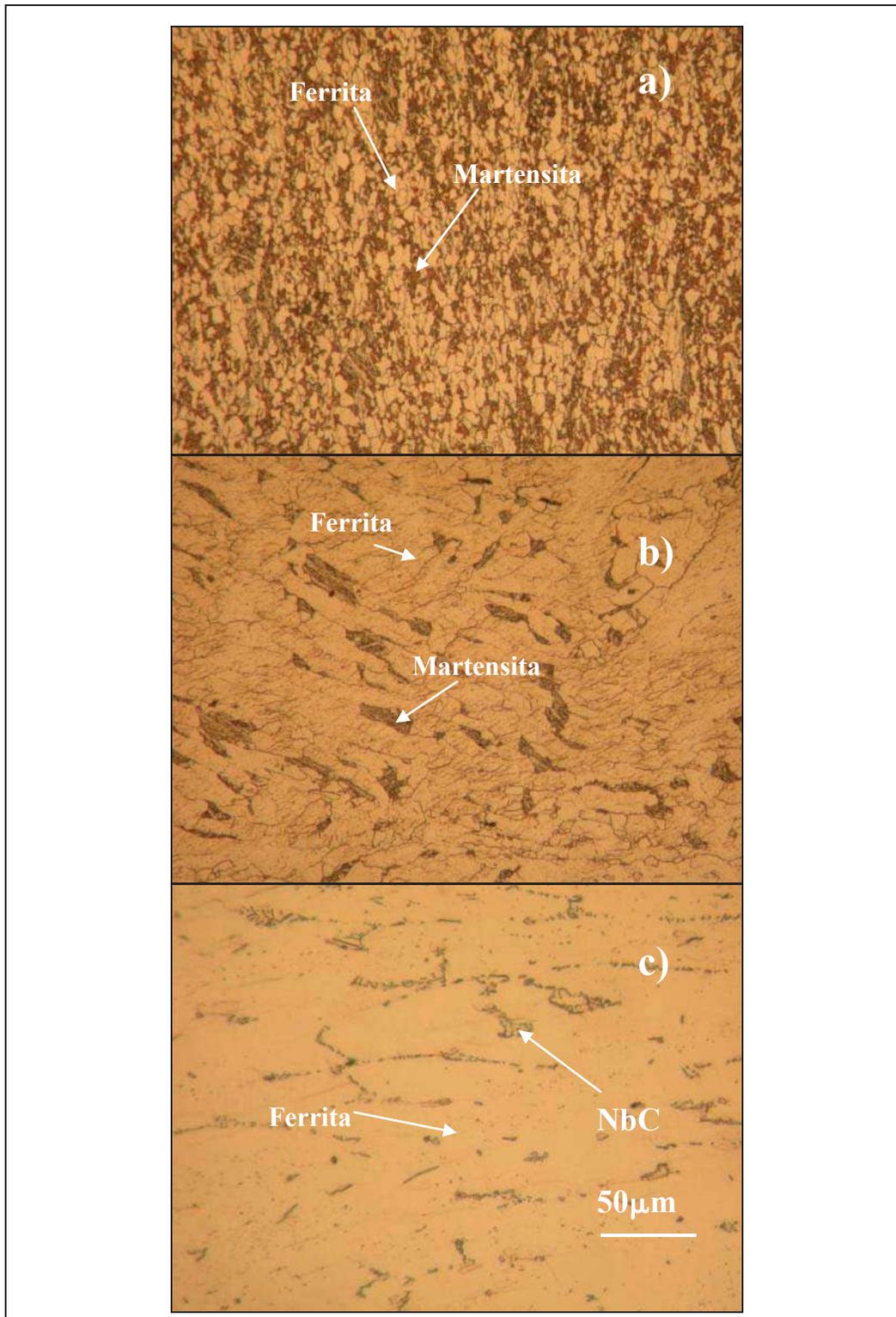


Figura 4.8. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO para cada una de las aleaciones a temperatura de 780 °C del TTI a) Aleación sin contenido de Nb. b) Aleación con contenido de 0.1% de Nb. c) Aleación con contenido de 0.5% de Nb.

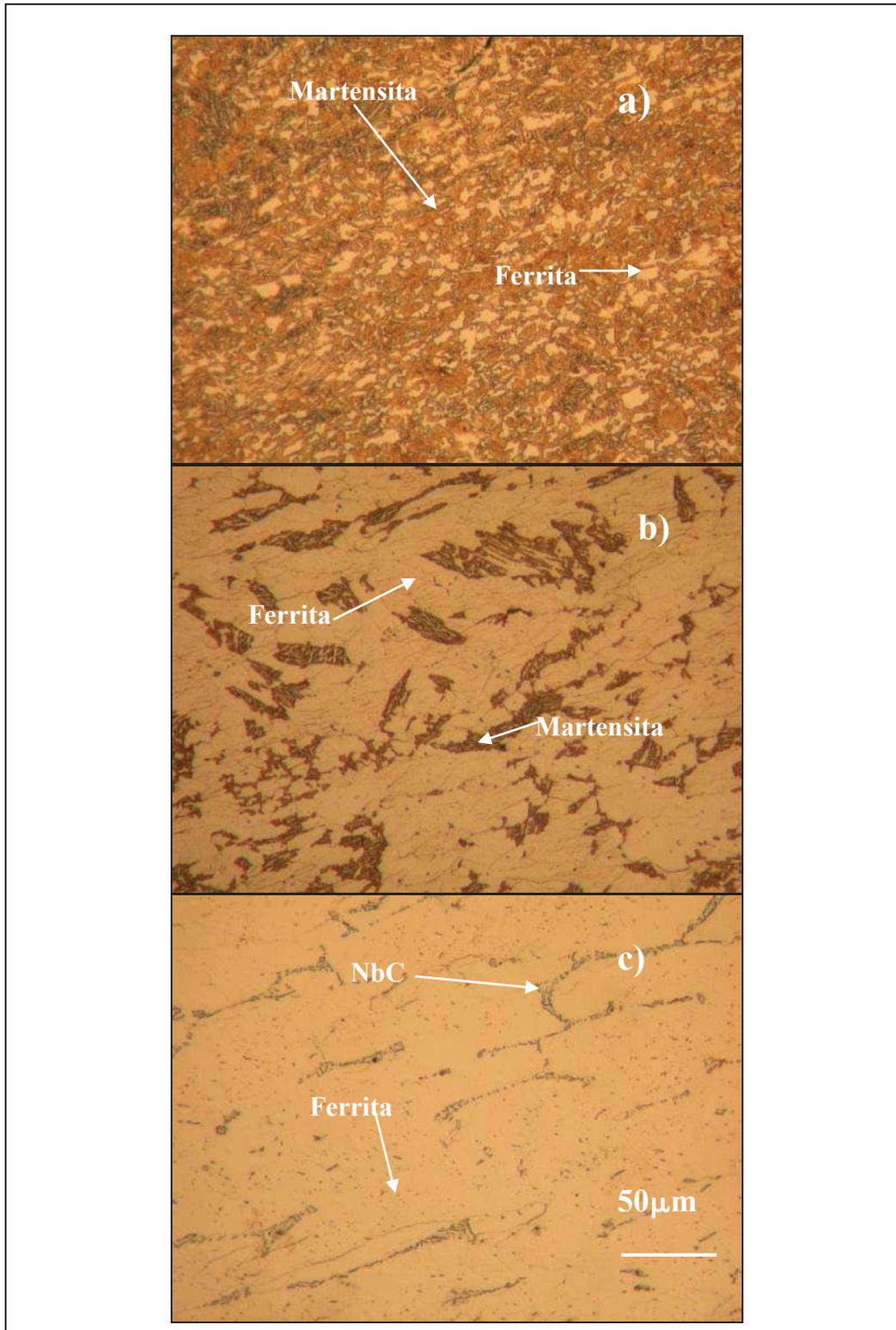


Figura 4.9. Fotomicrografías provenientes del análisis por MO para cada una de las aleaciones a temperatura de 810 °C del TTI. a) Aleación sin adición de Nb. b) Aleación con adición de 0.1% de Nb. c) Aleación con 0.5% de Nb.

4.5. MEDICIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO DESPUÉS DEL TTI.

La medición del tamaño de grano en esta etapa fue realizada solamente para las aleaciones que fueron sometidas a temperaturas de 760 y 780°C del TTI, ya que fueron las seleccionadas por su representatividad como base de comparación. La síntesis de estos resultados obtenidos se muestran en las tablas 4.6 y 4.7.

Tabla 4.6. Medición del tamaño de grano en las aleaciones posterior al TTI a temperatura de 760 °C.

| PROMEDIO DEL TAMAÑO DE GRANO DE LAS ALEACIONES SOMETIDAS A UN TTI DE 760 ^o C. | | | |
|---|-------------------|-------------------|-------------------|
| FASE | ALEACIÓN | | |
| | SIN Nb | 0.1% DE Nb | 0.5 % DE Nb |
| Ferrita | 7 $\mu m \pm 0.4$ | 4 $\mu m \pm 0.6$ | 4 $\mu m \pm 0.6$ |
| Perlita | 7 $\mu m \pm 0.6$ | 4 $\mu m \pm 0.4$ | ----- |
| Martensita | 6 $\mu m \pm 0.6$ | 4 $\mu m \pm 0.6$ | ----- |

Tabla 4.7. Medición del tamaño de grano en las aleaciones, posterior al TTI a temperatura de 780 °C.

| PROMEDIO DEL TAMAÑO DE GRANO DE LAS ALEACIONES SOMETIDAS A UN TTI DE 780 ^o C. | | | |
|---|-------------------|-------------------|-------------------|
| FASE | ALEACIÓN | | |
| | SIN Nb | 0.1% DE Nb | 0.5 % DE Nb |
| Ferrita | 8 $\mu m \pm 0.5$ | 5 $\mu m \pm 0.6$ | 4 $\mu m \pm 0.5$ |
| Perlita | 7 $\mu m \pm 0.6$ | 5 $\mu m \pm 0.4$ | ----- |
| Martensita | 8 $\mu m \pm 0.6$ | 6 $\mu m \pm 0.7$ | ----- |

El tamaño de grano reportado para el caso de la temperatura de 760 °C fue prácticamente invariante con el reportado del TTM, pero aún así éste cálculo reveló que el grano hereditario fino del TTM funge como ayuda para que el tamaño de grano del TTI posterior sea de igual manera pequeño como lo descrito por las referencias ^[2,3,27].

Para el caso de la temperatura de 780 °C la discrepancia fue un poco mayor, de alrededor de 1 μm , ya que el incremento de temperatura influyó, sobretodo en el tamaño de la fase martensítica que se incrementó ligeramente ^[23] aproximadamente 2 μm en comparación con la temperatura de 760 °C.

