



Universidad Autónoma de San Luis Potosí  
Facultad de Ingeniería  
Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

**Estudio *in-situ* de transformaciones de fase, en función del grado de deformación plástica, para la obtención de láminas delgadas de aceros multifásicos de alta resistencia.**

## **TESIS**

Que para obtener el grado de  
Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

Fis. Jean Carlos Cleto Vázquez

Asesor de Tesis:

Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda

Co-Asesor

Dr. Enrique Díaz Barriga Castro

Tesis financiada por el Fondo de Investigación Científica  
Básica SEP-CONACYT No. A1-S-35877





21 de julio de 2022

**ING. JEAN CARLOS CLETO VÁZQUEZ  
P R E S E N T E.**

En atención a su solicitud de Temario, presentada por los **Dres. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda y Enrique Díaz Barriga Castro**, Asesor y Coasesor de la Tesis que desarrollará Usted con el objeto de obtener el Grado de **Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales**, me es grato comunicarle que en la sesión del H. Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 21 de julio del presente, fue aprobado el Temario propuesto:

**TEMARIO:**

**“Estudio in-situ de transformaciones de fase, en función del grado de deformación plástica, para la obtención de láminas delgadas de aceros multifásicos de alta resistencia”**

Introducción.

1. Factores que afectan las transformaciones de fase en aceros bifásicos o multifásicos y técnicas empleadas para su caracterización.
2. Metodología empleada para la fabricación del acero y para establecer el efecto de la deformación plástica sobre los cambios de fase, microestructura y propiedades mecánicas.
3. Resultados y discusión del estudio in-situ de las transformaciones de fase, y de los cambios en la microestructura y en las propiedades mecánicas causados por la deformación plástica.

Conclusiones.

Referencias.

**“MODOS ET CUNCTARUM RERUM MENSURAS AUDEBO”**

**A T E N T A M E N T E**



**DR. EMILIO JORGE GONZÁLEZ GALVÁN  
DIRECTOR.**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE SAN LUIS POTOSÍ  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DIRECCION



[www.uaslp.mx](http://www.uaslp.mx)

Copia. Archivo.  
\*etn.

Av. Manuel Nava 8  
Zona Universitaria • CP 78290  
San Luis Potosí, S.L.P.  
tel. (444) 826 2330 al39  
fax (444) 826 2336

**“Rumbo al centenario de la autonomía universitaria”**

## **Dedicatoria**

Dedico este trabajo principalmente a mi Madre Adelaida Vázquez López, como muestra de mi ilimitada gratitud por todo el apoyo incondicional que me ha brindado para alcanzar esta meta.

## **Agradecimientos**

Agradezco principalmente a mi Asesor de tesis, el Dr. Emmanuel Gutiérrez Castañeda, por su apoyo, tiempo y paciencia para guiarme en la realización de este trabajo de tesis. Su respaldo no solo se limitó a su papel como asesor, ya que también tuve la fortuna que me asistiera a nivel profesional. Sin duda alguna, todo esto habla de su profesionalismo, pero sobre todo habla de la excelente calidad de persona que es.

A mi Co-Asesor, Dr. Enrique Díaz Barriga por su ayuda técnica que fue fundamental para concluir este trabajo, así como su apertura para ayudarme en cualquier duda que tuviera. A mis revisores de tesis: Dr. Salvador Antonio Palomares Sánchez y Dra. Lilia Narvárez Hernández les agradezco por todos sus comentarios observaciones para mejorar mi trabajo.

A Luis Espinosa Zúñiga, por todo el apoyo técnico y sus consejos que facilitaron la realización de este trabajo de tesis.

A los trabajadores del instituto Alfredo Ruiz Prado por brindarme su apoyo en los diferentes laboratorios y talleres del instituto.

Al CONACYT, por el apoyo financiero otorgado para la elaboración de este trabajo de investigación a través de la beca No. CVU 1084434.