El tamaño de grano ferrítico que fue reportado en éste proyecto de investigación para las dos temperaturas del TTI (760 y 780 °C) fue menor que el de algunos ADF convencionales sin adiciones de Nb, en los cuales se reportaron tamaños de grano ferrítico de 24 μm ^[18] y en otros casos de $\sim 9 \pm 1.9 \mu\text{m}$ ^[7], pero en los reportes de ADF con adiciones de Ti se reportan tamaños de grano de 18 hasta 42 μm ^[22]. Esta gran discrepancia con respecto a éste proyecto de investigación esta sustentada por el elevado contenido de Mn, así como de Si y la presencia de Cr ^[7,18,] además de Ca ^[22] y Cu ^[18].

Aunque para los escasos reportes de adiciones de Nb en los ADF se reveló tamaño de grano de 5 μm ^[20], menor que el obtenido en éste proyecto de investigación es importante resaltar que está discrepancia esta relacionada con el método de producción, que aunque las temperaturas de 760 y 780 °C del TTI fueron también utilizadas en esta experimentación los tiempos de permanencia fueron mayores de alrededor de 1 hr, además de que en esta aleación se hicieron adiciones de 0.03% vanadio y el temple desde el TTI se realizó en aceite, sin revelar a que temperatura se realizó el TTM y los tiempos de permanencia.

4.6. ENSAYO DE DUREZA EN LA ETAPA DEL TTM.

En lo que respecta a los resultados promedio de los ensayos de dureza Rockwel “B” para la etapa del tratamiento termomecánico son mostrados en la tabla 4.8, estipulan que a medida que se incrementa la adición de Nb la dureza disminuye (Figura 4.10), ya que como fue mencionado con anterioridad el incremento en adición de Nb suprime el incremento de la fase perlítica y martensítica, dado que consume un porcentaje de carbono necesario para la formación de estas fases formando carburos de Nb (NbC), y por consecuencia la restricción en crecimiento de las dos fases permite que la fase ferrítica incremente su fracción volumétrica que funge como la matriz dúctil de la aleación y reduce su dureza aumentando su ductilidad.

En el estudio de las referencias bibliográficas no se encontraron registros de investigaciones de la dureza en la etapa del TTM, por lo que los resultados obtenidos en éste proyecto de investigación revelan una importante aportación, sin encontrar una base de comparación o justificación para discernir los resultados.

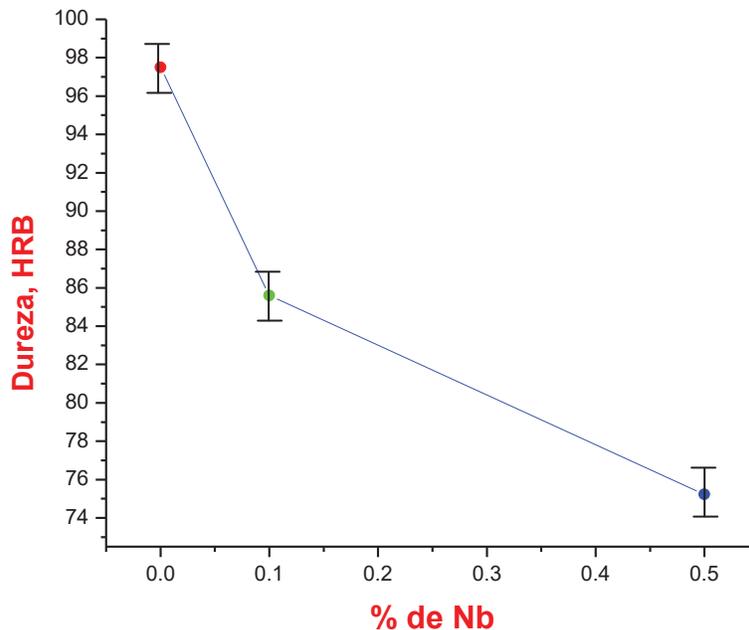


Figura 4.10. Promedios de dureza HRB contra porcentaje de Nb adicionado en el TTM.

Tabla 4.8. Resultados de la dureza con respecto a la adición del Nb proveniente de TTM.

| ENSAYO DE DUREZA PARA EL MATERIAL PROVENIENTE DEL TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO | |
|---|-------------------|
| % de Nb contenido en la aleación | DUREZA HRB |
| 0% | 97.7 |
| 0.1% | 86.4 |
| 0.5% | 75 |

4.7. ENSAYO DE DUREZA EN LA ETAPA DEL TTI.

Para el caso de los ensayos de dureza en el material sometido a las temperaturas del TTI refleja que en las aleaciones con contenido de 0% y 0.1% de Nb, a medida que se eleva la temperatura de este tratamiento la dureza es igualmente incrementada (Figura 4.11, Tabla 4.9), debido a que por regla de la palanca en función del incremento de la temperatura dentro del rango ($\gamma + \alpha$) el porcentaje de austenita (γ) es incrementado, lo que al momento de templar la aleación ese porcentaje será el mismo de la fase martensítica, por lo que, a medida que incrementa la fase martensítica, la cual funge como estructura de refuerzo dentro de la matriz ferrítica, se ve incrementada la dureza HRB de la misma manera.

En la grafica de la figura 4.11 es de importancia hacer notar que la aleación sin contenido de Nb parte de una dureza mayor que las que tienen contenido de 0.1% por lo antes mencionado. Para el caso de la aleación con contenido de 0.5% de Nb la dureza se mantiene sin variaciones significativas, ya que como fue explicado el porcentaje de estructura ferrítica es invariante así como el porcentaje de precipitados.

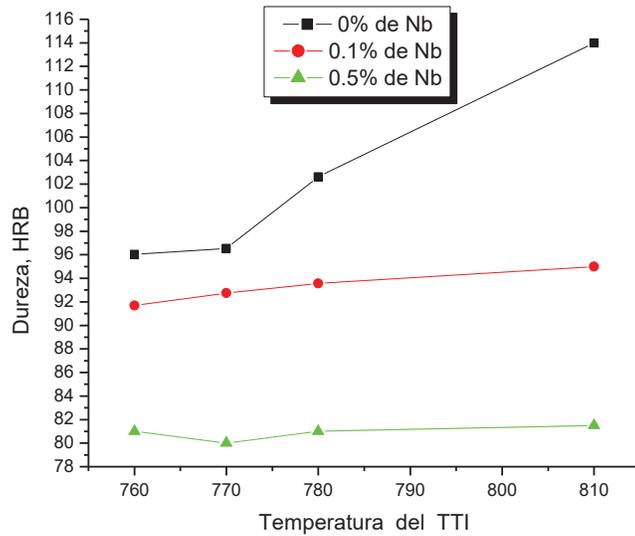


Figura 4.11. Dureza HRB versus temperatura del TTI para aleaciones sin contenido de Nb y con 0.1 y 0.5% de Nb.

Tabla 4.9. Valores promediados de la dureza HRB para cada una de las aleaciones en cada una de las temperaturas del TTI.

| DUREZA ROCKWEL”B” DE LAS ALEACIONES SOMETIDAS A LOS DIVERSAS TEMPERATURA DEL TTI | | | |
|--|-----------|------------|------------|
| Temperatura del TTI | 0% de Nb | 0.1% de Nb | 0.5% de Nb |
| 760 ⁰ C | 96 HRB | 91.6 HRB | 81 HRB |
| 770 ⁰ C | 96.5 HRB | 92.7 HRB | 80 HRB |
| 780 ⁰ C | 102.6 HRB | 93.5 HRB | 81 HRB |
| 810 ⁰ C | 114 HRB | 95 HRB | 81.5 HRB |

Con lo que respecta al ensayo de dureza en la etapa del TTI de esta investigación no se encuentra reporte de éste estudio en los ADF para poder establecer una correlación y discernir los resultados de las aleaciones de éste proyecto, por lo que éste estudio toma una mayor relevancia para vincular la estructura del material y sus propiedades mecánicas.

4.8. ENSAYOS DE TENSIÓN.

Sobre los resultados del ensayo de tensión mostrados en la tabla 4.10 es importante indicar que los resultados de elongación (ε), esfuerzo máximo (σ_{Maximo}), esfuerzo de cedencia ($\sigma_{y(0.02)}$) y esfuerzo de fractura (σ_F) correspondientes a cada una de las probetas de diferentes aleaciones a cada una de las temperaturas del TTI fueron promediados para obtener la elongación promedio (ε_p), esfuerzo máximo promedio ($\sigma_M P$) así como los esfuerzos de fractura promedio ($\sigma_F P$) y el esfuerzo a la cedencia continuo promedio ($\sigma_{y(0.02)} P$). Con el fin de poder discernir los resultados con mayor facilidad

Las probetas *sin adiciones de Nb* a un TTI a temperatura de $760^\circ C$ con un 43% de martensita y 57% de ferrita y con una dureza Rockwel “B” promedio de 96 HRB, mostraron una (ε_p) casi nula del 3%, y a su vez esto reflejó que no existía visiblemente un rango ($\sigma_{y(0.02)} P$) pero en contra parte estas probetas mostraron un elevado ($\sigma_F P$) de 1035 MPa.

Lo anterior es explicado debido a que el porcentaje de martensita presente en la aleación (43%) eleva la dureza del material y en contraparte disminuye la ductilidad, lo que propició que no se visualizara un rango ($\sigma_{y(0.02)} P$). Todo esto desencadenó un tipo de fractura frágil ya que el avance de esta se dió perpendicularmente a los sentidos de esfuerzos uniaxiales.

Para el caso de las probetas *sin adiciones de Nb* sometidas al TTI a temperatura de $780^\circ C$ y dureza promedio de 102.6 HRB mostró de igual manera una (ε_p) mínima del 3.5%, por lo que no reflejó rango ($\sigma_{y(0.02)} P$), pero mostró un ($\sigma_F P$) de 1281 MPa todo esto debido al incremento de la fracción volumétrica de martensita a 58% a causa del incremento de $20^\circ C$ en la temperatura del TTI.

En estos dos casos del TTI a temperaturas a 760 y 780° C para las aleaciones sin adiciones de Nb, estas presentaron valores de $(\sigma_F P)$, un poco más elevados que los ya reportados para ADF convencionales con los mismos porcentajes de martensita [11,35,48] con variaciones de $\sim \pm 30$ MPa, y para los mismos procesos de producción, aunque el (ε_p) estuvo dentro del rango estipulado para éste tipo de aceros en las referencias [11,35,48].

Para las probetas con *contenido de 0.1% de Nb* sometidas al TTI a *temperaturas de 760° C* muestra en promedio un 27% de martensita y 73% de ferrita, de lo cual la aleación refleja una dureza promedio menor de 91.6 HRB, todo lo anterior expresa un comportamiento en el cual la (ε_p) de las probetas es de 15 %, lo que refleja un $(\sigma_{y(0.02)} P)$ de 260 MPa, $(\sigma_M P)$ de 455 MPa, así como se muestra un $(\sigma_F P)$ de 617.65 MPa. Para éste caso el $(\sigma_F P)$ es menor en comparación a las aleaciones con 0% de Nb de éste proyecto de investigación, y ligeramente menor por aproximadamente ~ 20 MPa, por lo ya reportado para ADF convencionales [11,35,48]. De lo anterior es posible deducir que la disminución en porcentaje de la fase martensítica provoca que la aleación se comporte de una manera más dúctil incrementando la (ε_p) pero reduciendo $(\sigma_{y(0.02)} P)$, $(\sigma_M P)$ y el $(\sigma_F P)$. Lo que propició que éste tipo de aleaciones presentaran un tipo de fractura dúctil. Parte de éste efecto se puede visualizar en la figura 4.12.

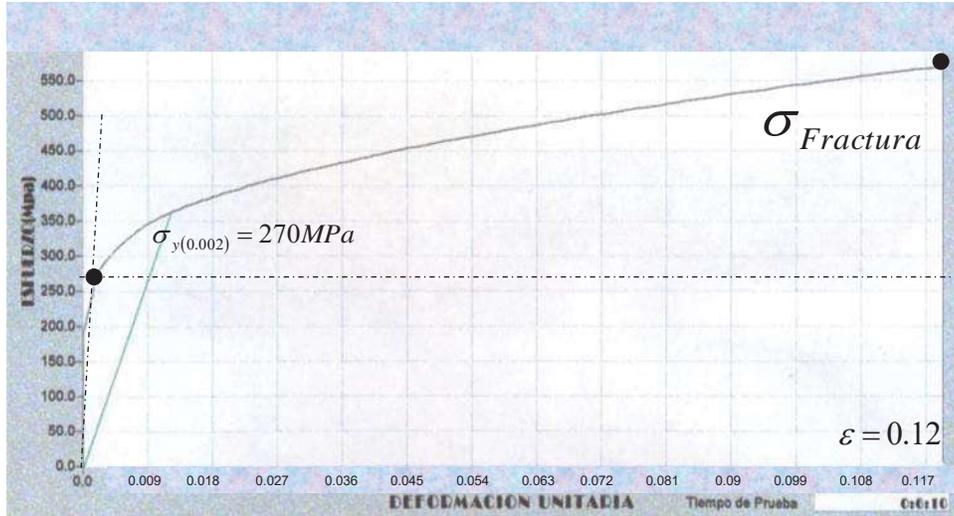


Figura 4.12. Grafica Esfuerzo versus deformación para la probeta N° 3(C) (aleación con 0.1% de Nb a 760 °C del TTI).

Para el caso de las aleaciones con contenido de 0.1% de Nb a una temperatura de 780 °C del TTI mostró un 38% de fase martensítica y reflejó una dureza de 93.5 HRB así como una (ϵ_p) del 14.37%, ($\sigma_{y(0.02)}P$) 295 MPa, ($\sigma_M P$) 505MPa y el ($\sigma_F P$) fue de 669.39 MPa.

De lo que se puede interpretar que las probetas con un porcentaje de martensita mayor a la sometidas a 760 °C, muestran un mayor ($\sigma_M P$), ($\sigma_F P$) así como un ($\sigma_{y(0.02)}P$) más elevado, y esto es explicado a causa del incremento en porcentaje de martensita contenido en la aleación pero en contraparte a éste efecto la elongación se ve reducida, lo anterior puede ser visualizado en la figura 4.13 ya que muestra una grafica de los resultados de la tabla 4.12 .

Los resultados del ($\sigma_{y(0.02)}P$) de 260 y 295 MPa para las aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb a las dos temperaturas de 760 y 780 °C del TTI, respectivamente, son menores de entre 70 y 100 MPa en comparación con los resultados reportados por otros trabajos de investigación [21, 22], de ADF fabricados con la adición de elementos microaleantes como el titanio niobio y vanadio.

En contraparte, para el caso de algunos valores ya reportados [11,35] para ADF convencionales el $(\sigma_F P)$ y $(\sigma_{y(0.02)} P)$ son cercanamente similares para las dos temperaturas del TTI (760 y 780 °C) con la única variación de que la (ϵ_p) es mayor para las aleaciones de éste proyecto de investigación aproximadamente en ~9% [11,35].

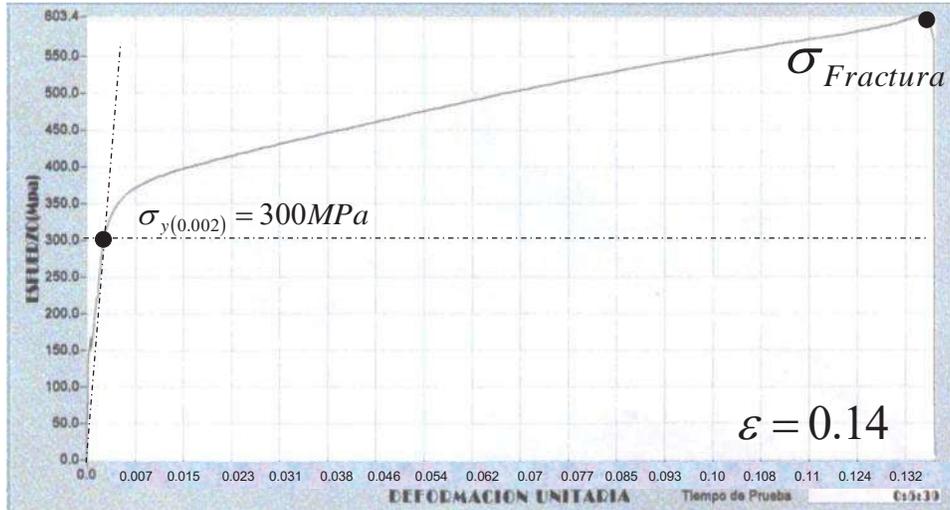


Figura 4.13. Grafica esfuerzo versus deformación para la probeta 10(D) (aleación con contenido de 0.1% de Nb a una temperatura de 780 °C del TTI).

Para el caso de las probetas con contenidos de 0.5% de Nb sometidas a un TTI a temperaturas de 760 °C mostraron un porcentaje de martensita inapreciable con dureza de 81 HRB y esto reflejó un $(\sigma_F P)$ de 413 MPa, un $(\sigma_M P)$ de 320 y un $(\sigma_{y(0.02)} P)$ de 157 MPa así como una (ϵ_p) del 28.7 %. Todo lo anterior es explicado a causa de que el porcentaje de ferrita que es más elevado al de las anteriores aleaciones y el porcentaje de martensita es casi inapreciable, por lo que refleja una mayor ductilidad y menor $(\sigma_{y(0.02)} P)$, $(\sigma_M P)$ así como $(\sigma_F P)$. Todo lo anterior desencadenó en un tipo de fractura completamente dúctil. Éste efecto puede ser visualizado en la figura 4.14 ya que se muestra una grafica esfuerzo contra deformación de una de las probetas.

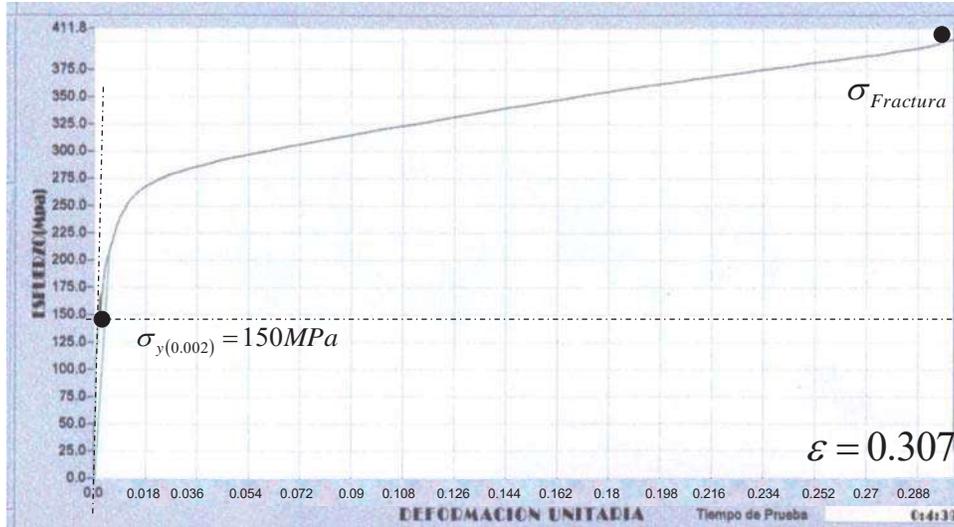


Figura 4.14. Grafica de esfuerzo versus deformación para la probeta 5(F) con contenido de 0.5% de Nb a temperaturas de 760 °C del TTI.

Para el caso de las probetas con contenidos de 0.5% de Nb sometidas a un TTI a temperaturas de 780 °C no muestran en su estructura un porcentaje de martensita, además de presentar una dureza de 81 HRB y esto reflejó en el ensayo de tensión un $(\sigma_M P)$ 360 MPa, $(\sigma_F P)$ 445 MPa y un $(\sigma_{y(0.02)} P)$ de 161 MPa, así como (ϵ_p) de 23.3%. Con esto, claramente se puede describir el efecto del incremento en la elongación y en contraparte la disminución en la resistencia del material, así como su dureza por efecto del incremento de la fase ferrita. Éste efecto puede ser visualizado parcialmente en la figura 4.15.

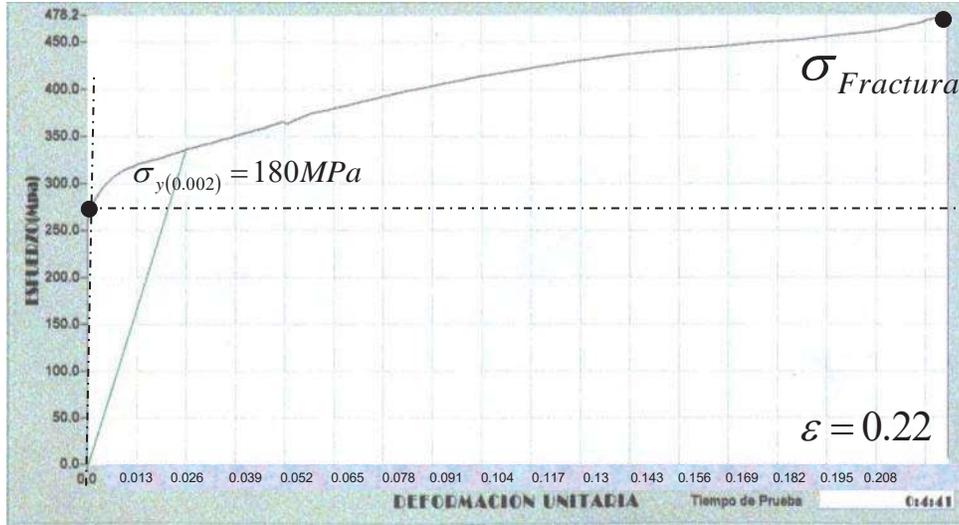


Figura 4.15. Grafica de esfuerzo versus deformación para la probeta 12 (G) con 0.5% de Nb a temperatura de 780 °C del TTI

Cabe mencionar que los resultados para el acero con adiciones de 0.5% de Nb a temperaturas de 760 y 780 °C reflejaron una reducción en el $(\sigma_F P)$, $(\sigma_M P)$ y en $(\sigma_{y(0.02)} P)$, pero tuvo un incremento en la (ϵ_p) , éste efecto no se pudo comparar directamente con los resultados de la revisión bibliográfica, ya que las adiciones excesivas de 0.5% de Nb como elemento microaleante no ha sido reportado.