## Resumen

Actualmente, existe poca información relacionada con el efecto de la deformación plástica en frío y de ciclos térmicos que simulen Líneas de Recocido y Galvanizado Continuo (LRGC), sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aceros avanzados de alta resistencia. El desarrollo de láminas delgadas de aceros multifásicos requiere un buen entendimiento de los efectos de la deformación plástica sobre las transformaciones de fase que ocurren durante los ciclos térmicos. En el presente trabajo se investigó el efecto de la deformación plástica sobre los cambios de fase que ocurren durante ciclos que simulan una LRGC. El acero experimental obtenido a escala laboratorio, fue laminado en caliente y en frío para obtener láminas con tres espesores (2.27 mm, 1.75 mm y 1.22 mm), las cuales fueron tratadas térmicamente con la finalidad de obtener aceros multifásicos de alta resistencia. Para ello, se determinaron las propiedades mecánicas resultantes y se correlacionaron con los cambios de fase correspondientes. El estudio de las transformaciones de fase se realizó, en primera instancia, a partir de la interpretación del diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo (CCT, por sus siglas en inglés), calculado con el *software* JMatPro, considerando como valor de entrada la composición química del acero experimental. Posteriormente, se realizaron análisis *in-situ* de las transformaciones de fase mediante Dilatometría y mediante Microscopía Electrónica de Transmisión, a partir de los cambios observados en las curvas de dilatación y en los patrones de difracción de área selecta (SAED, por sus siglas en inglés), respectivamente. La finalidad de ambos análisis fue para entender el comportamiento de las transformaciones de fase durante ciclos térmicos que simulan LRGC. Los resultados muestran que es factible obtener aceros multifásicos de alta resistencia bajo ciclos térmicos que contemplan un recocido intercrítico y un tratamiento isotérmico de 425°C. El diagrama CCT calculado predice la descomposición de la austenita en condiciones de enfriamiento continuo, y la magnitud de la deformación plástica no puede ser alimentada como valor de entrada en el *software* para realizar el cálculo, por lo tanto, la información obtenida solamente puede usarse como una aproximación. Los análisis realizados en los aceros laminados en frío mediante Dilatometría y Microscopía Electrónica de Transmisión muestran que la deformación plástica causada por el laminado en frío afecta la cinética de las transformaciones de fase tanto en calentamiento como en enfriamiento, y consecuentemente afecta las propiedades mecánicas del acero.

## Abstract

Currently, there is little information related to the effect of cold plastic deformation and thermal cycles that simulate Continuous Annealing and Galvanizing Lines (CAGL), on the microstructure and mechanical properties of advanced high-strength steels. The development of thin sheets of multiphase steels requires a good understanding of the effects of plastic deformation on the phase transformations that occur during thermal cycles. In the present work the effect of plastic deformation on the phase changes that occur during cycles that simulate an CAGL was investigated. The experimental steel obtained at laboratory scale, was hot and cold rolled to obtain steel sheets with three thicknesses (2.27 mm, 1.75 mm and 1.22 mm), which were thermally treated to obtain high-strength multiphase steels. For this, the resulting mechanical properties were determined and correlated with the corresponding phase changes. The study of the phase transformations was carried out, in the first instance, from the interpretation of the continuous cooling phase transformation (CCT) diagrams, calculated by using JMatPro *software* considering as input value, the chemical composition of experimental steel. Subsequently, *in-situ* analyzes of phase transformations were performed using Dilatometry and Transmission Electron Microscopy, based on the changes observed in the dilatation curves and in the selected area electron diffraction (SAED) patterns, respectively. The purpose of both analyzes was to understand the behavior of the phase transformations during thermal cycles that simulate CAGL. The results show that it is feasible to obtain high-strength multiphase steels under thermal cycles that include an intercritical annealing and an isothermal treatment at 425 °C. The calculated CCT diagram predicts the decomposition of austenite under continuous cooling, and the magnitude of the plastic deformation cannot be fed as an input value into the *software* to perform the calculation, therefore, the information obtained can only be used as an approximation. The analyzes carried out on cold-rolled steels by means of Dilatometry and Transmission Electron Microscopy show that, the plastic deformation caused by cold rolling affects the kinetics of the phase transformations both during heating and cooling, and consequently affects the mechanical properties of the steel.

# CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
<b>1. FACTORES QUE AFECTAN LAS TRANSFORMACIONES DE FASE EN ACEROS BIFÁSICOS O MULTIFÁSICOS Y TÉCNICAS EMPLEADAS PARA SU CARACTERIZACIÓN .....</b>	<b>7</b>
1.1 EFECTOS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA Y LA LAMINACIÓN EN FRÍO EN LAS PROPIEDADES DE LOS ACEROS MULTIFÁSICOS.....	7
<b>2. METODOLOGÍA EMPLEADA PARA LA FABRICACIÓN DEL ACERO Y PARA ESTABLECER EL EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SOBRE LOS CAMBIOS DE FASE, MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS.....</b>	<b>18</b>
2.1 CÁLCULO DE DIAGRAMA DE TRANSFORMACIÓN DE FASE EN ENFRIAMIENTO CONTINUO.....	20
2.2 OBTENCIÓN Y PROCESAMIENTO DEL ACERO EXPERIMENTAL.....	21
2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DEL ACERO EXPERIMENTAL .....	25
2.3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA.....	25
2.3.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL ACERO EXPERIMENTAL.....	26
2.3.3 ANÁLISIS <i>IN-SITU</i> DE CAMBIOS DE FASE MEDIANTE DILATOMETRÍA.....	27
2.3.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y ANÁLISIS <i>IN-SITU</i> DE CAMBIOS DE FASE MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN .....	31
2.4 PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO EXPERIMENTAL .....	43
2.4.1 MICRODUREZA DE LOS ACEROS LAMINADOS EN CALIENTE Y EN FRÍO ANTES Y DESPUÉS DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS .....	43
2.4.2 ENSAYOS DE TENSIÓN UNIAXIAL DE LOS ACEROS LAMINADOS EN CALIENTE Y EN FRÍO ANTES Y DESPUÉS DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS .....	44
<b>3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DEL ESTUDIO <i>IN-SITU</i> DE LAS TRANSFORMACIONES DE FASE, Y DE LOS CAMBIOS EN LA MICROESTRUCTURA Y EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS CAUSADAS POR LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA .....</b>	<b>47</b>
3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO EXPERIMENTAL Y CAMBIOS DE FASE EN ENFRIAMIENTO CONTINUO.....	47
3.2 ANÁLISIS <i>IN-SITU</i> DE TRANSFORMACIONES DE FASE MEDIANTE DILATOMETRÍA OBTENIDO DURANTE LOS CICLOS TÉRMICOS APLICADOS.....	53

<b>3.2 ANÁLISIS IN-SITU DE TRANSFORMACIONES DE FASE MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN.....</b>	<b>64</b>
<b>3.2 EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DEL ACERO LAMINADO EN CALIENTE, DURANTE LA DEFORMACIÓN EN FRÍO Y EL TRATAMIENTO TÉRMICO.....</b>	<b>79</b>
<b>3.4 EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS.....</b>	<b>86</b>
<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>90</b>
<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>92</b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Metodología empleada para el desarrollo del proyecto.....	18
<b>Figura 2.</b> Horno de inducción Power-Trak 35-96.....	21
<b>Figura 3.</b> Lingote obtenido mediante fusión y colado de 3.5 cm x 8.5 cm x 10 cm. 21	
<b>Figura 4.</b> Lingotes, homogeneizados, cortados y maquinados con medidas de 3.5 cm x 4.2 cm x 5 cm.....	22
<b>Figura 5.</b> Molino de laminación Hille Helicon Mk4.....	23
<b>Figura 6.</b> Acero laminado en caliente hasta 3 mm de espesor.....	23
<b>Figura 7.</b> Acero laminado en frío con distinto grado de reducción en espesor: a) 2.27 mm (25 % de reducción), b) 1.75 mm (40 % de reducción), c) 1.22 mm (60 % de reducción).....	24
<b>Figura 8.</b> (a) Determinador simultáneo de C y S marca Leco modelo CS 230. (b) Espectrómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS. ....	25
<b>Figura 9.</b> Microscopio óptico Olympus GX51, b) Microscopio electrónico de barrido marca JEOL Modelo JSM-6610LV. ....	26
<b>Figura 10.</b> Determinación del porcentaje de fases en calentamiento continuo mediante dilatometría y la regla de la palanca. ....	28
<b>Figura 11.</b> Determinación de las temperaturas críticas de transformación de fase, a) Ac1 y Ac3, y b) Ms y Mf, en calentamiento y enfriamiento continuo, respectivamente [18]. ....	29
<b>Figura 12.</b> Ciclo térmico empleado para la obtención de aceros multifásicos.....	30
<b>Figura 13.</b> Dilatómetro LINSEIS L78 y montaje de muestras para el estudio de las transformaciones de fase en los aceros laminados en frío.....	31
<b>Figura 14.</b> Patrón de difracción de electrones [21].....	32
<b>Figura 15.</b> Muestra en bulto a partir de la cual se obtuvo las lamelas. ....	33
<b>Figura 16.</b> Lamela obtenida para su caracterización por microscopía electrónica de transmisión. ....	33
<b>Figura 17.</b> Estación de trabajo Dual Beam marca MEB/FIB QUANTA 200 3D. ....	34
<b>Figura 18.</b> Imágenes obtenidas por MEB de la preparación de una lamela a partir del material en bulto. ....	35
<b>Figura 19.</b> Micrografías obtenidas por MEB de: (a) Lamela transportada por medio del micromanipulador hacia la rejilla de Cu. (b) Lamela soldada en la rejilla de Cu. ....	36
<b>Figura 20.</b> Imagen MEB/FIB de la lamela al finalizar el adelgazamiento desde una perspectiva de haz de iones. ....	37
<b>Figura 21.</b> E-chip MEMS:(a) Diseño de un microchip “Microheaters E-Chip MEMS”, (b y c) sección del microchip con cuatro contactos triangulares insertados en la membrana para los experimentos de calentamiento y cuatro contactos abiertos en forma cuadrada para mediciones electrónicas de polarización; esquema e imagen de MEB, respectivamente [20]. ....	38
<b>Figura 22.</b> Imagen obtenida mediante haces de electrones e iones en el MEB obtenida durante el Procedimiento de alineación y fijación entre la lamela y el microchip MEMS.....	39
<b>Figura 23.</b> Microscopio electrónico de transmisión marca FEI modelo TITAN 80 –	

300 kV.....	40
<b>Figura 24.</b> Accesorios para realizar experimentos de calentamiento en un microscopio electrónico de transmisión. (a) Holder marca FEI modelo NanoExTm-i/v, (b) Controlador de calentamiento.....	41
<b>Figura 25.</b> Ciclos térmicos para los experimentos in-situ en el MET: (a) Ciclo térmico número 1, (b) Ciclo térmico número 2.....	42
<b>Figura 26.</b> Microdurómetro semiautomático Shimadzu HMVG.....	44
<b>Figura 27.</b> Extensómetro donde se realizaron las pruebas de tensión uniaxial. ....	45
<b>Figura 28.</b> Dimensiones de la probeta miniatura empleadas en los ensayos de tensión uniaxial. ....	46
<b>Figura 29.</b> Diagrama CCT obtenido para el acero experimental con la composición química de la Tabla 10. ....	50
<b>Figura 30.</b> Efecto de la temperatura en la fracción de fases en el acero experimental. ....	52
<b>Figura 31.</b> Curvas de dilatación obtenidas en función de la deformación plástica: a) 2.27 mm (25%), b) 1.75mm (40%) y c) 1.22mm (60%). ....	54
<b>Figura 32.</b> Curvas de dilatación obtenidas durante el ciclo térmico propuesto, en función de la deformación plástica: a) 2.27 mm (25%), b) 1.75mm (40%) y c) 1.22mm (60%). ....	59
<b>Figura 33.</b> Imágenes de diferentes campos claros (a, c y d) y campo oscuro (b), de distintas regiones del material en bulto del acero de espesor de 1.22 mm.....	65
<b>Figura 34.</b> (a) Patrón SAED de la lamela obtenida del acero laminado en frío de 1.22 mm, (b) perfil lineal del patrón SAED del inciso (a) y (c) comparación entre el perfil lineal y el patrón obtenido por difracción de rayos X experimental. ....	67
<b>Figura 35.</b> (a) Imagen de HRTEM, (b) FFT del cuadro rojo del inciso (a), y (c) máscara de la FFT. ....	68
<b>Figura 36.</b> (a) Transformada rápida de Fourier inversa y (b) cálculo de la distancia interplanar. ....	69
<b>Figura 37.</b> Imágenes de patrones de difracción de electrones SAEDs del acero LF de 1.22 mm obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo térmico 1. ....	70
<b>Figura 38.</b> Perfiles lineales de los SAEDs en función de $2\theta$ , obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo de calentamiento número 1. ....	71
<b>Figura 40.</b> Imágenes de patrones de difracción de electrones SAEDs del acero LF de 1.22 mm obtenidos a 210 °C, 50°C y 26°C. ....	72
<b>Figura 39.</b> Imágenes de patrones de difracción de electrones SAEDs del acero LF de 1.22 mm obtenidos durante los tratamientos isotérmicos a 425 y 210 °C. ....	72
<b>Figura 41.</b> Perfiles lineales de los SAED en función de $2\theta$ , obtenidos durante tratamiento isotérmico de 425 °C durante el ciclo número 1. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 800°C por 50s.....	73
<b>Figura 42.</b> Perfiles lineales de los SAEDs en función de $2\theta$ obtenidos, a 210 °C, 50°C y 26°C en el ciclo número 1. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 425°C por 120 s. ....	74
<b>Figura 43.</b> Imágenes de patrones de difracción de electrones del acero LF de 1.22 mm de espesor, obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo térmico 2. ....	75