Aunque en comparación directa con los ADF convencionales^[11,35] el $(\sigma_F P)$, $(\sigma_{y(0.02)} P)$ y $(\sigma_M P)$ de aleaciones de éste proyecto de investigación son menores en promedio de ~150 MPa, la (ϵ_p) es considerablemente mayor en un aproximado de ~17%.

Tabla 4.10. Compendio de los resultados obtenidos por el ensayo de tensión para cada una de las aleaciones a cada una de las temperaturas del TTI . Donde (A) es designación para aleaciones sin adición de Nb. (C) y (D) son asignaciones para aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb. (F) y (G) son para aleaciones con 0.5% de Nb.

| Número De Probeta | % DE ELONGACIÓN (% ϵ) | % DE REDUCCIÓN DE ÁREA (% RA) | Esfuerzo de cedencia ($\sigma_{y(0.02)}$) (MPa) | Esfuerzo Máximo (σ_{Maximo}) (MPa) | Esfuerzo de fractura (σ_F) (MPa) |
|---|---------------------------------|----------------------------------|---|---|---|
| Tratamiento térmico intercrítico a temperatura de 760 °C | | | | | |
| 1 (A) | 3.10 | 3 | ----- | ----- | 1007 |
| 2 (A) | 3.46 | 5 | ----- | ----- | 1063.3 |
| 3 (C) | 12.1 | 32 | 270 | 460 | 575.13 |
| 4 (D) | 18.28 | 39 | 250 | 450 | 660.18 |
| 5 (F) | 30.71 | 81 | 150 | 330 | 411.81 |
| 6 (G) | 26.77 | 71 | 165 | 310 | 414.85 |
| Tratamiento térmico intercrítico a temperatura de 780 °C | | | | | |
| 7 (A) | 3.15 | 4 | ----- | ----- | 1289.98 |
| 8 (A) | 4 | 5 | ----- | ----- | 1272.38 |
| 9 (C) | 14.28 | 23 | 290 | 510 | 735.35 |
| 10 (D) | 14.46 | 28 | 300 | 500 | 603.43 |
| 11 (F) | 24.44 | 79 | 150 | 320 | 413.55 |
| 12 (G) | 22.29 | 70 | 180 | 400 | 478.16 |

Los tipos de fractura que presentaron las probetas sometidas al ensayo de tensión pueden ser visualizados en la figura 4.16, ya que para cada una de las composiciones las probetas revelaron un tipo de fractura diferente.

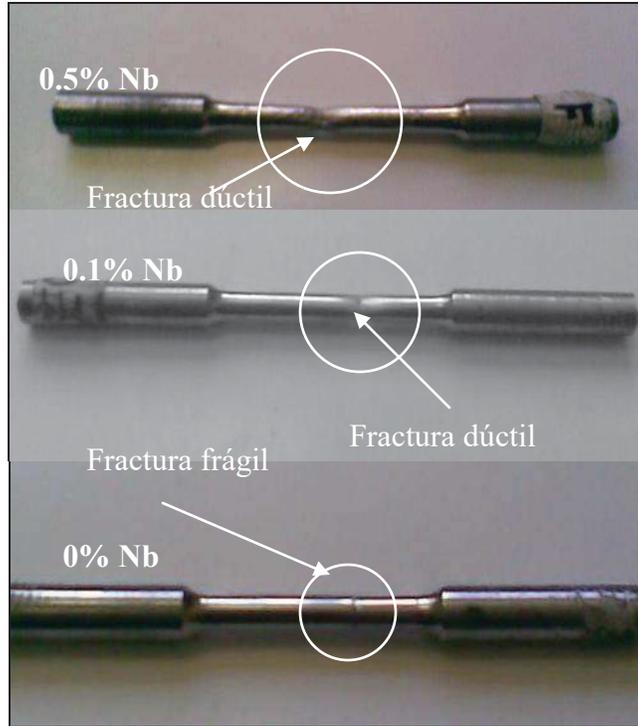


Figura 4.16. Ruptura de las probetas de las diversas aleaciones sometidas al ensayo de tensión.

4.9. MICROSCOPIA ÓPTICA DE LA FRACTURA.

En el análisis transversal mediante MO de las muestras con 0.1% de Nb provenientes de la fractura revelaron que la deformación de los granos (Figura 4.17) es en mayor proporción hacia el acercamiento de la fractura, lo cual refleja una ductilidad en el material pudiendo corroborarlo para los casos de esta aleación con el porcentaje de elongación promedio, ya que fue visiblemente mayor que para el caso del acero sin adición de Nb debido a que estas poseían un porcentaje de ferrita menor.

Las fotomicrografías para aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb (Figura 4.17) muestran que los inicios de fractura comenzaron preponderantemente en las interfases ferrita-martensita lo que hace que coexista una concordancia con los reportes estudiados hasta el momento en ADF ^[22,23,29,33,49], lo cual se puede explicar de manera que al momento de realizar el ensayo de tensión y someter a las probetas a un esfuerzo normal uniaxial se genera el movimiento de las dislocaciones comenzando

primordialmente en las zonas donde estas puedan moverse con mayor facilidad que será la fase dúctil (ferrita), lo que conlleva a que estas dislocaciones avancen hasta los límites de las interfases de una estructura más dura (martensita), en las que se apilarán sin poder deslizar a través de esta fase, lo que desencadenará por éste efecto un inicio de fractura.

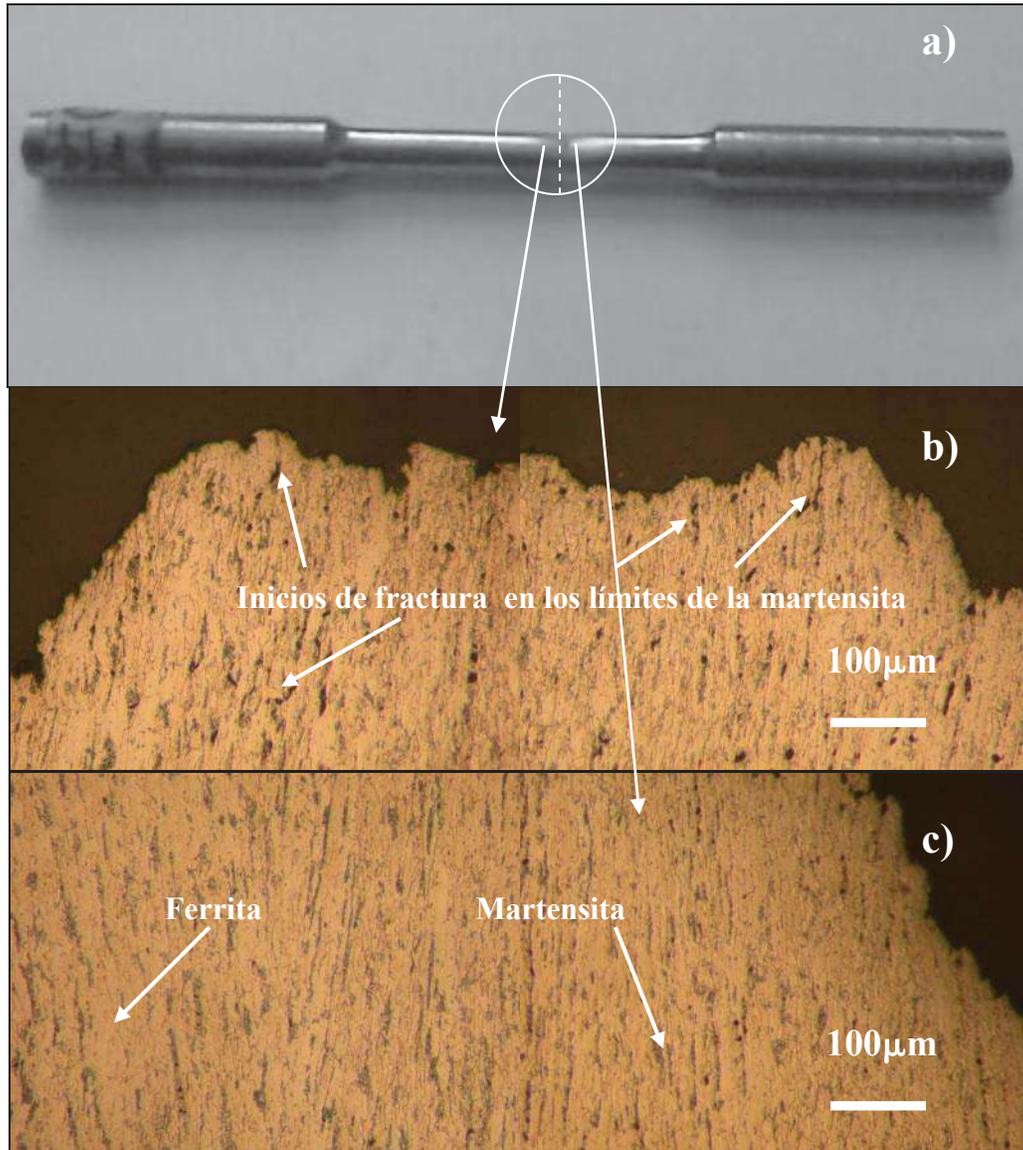


Figura 4.17. Fotomicrografías de la fractura producto del análisis de MO proveniente de una probeta con aleación de 0.1% de Nb. a) Probeta con adiciones de 0.1% de Nb después del ensayo de tensión. b) Límites de la fractura de la aleación con 0.1% de Nb a temperatura 760 °C del TTI. c) Límites de la fractura de una la aleación con 0.1% de Nb a temperatura de 780 °C.

Las fotomicrografías para las aleaciones con contenidos de 0.5% de Nb (Figura 4.18) revelan primeramente pequeñas cavidades entre los límites de grano cercanos a la fractura las cuales son generadas por la descohesión entre los límites de grano por efecto de la presencia de los NbC, además de que estas fotomicrografías revelan un alargamiento de los granos en cuanto más cerca se está de la fractura. Es de suma importancia hacer notar que las pequeñas cavidades, así como la fractura comienzan primariamente en los límites de grano que son las regiones de concentración de carburos de niobio (NbC).

En comparación con los reportes de las investigaciones hasta el momento donde las adiciones de elementos microaleantes (Nb, Ti y V) están presentes ^[20-22] no se reporta éste efecto, ya que no se realizaron ensayos mecánicos de tensión ^[20] y en los que si se realizaron, no se reporto el análisis de la fractura ^[21,22]. Lo anterior puede ser explicado de manera similar al de las aleaciones sin adiciones de Nb, ya que al momento de realizar el ensayo de tensión el movimiento de las dislocaciones comienza primordialmente en las zonas donde estas se puedan deslizar con mayor facilidad que será la fase dúctil (ferrita) lo que conlleva a que estas dislocaciones avancen hasta los límites de las interfases de una estructura más dura que para el caso de esta aleación son los carburos de niobio, en las que se apilarán sin poder deslizar a través de estos lo que desencadenará por éste efecto un inicio de fractura.

La distancia media del movimiento de las dislocaciones sobre la fase ferrítica es dependiente del tamaño de grano que presente el porcentaje de la fase, por lo que para de las aleaciones sometidas a una temperatura de 760°C en el TTI y sin contenido de Nb con un 57% de fase ferrítica la distancia media del movimiento de las dislocaciones corresponde a 7 μm y para el caso de el acero con contenido de 0.1% de Nb con un 73% de fase ferrítica la distancia media será de 4 μm a si como para el caso del acero con contenido de 0.5% de Nb que tiene un 92.9% de fase ferrítica.

Para el caso de las aleaciones sometidas a una temperatura de 780°C en el TTI, el acero sin contenido de Nb con un 42% de fase ferrítica revela una distancia media

del movimiento de las dislocaciones correspondiente a $8 \mu\text{m}$, para el caso del acero con contenido de 0.1% de Nb con un 62% de fase ferrítica la distancia media es de $5 \mu\text{m}$ y el caso del acero con contenido de 0.5% de Nb que tiene un 92% de fase ferrítica la distancia media es de $48 \mu\text{m}$.

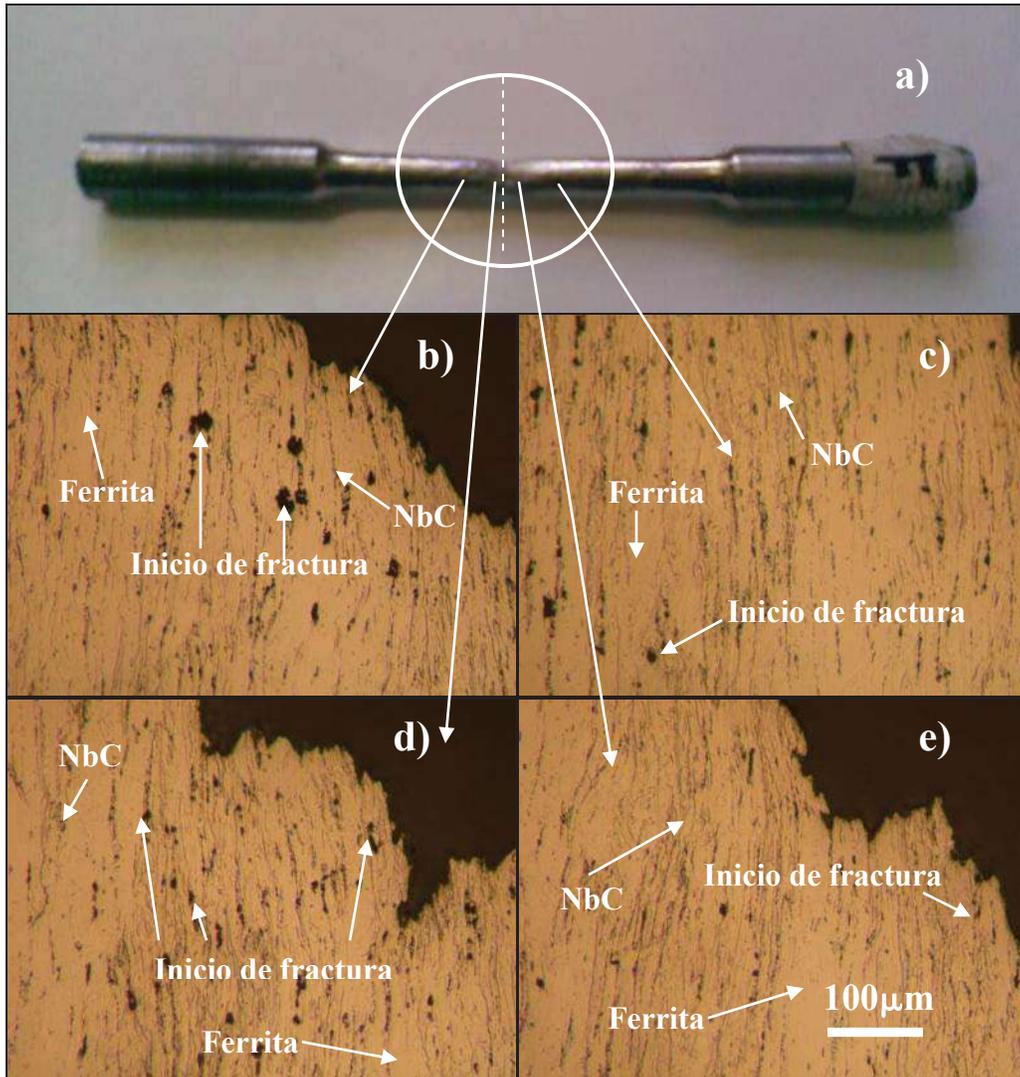


Figura 4.18. Fotomicrografías de la fractura provenientes de una análisis por MO para una aleación con 0.5% de contenido de Nb. a) probeta con adición de 0.5% de Nb después del ensayo de tensión. b) Fotomicrografía en los límites de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 760°C del TTI. c) Fotomicrografía en la base de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 760°C del TTI. d) Fotomicrografía en los límites de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 780°C del TTI. e) Fotomicrografía en la base de la fractura para una aleación de 0.5% de Nb a temperatura de 780°C del TTI.

4.10. MICROSCOPIA ÓPTICA DE BARRIDO.

Las fotomicrografías provenientes de MEB en la superficie de fractura para las aleaciones sin adiciones de Nb (Figura 4.19) revelaron perfectamente superficies planas con una casi nula presencia de microporosidades con deformaciones, lo cual es característico de una fractura frágil. Lo anterior es sustentado debido al bajo porcentaje de elongación y elevada dureza que presentaron estas aleaciones. Éste efecto tiene una concordancia con lo estipulado en los resultados ya revisados de ADF convencionales^[23, 29].

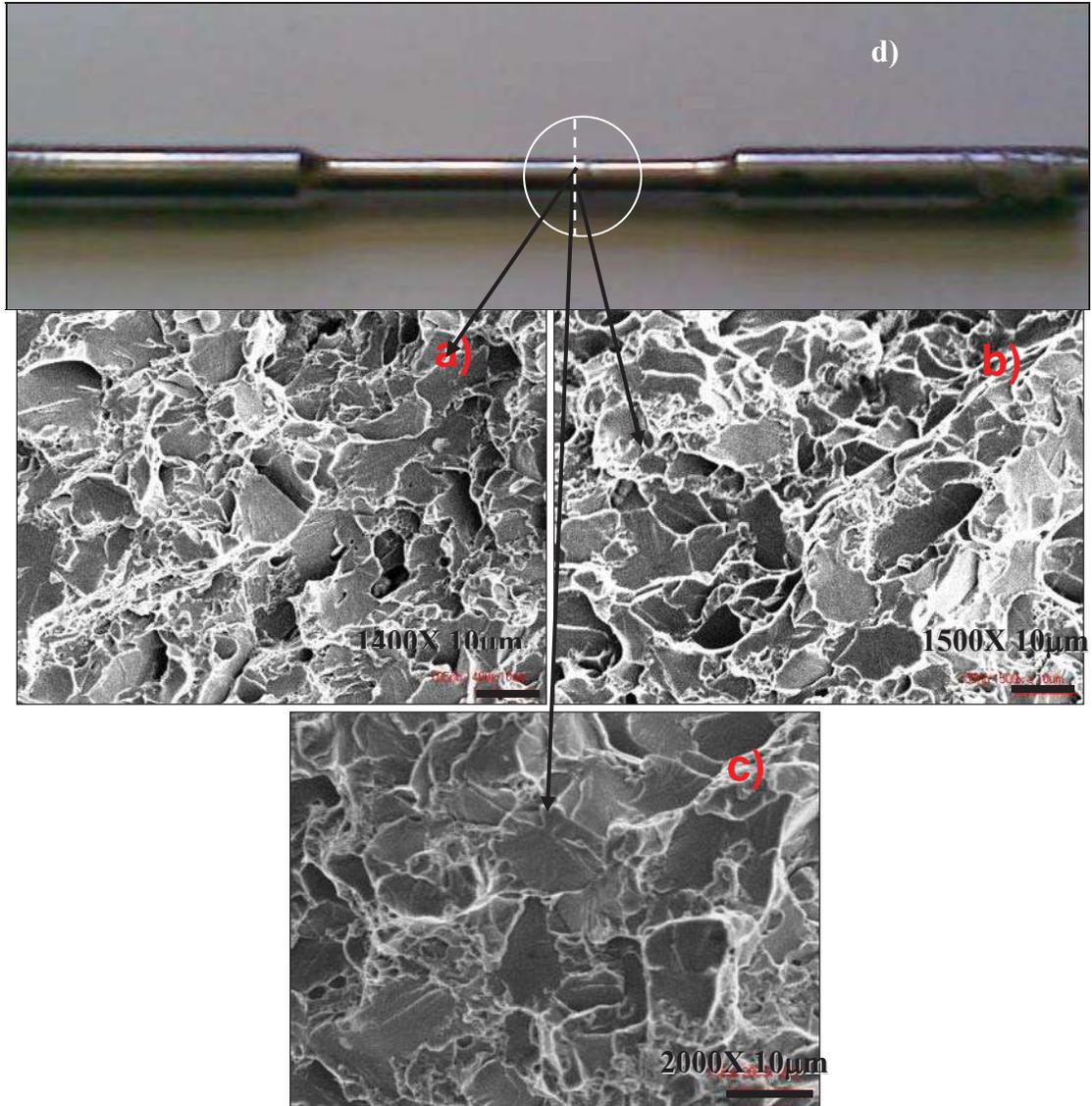


Figura 4.19. Fotomicrografías de la superficie de fractura para una aleación sin contenidos de Nb mediante MEB a) magnificación de 1,400X. b) 1,500X. c) 2,000X.

Para el caso de las aleaciones con 0.1% de Nb las fotomicrografías provenientes de las piezas con cortes longitudinales en dirección del esfuerzo normal uniaxial del ensayo de tensión (Figura 4.20) revelaron a una mayor magnificación el alargamiento de los granos producto de la deformación, así como corroboraron el efecto de inicio de fractura en las interfases de la estructura.