<b>Figura 44.</b> Patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor obtenidos en el tratamiento isotérmico a 425°C del ciclo térmico 2. ....	75
<b>Figura 45.</b> Patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor obtenidos en el tratamiento isotérmico a 210°C del ciclo térmico 2. ....	76
<b>Figura 46.</b> Patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor obtenidos a distintas temperaturas y tiempos durante el enfriamiento final del ciclo térmico 2. ....	76
<b>Figura 47.</b> Perfiles lineales de los SAEDs en función de $2\theta$ , obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo de calentamiento número 2. ....	77
<b>Figura 48.</b> Perfiles lineales de los SAEDs en función de $2\theta$ , obtenidos a 425 °C durante el ciclo número 2. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 795°C por 125 s. ....	78
<b>Figura 49.</b> Perfiles lineales de los SAEDs en función de $2\theta$ , obtenidos durante el enfriamiento final a 300°C, 210 °C y 26°C, y distintos tiempos del ciclo número 2. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 425°C por 180 s. ....	78
<b>Figura 50.</b> Microestructuras obtenidas por microscopía óptica del acero laminado en caliente (a) y de los aceros laminados en frío: 2.27 mm (b), 1.75 mm (c) y 1.22 mm (d). DL: dirección de laminación. DN: dirección normal de la muestra. ....	79
<b>Figura 51.</b> Microestructura del acero laminado en caliente (a) y de los aceros laminados en frío: 2.27 mm (b), 1.75 mm (c) y 1.22 mm (d). DL: dirección de laminación, DN: dirección normal de la muestra. ....	82
<b>Figura 52.</b> Microestructuras obtenidas por microscopía óptica de los aceros tratados térmicamente y laminados en frío: 2.27 mm (a), 1.75 mm (b) y 1.22 mm (c). DL: dirección de laminación. DN: dirección normal de la muestra. ....	83
<b>Figura 53.</b> (a) Microestructura de muestras tratadas térmicamente, con reducción en espesor previa de: (a) 2.27 mm (25 %), 1.75 mm (40%) y (c) 1.22 mm (60%).	85
<b>Figura 54.</b> Efecto de la deformación plástica y del tratamiento térmico sobre los valores de microdureza. Los resultados obtenidos en el acero laminado en caliente se incluyen como referencia. ....	86
<b>Figura 55.</b> Curvas esfuerzo contra deformación ingenieril de muestras laminadas en caliente, laminadas en frío y tratadas térmicamente. ....	87