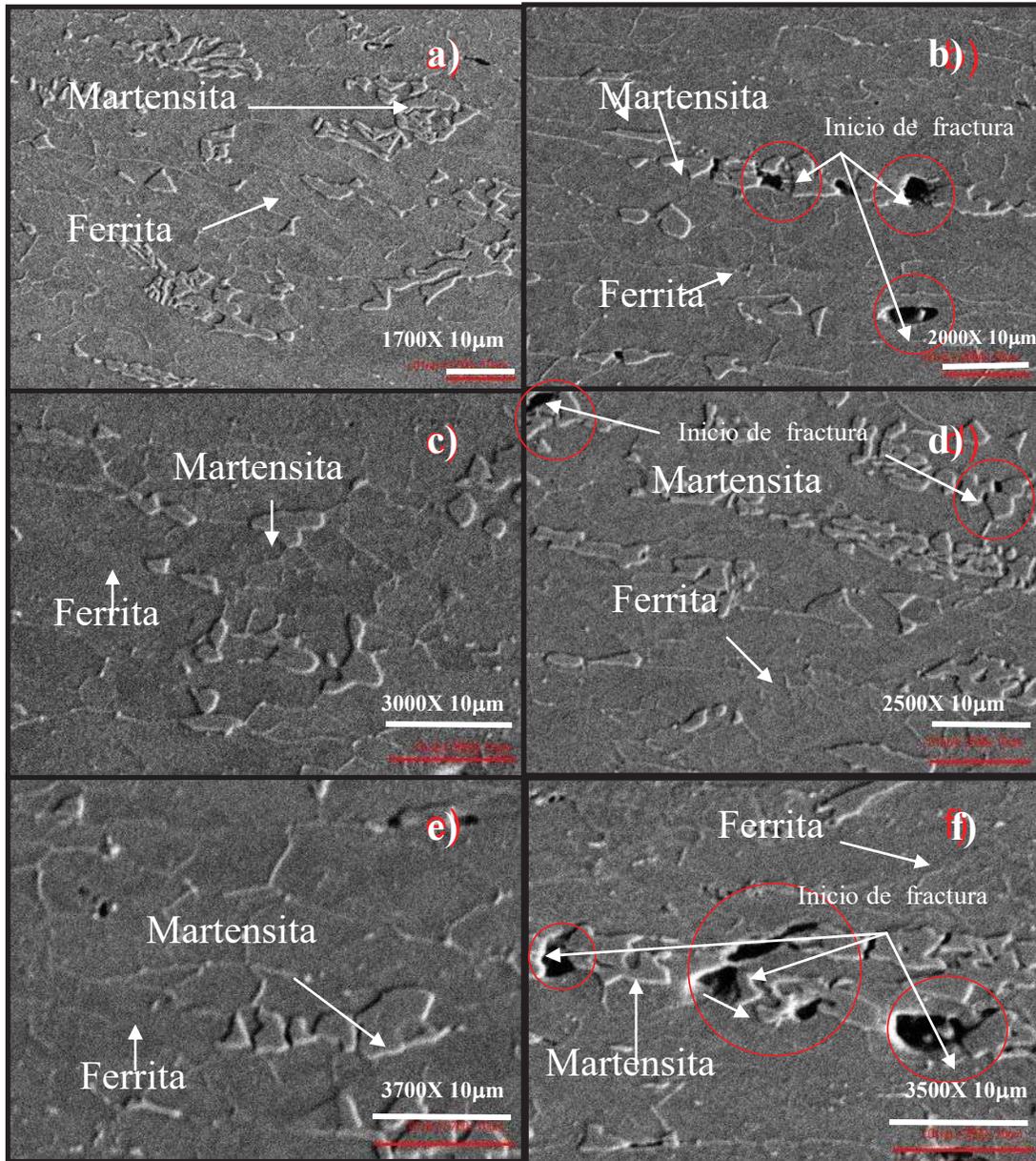


Figura 4.20. Fotomicrografías provenientes de la base de la fractura del análisis por MEB para el acero con 0.1% de Nb. a) 1,700X b) 2,000 c) 3,000 d) 2,500 e) 2,700X. f) 3,500X.

Las fotomicrografías provenientes de la superficie de la fractura para las aleaciones con 0.1% contenido de Nb mostraron una gran deformación, además de revelar micro porosidades sin indicios de zonas planas, lo cual corrobora la fractura dúctil (Figura 4.21). Éste reporte de tipo de fractura no fue reportado en algunos estudios donde se utilizaron elementos microaleantes como el Ti V y Nb ^[20-22], pero para el caso

de la producción de un ADF convencional^[23] existe una concordancia para sustentar éste efecto aunque éste estudio reporta un porcentaje de martensita de ~30%.

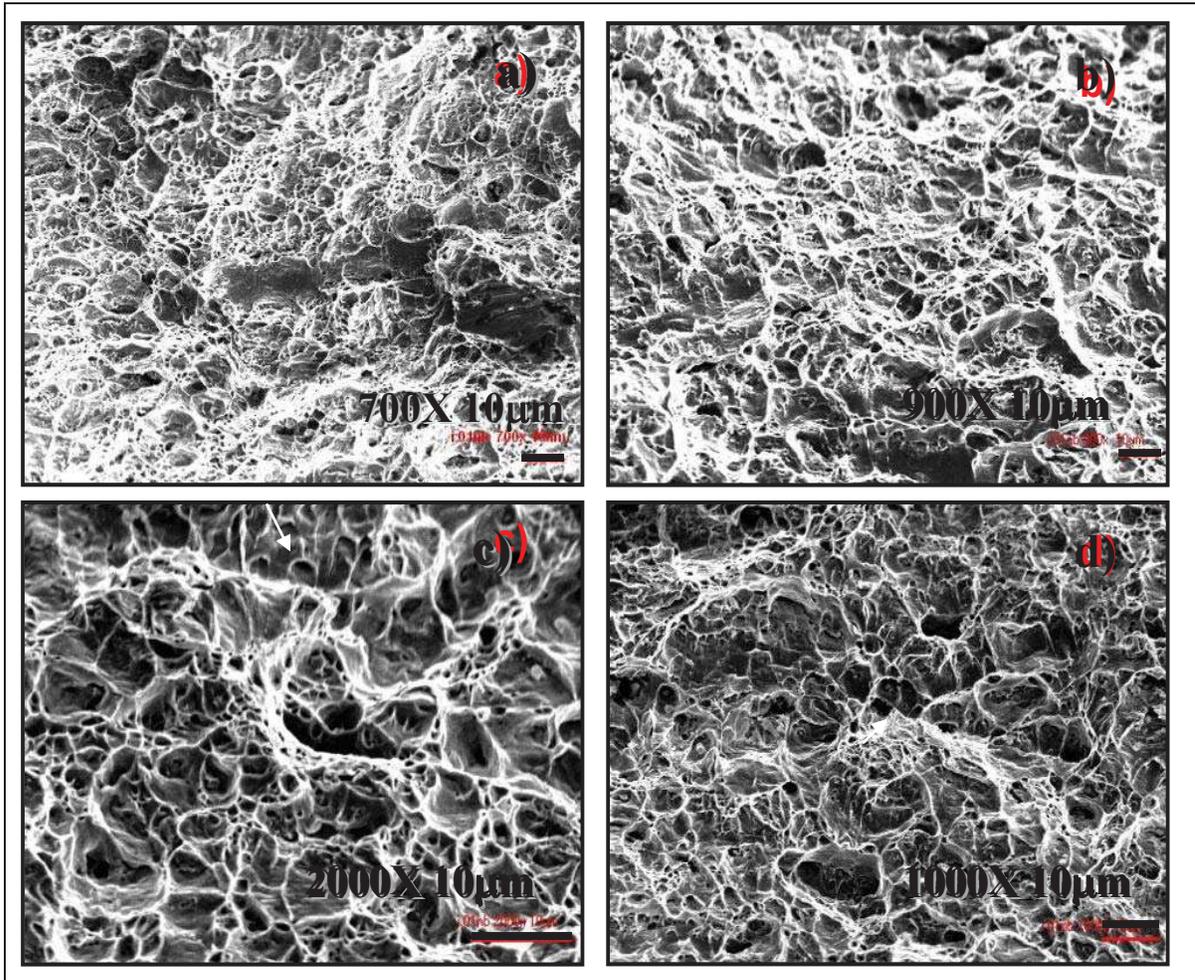


Figura 4.21. Fotomicrografías de la superficie de fractura de una aleación con contenido de 0.1% de Nb. a) 700X b) 900X c) 2,000x d) 1,000X.

Para el caso de las aleaciones con contenidos de 0.5% de Nb las fotomicrografías de la figura 4.22 con corte longitudinal mostraron un gran alargamiento de los granos, lo que se puede corroborar con la gran ductilidad que presentó esta aleación.

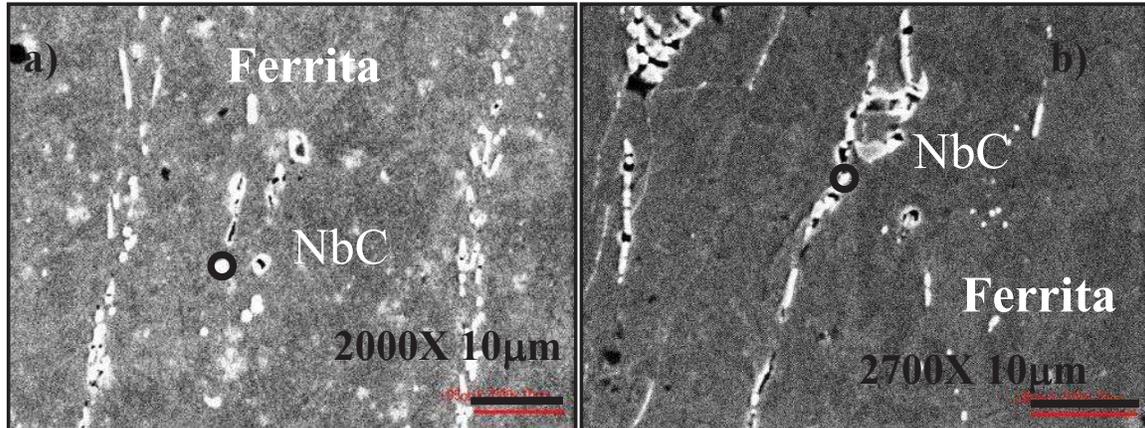


Figura 4.22. Fotomicrografías de la base de fractura de una aleación con contenido de 0.5% de Nb a) 2,000X b) 2,700X.