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición química (% peso) del acero TRIP reportada por A. López [6]. .....	7
<b>Tabla 2.</b> Composición química (% peso) del acero doble fase reportada por Poyraz y Ögel [7]. .....	9
<b>Tabla 3.</b> Composición química (% peso) del acero reportado por Mishra y cols. [9]. .....	11
<b>Tabla 4.</b> Composición química (% peso) del acero TRIP reportada por Jun Lu y cols. [10]. .....	12
<b>Tabla 5.</b> Composición química (% peso) del acero TRIP reportada por Wei Ding y cols [12]. .....	14
<b>Tabla 6.</b> Composición química (% peso) del acero reportada por Z.J. Xie y cols. [13]. .....	15
<b>Tabla 7.</b> Composición química experimental utilizada por A. López, % peso [6]. .....	20
<b>Tabla 8.</b> Composición química del acero experimental. .....	47
<b>Tabla 9.</b> Temperaturas críticas de transformación de fase y temperatura requerida para obtener 50% austenita, determinadas en calentamiento continuo en función de la deformación plástica. .....	56
<b>Tabla 10.</b> Temperaturas críticas de transformación de fase, determinadas en enfriamiento continuo en función de la deformación plástica. .....	58
<b>Tabla 11.</b> Temperaturas críticas de transformación de fase, determinadas en enfriamiento continuo en función de la deformación plástica. .....	64
<b>Tabla 12.</b> Propiedades mecánicas del acero laminado en caliente, de muestras laminadas en frío y de muestras tratadas térmicamente. .....	88

# SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS

$\alpha$	Fase ferrita en el acero con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo.
$\alpha'$	Fase martensita en el acero con estructura cristalina tetragonal centrado en el cuerpo.
$\gamma$	Fase austenita en el acero con estructura cristalina cúbica centrada en las caras.
$\alpha_B$	Microconstituyente metaestable del acero (bainita) consistente de un agregado de placas ferrita y partículas de cementita.
$\gamma_R$	Austenita retenida a temperatura ambiente.
$A_{C1}$	Temperatura crítica de transformación de fase en calentamiento continuo a partir de la cual comienza a formarse la austenita.
$A_{C3}$	Temperatura crítica de transformación de fase en calentamiento continuo a partir de la cual la fase estable es la austenita.
<b>AF</b>	Ferrita acicular (por sus siglas en idioma inglés).
<b>AHSS</b>	Aceros avanzados de alta resistencia (por sus siglas en idioma inglés).
<b>BCC</b>	Cúbico centrado en el cuerpo (por sus siglas en el idioma inglés)
<b>BF</b>	Ferrita bainítica (por sus siglas en idioma inglés).
<b>BSE</b>	Detector de electrones retrodispersados (por sus siglas en inglés)
<b>CCT</b>	Diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo (por sus siglas en idioma inglés).

<b>CP</b>	Aceros de fase compleja (por sus siglas en idioma inglés).
<b>DP</b>	Aceros de doble fase (por sus siglas en idioma inglés).
<b>DRX</b>	Difracción de rayos-X.
<b>EBSD</b>	Difracción de electrones retrodispersados (por sus siglas e idioma inglés)
<b>ECM</b>	Error cuadrático medio
<b><math>E_f</math></b>	Elongación a fractura.
<b>FCC</b>	Cúbico centrado en las caras (por sus siglas en idioma inglés)
<b>ULSAB</b>	Carrocerías de vehículos ultraligeras (por sus siglas en idioma inglés).
<b>AVC</b>	Conceptos avanzados de vehículos (por sus siglas en idioma inglés).
<b>Fe<sub>3</sub>C</b>	Carburo de hierro formado en el sistema Fe-Fe <sub>3</sub> C con estructura cristalina ortorrómbica.
<b>FFT</b>	Rápida Transformada de Fourier (por sus siglas en idioma inglés).
<b>GB</b>	Bainita granular (por sus siglas en idioma inglés).
<b>HSLA</b>	Aceros de alta resistencia y baja aleación (por sus siglas en idioma inglés).
<b>HRTEM</b>	Microscopía Electrónica de Transmisión de alta resolución (por sus siglas en idioma inglés).
<b>HSS</b>	Aceros de alta resistencia (por sus siglas en idioma inglés).
<b>IBT</b>	Tratamiento isotérmico bainítico (por sus siglas en idioma inglés).
<b>IF</b>	Aceros libres de intersticiales (por sus siglas en idioma inglés).
<b>IS</b>	Aceros isotrópicos (por sus siglas en idioma inglés).
<b><math>L_f</math></b>	Longitud final de la muestra.