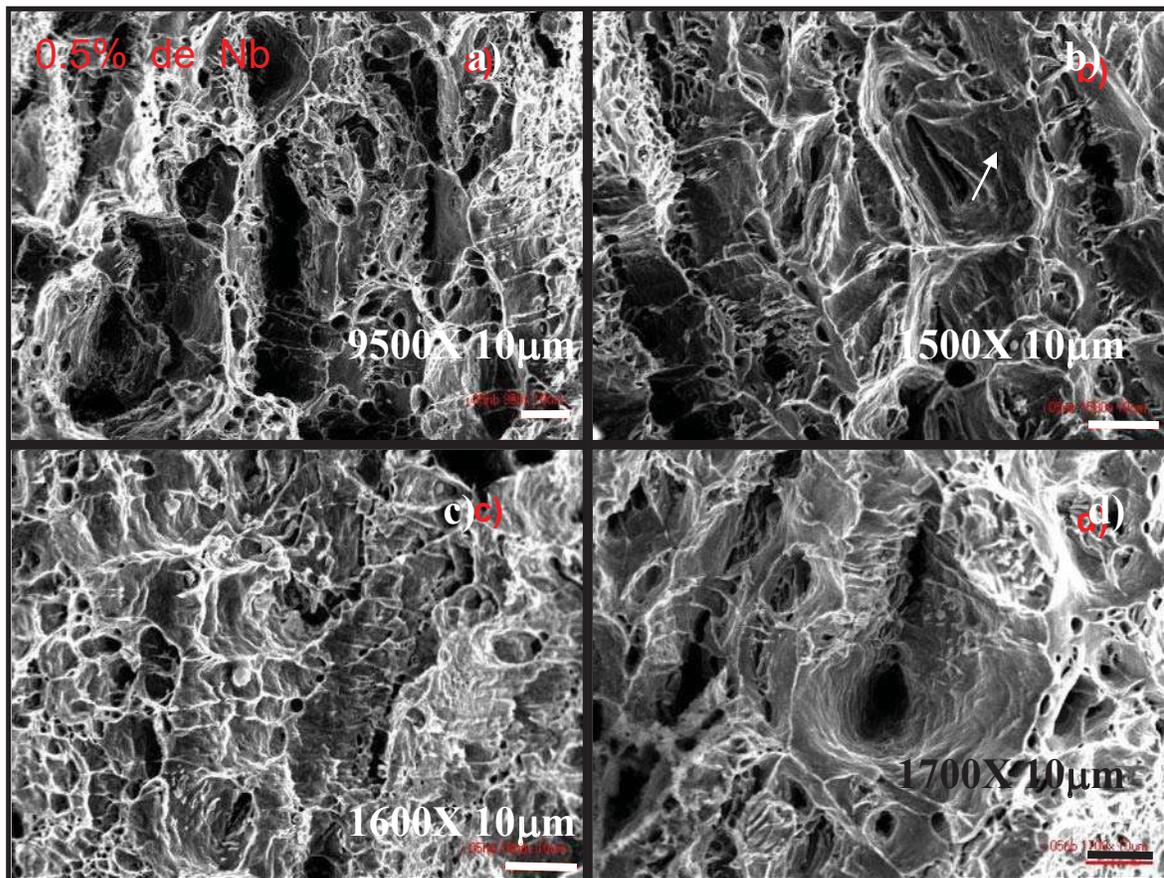


Figura 4.23. Fotomicrografía por MEB de la superficie de fractura de una aleación con contenido de 0. 5% de Nb. a) 950X b) 1,500X c)1,600X d)1,700X.

Las fotomicrografías de MEB (Figura 4.23) en la superficie de la fractura para la aleación con 0.5% de Nb, corrobora la gran ductilidad que mostró la aleación ya que en la superficie está presente una gran cantidad de deformación, así como de microporosidades sin visualizar alguna zona plana sin deformación característica de una fractura frágil. Éste resultado representa una gran sustentación del efecto que toma la microestructura con respecto a las propiedades mecánicas en el acero con contenido de 0.5% de Nb.

El análisis de la fractura realizado en el acero con contenido de 0.5% de Nb es una sustancial aportación, ya que en comparación con los resultados de las referencias bibliográficas no se ha reportado hasta el momento un excedente de Nb (0.5%) como elemento de microaleación para poder hacer una comparación y discernir los resultados de éste proyecto de investigación.

CAPÍTULO V.

CONCLUSIONES.

I. TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO.

1. En la etapa del tratamiento termomecánico el manganeso y molibdeno aumentaron la templabilidad del material, aumentando la temperatura de transformación martensítica de tal manera que nuestras aleaciones sin adiciones de Nb y con 0.1% de Nb fueron susceptibles a la transformación martensítica con un enfriamiento al aire después del TTM.
2. En la etapa del TTM las adiciones de 0.1% de Nb en el ADF genera una disminución en la fracción volumétrica de la perlita, así como de la fase martensítica debido a la formación de carburos de Nb (NbC) ya que el consumo de carbono por efecto de esta formación resta el porcentaje de carbono necesario para la formación de perlita y martensita. Además de que estas aleaciones mostraron una reducción del tamaño de grano de $3 \mu m$ (43%) $2 \mu m$ (29%) y $2 \mu m$ (29%) para la ferrita, perlita y martensita, respectivamente, en comparación con los tamaños de grano para las aleaciones sin contenidos de Nb.
3. Para el caso de las aleaciones con contenidos de 0.5% de Nb en la etapa del TTM se formó una excesiva precipitación de carburos de Nb que perfectamente se visualizan segregados en los límites de grano. Además de que no mostraron mayor reducción del tamaño de grano que la efectuada en las adiciones de 0.1% de Nb. La excesiva adición de elemento microaleante por arriba de 0.1% no tiene efecto significativo en la reducción de tamaño de grano.
4. En la etapa del TTM a medida de que se incremento el porcentaje de Nb en el ADF desde 0.1 a 0.5%, la dureza (HRB) se vio disminuida, debido a que el Nb suprime en cierta medida la fracción volumétrica de las fases perlítica y martensítica, por ende esto permite el incremento de la fase ferrítica.

II. TRATAMIENTO TÉRMICO INTERCRÍTICO.

5. Para el caso de la composición química del ADF de esta investigación, las temperaturas críticas Ac_1 y Ac_3 fueron desplazadas a una temperatura mayor, por lo que aplicando la regla de la palanca en el diagrama Fe-C convencional para 0.1% de C, el diagrama es inconsistente para un cálculo de porcentaje de fases, lo cual fue reflejado en el cálculo a temperatura de 750 °C en el TTI donde el diagrama Fe-C carbono estipula estar en el rango austenita-ferrita ($\gamma + \alpha$), las fotomicrografías revelaron que la fase martensítica no estaba presente, solamente ferrita y perlita.
6. Para cada una de las temperaturas del TTI 760, 770, 780 y 810 °C las aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb mostraron menores cantidades de martensita que las aleaciones que no contenían Nb, debido a que las aleaciones con 0.1% de Nb consumieron una fracción del carbono libre requerido para la formación de la martensita formando NbC. Además, de que a medida que se incrementa la temperatura del TTI para las aleaciones sin adiciones de Nb y con contenidos de 0.1 %, se incrementa el porcentaje de martensita contenido en la aleación. Para las aleaciones con 0.5% de Nb no se revelan rasgos de la fase martensítica, además de que no existe variación significativa en el porcentaje de NbC contenidos en esta.
7. El incremento en la temperatura del TTI para el caso de las aleaciones sin adiciones y con 0.1% Nb generó un incremento en la dureza a causa del incremento en la fracción volumétrica de la martensita. Para el caso de las aleaciones con contenidos de 0.5% de Nb sometidas a las diversas temperaturas del TTI no se mostró una variación significativa en la dureza, manteniéndose constante debido a que el porcentaje de la fase ferrítica y de NbC no varían con respecto a estos rangos de temperatura.
8. El tamaño de grano en las aleaciones proveniente de la temperatura de 760 °C del TTI no mostró una variación significativa con respecto al tamaño de grano proveniente del TTM considerando la variabilidad del porcentaje de error

debida al cálculo estadístico. El tamaño de grano en las aleaciones proveniente de la temperatura de 780 °C del TTI mostró una variación de alrededor de $\sim 1 \mu m$ (13%) con respecto al tamaño de grano proveniente de la temperatura de 760 °C considerando la variabilidad del porcentaje de error debida al cálculo estadístico.

9. El tamaño de grano final para las dos temperaturas del TTI en las aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb y misma técnica de producción es menor que lo reportado por la referencias bibliográficas que estipulan adiciones de Nb.

10. Las aleaciones sin adiciones de Nb mostraron una ductilidad muy reducida, en contraparte estas probetas mostraron una elevado $(\sigma_F P)$, todo esto debido al elevado porcentaje de martensita desencadenando un tipo de fractura frágil

11. Para el caso de las aleaciones con 0.1% de Nb, estas mostraron un menor $(\sigma_F P)$, $(\sigma_{y(0.02)} P)$ y $(\sigma_M P)$ que las aleaciones sin Nb, pero en cambio la ε_p es incrementada a causa de la reducción de los porcentajes de martensita, lo que propicio una fractura dúctil en el material. Además de que el $(\sigma_F P)$, $(\sigma_{y(0.02)} P)$ y $(\sigma_M P)$ son cercanamente similares a los reportes de ADF convencionales.

12. Para las aleaciones con contenidos de 0.1% de Nb los inicios de las fracturas comenzaron en las interfases de los granos de la ferrita y martensita debido a que en estas zonas están presentes la mayoría de los NbC propiciando la descohesión entre las fases, además de que el movimiento de las dislocaciones comienza primordialmente en la estructura dúctil donde estas se puedan mover con mayor facilidad que es la ferrita, lo que conlleva a que estas dislocaciones avancen una distancia media (que depende del tamaño de grano) hasta los límites de las interfases de una estructura más dura (martensita), en los que se apilaran sin poder deslizar a través de esta fase lo que desencadenara por éste efecto un inicio de fractura.

13. Las aleaciones con 0.5% de Nb mostraron menor $(\sigma_F P)$, así como un $(\sigma_{y(0.02)} P)$ menor que para las aleaciones con 0.1% de Nb, pero en contraparte se reflejó una elevada ductilidad a por el hecho del incremento de la fase ferrítica. En parte opuesta la gran cantidad de NbC segregados en los límites de grano afectaron la resistencia del material generando una descohesión entre los límites de grano de las fases y propiciando los inicios de las fracturas. Éste mecanismo de inicio de fractura sigue el mismo patrón de comportamiento que el de las aleaciones sin adiciones de Nb generando el movimiento de las dislocaciones comenzando primordialmente en las estructura dúctil que es la ferrita donde estas se puedan mover con mayor facilidad lo que conlleva a que estas dislocaciones avancen hasta los límites de los granos en donde se encuentran los NbC en donde se apilaran sin poder deslizar a través de estas fases lo que desencadenara por éste efecto un inicio de fractura.