<b><math>L_0</math></b>	Longitud inicial de la muestra.
<b>LRGC</b>	Línea de recocido y galvanizado continuo.
<b><math>M</math></b>	Fase martensita en el acero.
<b><math>M_F</math></b>	Temperatura del fin de la transformación martensítica.
<b>MEB</b>	Microscopía Electrónica de Barrido.
<b>MET</b>	Microscopía Electrónica de Transmisión.
<b>MILD</b>	Aceros de bajo carbono (por sus siglas en idioma inglés).
<b><math>M_s</math></b>	Temperatura de inicio de la transformación martensítica.
<b><math>nA</math></b>	Nanoamperios.
<b>PF</b>	Ferrita poligonal (por sus siglas en idioma inglés).
<b>SAED</b>	Difracción de electrones de área selecta (por sus siglas en idioma inglés).
<b>SE</b>	Detector de electrones retrodispersados (por sus siglas en inglés)
<b><math>T_f</math></b>	Temperatura de fusión.
<b>TIB</b>	Tratamiento isotérmico bainítico.
<b><math>T_{IBT}</math></b>	Temperatura en el tratamiento isotérmico bainítico.
<b><math>t_{BT}</math></b>	Tiempo en el tratamiento isotérmico bainítico.
<b><math>T_{RI}</math></b>	Temperatura en el recocido intercrítico.
<b><math>t_{RI}</math></b>	Tiempo en el recocido intercrítico.
<b>TRIP</b>	Aceros de plasticidad inducida por transformación (por sus siglas en idioma inglés).
<b>TTT</b>	Diagrama tiempo-temperatura-transformación.

- TWIP*** Aceros con plasticidad inducida por maclado (por sus siglas en idioma inglés).
- UTS*** Resistencia a la tensión (por sus siglas en idioma inglés).
- YS*** Resistencia a la cedencia (por sus siglas en idioma inglés).

## INTRODUCCIÓN

En los últimos años, el aumento en la contaminación y la preocupación por el cambio climático, han obligado a los fabricantes de automóviles a producir vehículos con menores emisiones y con mayor eficiencia de combustible [1]. Es bien conocido que un mayor peso en un vehículo produce mayores emisiones de dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) y reduce la eficiencia del combustible. Por lo tanto, estos requerimientos pueden ser cubiertos si se utilizan materiales que presenten mayor ligereza. Para cumplir con los requisitos de la industria automotriz, uno de los desafíos actuales es desarrollar láminas delgadas de aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés), los cuales permitirían no solo reducir el peso de un vehículo y las emisiones de  $\text{CO}_2$ , sino también hacer más eficiente el consumo de combustible y garantizar la seguridad de los pasajeros.

Los aceros AHSS se dividen en tres generaciones. La primera generación de AHSS, tienen una resistencia mecánica superior en comparación con los aceros de alta resistencia convencionales (HSS, por sus siglas en inglés), sin embargo, conforme su resistencia se incrementa la ductilidad disminuye, lo cual limita su aplicación cuando se requieren conformar piezas complejas de alta resistencia. Los aceros de segunda generación se caracterizan por tener excelentes propiedades mecánicas (alta relación resistencia/ductilidad), lo cual es atribuido a la presencia de estructuras austeníticas. Elementos como el Mn, Si, Ni, entre otros, se agregan a este tipo de aceros para estabilizar a la austenita, sin embargo, el alto costo y la dificultad para soldarse sigue siendo un problema en aceros de segunda generación y, por lo tanto, restringen su uso extensivo en la industria automotriz.

Con el fin de sobrepasar los inconvenientes de los aceros de primera y segunda generación, así como superar sus limitaciones, en las últimas décadas se han estado desarrollando AHSS de tercera generación, los cuales pueden exhibir mejores propiedades mecánicas que los aceros de primera generación, pero a un menor costo que los aceros de segunda generación. Uno de los aceros más investigados dentro de la tercera generación de AHSS es el acero asistido con plasticidad inducida por transformación (TRIP por sus siglas en inglés) [1][2]. Este

tipo de acero tienen una combinación de alta resistencia y alta ductilidad debido a su microestructura multifásica, la cual consiste de una mezcla de ferrita, bainita, austenita retenida metaestable y martensita [1][2]. Aunado a las propiedades mecánicas, para que los aceros asistidos por TRIP de tercera generación tengan un uso comercial deben ser ligeros y resistentes a la corrosión.