CAPÍTULO VI.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. A. M. Sherman, R. G. Davies and W. T. Donlon “ELECTRON MICROSCOPIC STUDY OF DEFORMED DUAL-PHASE STEELS” Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.85-93.
2. T. Gladman. “THE PHYSICAL METALLURGY OF MICROALLOYED STEELS”: Londres, 1997. The Institute of Materials.
3. G. R. Speich. “PHYSICAL METALLURGY OF DUAL PHASE STEELS”, Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.3-39.
4. M. Y Demeri “THE FORMABILITY OF A DUAL PHASE STEEL” Metallurgical Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 12 A, July 1981. P.1187-1196.
5. R. P. Krupitzer. “STRAIN AGING IN CONTINUOUSLY-ANNEALED, DUAL PHASE STEEL CONTAINING VANADIUM” Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.315-332.
6. A. F. Crawley, M. T. Shehata, N. Pussegoda, C. M. Mitchell and W.R. Tyson “PROCESSING, PROPERTIES AND MODELING OF EXPERIMENTAL BATCH-ANNEALED DUAL-PHASE STEELS ” Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.181-198.
7. I. B Timokhina, P. D. Hodgson and E. V. Pereloma “TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY CHARACTERIZATION OF THE BACKE-HARDENING BEHAVIOR OF TRANSFORMATION-INDUCED PLASTICITY AND DUAL-PHASE STEELS” Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 38A, OCTOBER 2007 P.2442-2454.
8. B. Hwang, Y. G. Kim, S. Lee, D. Y. Hwang and D. H. Shin “DYNAMIC TENSIONAL DEFORMATION BEHAVIOR OF ULTRA –FINE-GRAINED DUAL-PHASE STEEL FABRICATED BY EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING” Metallurgical and Materials Transactions, American Society for

- Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 38A, December 2007 P.3007-3013.
9. J. D Embury and J. L. Duncan " FORMABILITY OF A DUAL PHASE STEEL" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.221-248.
 10. S. Oliver, T. B Jones and G. Fourlaris " DUAL PHASE VERSUS TRIP STRIP STEELS: COMPARITION OF DYNAMIC PROPERTIES FOR AUTOMOTIVE CRASH PERFORMANCE" Materials Science and Technology, Vol.23 No 4 December 2007 P. 423-431.
 11. R. D. Lawson, D. K. Matlock, and G. Kraus "THE EFFECT OF MICROSTRUCTURE ON THE DEFORMATION BEHAVIOR AND MECHANICAL PROPERTIES OF A DUAL- PHASE STEEL" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.347-385.
 12. R. G. Davies, "INFLUENCE OF SILICON AND PHOSPHOROUS ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF BOTH FERRITE AND DUAL-PHASE STEELS" Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 10A, January 1979 P.113-118
 13. I. Mejía, "APUNTES DE TÓPICOS SELECTOS DE INVESTIGACIÓN: METALURGIA DE LA DEFORMACIÓN" IIM, U.M.N.S.H. Morelia Mich. 2007.
 14. J. Romero, "INFLUENCIA DEL Ti SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y MICROESTRUCTURALES DE UN ACERO MICROALEADO AL Mn-V". Tesis de Maestría, IIM. U.M.S.N.H. Morelia Mich. 1995
 15. I. Mejía, "APUNTES DE TRATAMIENTOS TÉRMICOS" IIM. U.M.S.N.H. Morelia Mich. 2006.
 16. H. Najafi, J. Rassizadehghani and A. Halvaeae, "MECHANICAL PROPERTIES OF A CAST MICROALLOYED STEELS CONTAINING V, Nb and Ti" Materials Science and technology Vol.23 No 6 January 2007 P 699-705
 17. C. Maldonado, "EFECTO DEL MANGANESO SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ACEROS MICROALEADOS AL NIOBIO". Tesis de Maestría. IIM. U.M.S.N.H. Morelia. Mich. 1988.

18. A. Garcia, F. G. Caballero, T. Lung, C. Capdevila and C. Garcia de Andres. "INFLUENCE OF AUSTENITE GRAIN SIZE ON AVERAGING TREATMENT OF CONTINUOUS ANNEALED DUAL-PHASE STEELS" *Materials Science and Technology* Vol.23 No 6 December 2006 P 671-676.

19. A. Bedolla "ALEACIONES LIGERAS" Notas del curso IIM. U.M.S.N.H. Morelia. Mich. Primavera 2006.

20. D. Geib, D. Matlock, and G. Krauss, "THE EFFECT OF INTERCRITICAL ANNEALING TEMPERATURE ON THE STRUCTURE OF NIOBIUM MICROALLOYED DUAL - PHASE STEEL" *Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME* Volume 11A, January 1980 P.1683-1689.

21. J. Gau, J. Koo, A. Nakagawa and G. Thomas, "MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF DUAL-PHASE STEELS CONTAINING FINE PRECIPITATES" *Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.47-57.*

22. W. Saikaly, X. Bano, C. Issartel, G. Rigaut, L. Charrin, and A. Charai "THE EFFECTS OF TERMOMECHANICAL PROCESSING ON THE PRECIPITATION IN AN INDUSTRIAL DUAL -PHASE STEEL MICROALLOYED WITH TITANIUM". *Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME* Volume 32 A, August 2001. P.1939-1947.

23. S. Kim and S. Lee, "EFFECTS OF MARTENSITE MORPHOLOGY AND VOLUME FRACTION ON QUASI-STATIC AND DYNAMIC DEFORMATION BEHAVIOR OF DUAL-PHASE STEELS". *Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME* Volume 31A, JULY 2000 P.1753-1760.

24. R. G. Davies "TEMPERING OF DUAL PHASE STEELS "Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.265-277.

25. M. S. Rashid and B. V. N. Rao "TEMPERING CHARACTERISTICS OF A VANADIUM CONTAINING DUAL-PHASE STEEL" *Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.249-263*

26. P. G. Schewmon, "TRANSFORMATION IN METALS" United States of America 1969. P. 80-82, 140-150
27. G. Krauss "STEELS HEAT TREATMENT AND PROCESSING PRINCIPLES" ASM international. P 50,53
28. T. Kato, K. Hashiguchi, I. Takahashi, T. Irie and N. Ohashi "DEVELOPMENT OF AS-HOT-ROLLED DUAL-PHASE STEEL SHEET" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.199-220.
29. M. Sarwar, E. Ahmad, N. Hussain, B. Ahmad, and T. Manzoor "CRACK PATH MORPHOLOGY IN DUAL-PHASE STEEL" Journal of Materials Engineering and Performance Volume 15(3), JUNE 2006 P.352-354.
30. J. Jonas, R. do Nascimento, I. Weiss and A. Rothwell "THE EFFECT OF DEFORMATION ON THE $\gamma \rightarrow \alpha$ TRANSFORMATION IN TWO HIGH SILICON DUAL-PHASE STEELS", Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.95-111.
31. F. Perez-Pamatz "EFECTO DEL CALCIO SILICIO Y TIERRAS RARAS EN LAS INCLUSIONES NO METÁLICAS DE UN ACERO MICRO ALEADO" Tesis de Maestría. IIM. U.M.N.S.H.. Morelia Mich. Agosto de 1996.
32. D. R. Askeland "CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES" cuarta edición. Editorial Thomson. 2004. P 335,375.
33. Tacharya, T. Sakaki, and G. Weng "INFLUENCE OF MARTENSITE SHAPE, CONCENTRATION, AND PHASE TRANSFORMATION STRAIN ON THE DEFORMATION BEHAVIOR OF STABLE DUAL-PHASE STEELS" Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 24A, FEBRUARY 1993 P.301-314.
34. S. Hasen, R. Pradhan, "STRUCTURE/PROPERTY RELATIONSHIP AND CONTINUOUS YIELD BEHAVIOR IN DUAL-PHASE STEELS" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.113-143.

35. G. R. Speich and R. L. Miller, "TEMPERING OF FERRITE-MARTENSITE STEELS" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.279-304.
36. D. Tseng and F. H. Vitovec, "THE BAUSCHINGER EFFECT AND WORK HARDENING OF DUAL PHASE STEELS" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.384-399.
37. A. Nishimoto, Y. Hosoya, and K. Nakaoka, "RELATION BETWEEN HOLE EXPANSION FORMABILITY AND METALLURGICAL FACTORS IN DUAL PHASE STEEL SHEET" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.428-447
38. A. R. Marder, "THE STRUCTURE- PROPERTIES RELATIONSHIP IN CHROMIUM BEARING DUAL-PHASE STEELS" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.145-159
39. G. R. Speich and R. L. Miller "TEMPERING OF FERRITE-MARTENSITE STEELS" Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.279-304.
40. A. Okamoto and M. Takahashi "CONTROL OF STRENGTH AND R VALUE IN BOX ANNEALED DUAL PHASE STEEL SHEET" ,Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.414-427.
41. T. Furakawa and M. Tanino "STRUCTURE FORMATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF INTERCRITICALLY ANNEALED OR AS-HOT-ROLLED DUAL-PHASE STEELS", Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.221-248
42. H. Mathy, J. Gouzou and T. Gready, "A STUDY OF EARLY STAGES OF PLASTIC DEFORMATION OF DUAL PHASE STEELS INCLUDING MICROPLASTICITY", Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P 400,413.

43. P.R. Rios, I de S. Bott, D. B Santos, T. M. F de Melo and J. L. Ferreira “EFFECT OF Nb ON DYNAMIC STRAIN INDUCED AUSTENITE TO FERRITE TRANSFORMATION” *Materials Science and Technology* Vol.23 No 4 December 2006 P. 417-422.
44. J. Zuno-Silva “TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO Y SOLDABILIDAD DE UN ACERO MICROALEADO AL Mn,Vy Ti”. Tesis de Maestría. IIM. U.M.S.N.H. Morelia. Mich. 1999.
45. P. Messien, J.C. Herman and T. Greday, “PHASE TRANSFORMATION AND MICROSTRUCTURE OF INTERCRITICALLY ANNEALED DUAL-PHASE STEELS” *Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.161-180.*
46. P. Wycliffe, G. R. Purdy and J. D. Embury “AUSTENITE GROWTH IN THE INTERCRITICAL ANNEALING OF TERNARY AND QUATERNARY DUAL PHASE STEELS” *Fundamentals of Dual-Phase Steels. Symposium of The Metallurgical Society of AIME, Chicago, Illinois, 1981. P.59-83.*
47. “ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS 2001”. E 8M, section three, *Metals Test Methods and Analytical Procedures, Standard test methods for tension testing of metallic materials Volume 03.0 1. P.82.*
48. A. M. Sherman and R. G. Davies “FATIGUE OF A DUAL-PHASE STEEL” *Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 10A, JULY 1979 P.929-933.*
49. M. Mazinani and W.J. Poole “EFFECT OF MARTENSITE PLASTICITY ON THE DEFORMATION BEHAVIOR OF LOW CARBON DUAL-PHASE STEELS” *Metallurgical and Materials Transactions. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME Volume 38A, Number 2, February 2007 P.328-339.*