Los procesos de laminación en caliente y en frío son los procesos más utilizados para producir aceros planos delgados (con lo cual se puede contribuir a la disminución del peso de un vehículo), mientras que el proceso de recocido y galvanizado continuo (LRGC) es uno de los métodos más utilizados en la industria para recubrir el acero y así incrementar la resistencia a la corrosión. Durante la deformación plástica del acero, a temperatura ambiente (laminación en frío), una parte de la energía mecánica se pierde en forma de calor; sin embargo; otra parte queda almacenada en el acero en forma de defectos cristalinos (vacancias, dislocaciones, fallas de apilamiento) [7][8][9]. Esta energía representa la fuerza impulsora para procesos activados térmicamente, que pueden ocurrir durante el tratamiento térmico posterior, como la recristalización y la transformación de fase de ferrita a austenita [2].

El proceso de recocido y galvanizado continuo, es uno de los métodos más empleados para recubrir láminas de acero con capa delgada de zinc [1]. Este proceso, puede aprovecharse con ventaja para el desarrollo de aceros multifásicos [1]. Para tal caso, la ferrita y la austenita deben formarse durante la etapa de recocido y la bainita debe formarse durante la etapa de galvanizado. Durante el enfriamiento final, la austenita puede transformarse en martensita o, incluso, quedarse retenida a temperatura ambiente y, de esta forma, es posible obtener aceros multifásicos de alto valor agregado (resistentes a la corrosión) [1][2]. Debido a cinética de estas transformaciones es afectada por la magnitud de la deformación, el desarrollo de aceros multifásicos bajo dichas condiciones de procesamiento, requiere un buen entendimiento de los cambios de fase que ocurren durante los ciclos térmicos [7][8][9].

Muchos estudios relacionados con el seguimiento de las transformaciones de fase en aceros AHSS se han realizado mediante análisis por Dilatometría [3][4][5]. Uno de los principales inconvenientes de dicha técnica es que para que un cambio microestructural ocasione una modificación significativa en la pendiente de la curva de dilatación es necesario al menos un 5 % de dicha transformación [3][4][5]. Considerando que la precisión en la determinación de las temperaturas críticas de transformación de fase, bajo condiciones similares a las de un proceso de recocido y galvanizado continuo, determina en gran medida el control en la fracción de fases y propiedades mecánicas resultantes, es necesario emplear otros métodos que permitan determinar de una manera más precisa las transformaciones que tienen lugar en el acero durante tiempos cortos. El análisis *in-situ* de transformaciones de fase mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) permite obtener información de la estructura cristalina de cada cambio que ocurre durante el ciclo térmico del acero y, por lo tanto, puede servir como una herramienta potencial para investigar los efectos de la deformación plástica y de los ciclos térmicos, y para establecer rutas de procesamiento para la obtención de láminas delgadas de AHSS.

En el presente trabajo se investigará el efecto de la deformación plástica sobre las transformaciones de fase durante ciclos térmicos que simulan una línea de recocido y galvanizado continuo, a partir de un análisis *in-situ* realizado mediante Dilatometría y Microscopía Electrónica de Transmisión.

## JUSTIFICACIÓN

El desarrollo de aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés) de tercera generación es uno de los retos actuales en la industria automotriz. Una de las formas de lograr este tipo de aceros es mediante la formación de estructuras multifásicas [1][2]. Actualmente, se han reportado estudios relacionados con el desarrollo de estos aceros, los cuales, se han enfocado principalmente a investigar los efectos de la composición química, las velocidades de enfriamiento/calentamiento y de los parámetros de los tratamientos térmicos sobre la microestructura y las propiedades mecánicas [1][2][6]. Por otra parte, mucha de la literatura reportada contempla variables de tratamientos térmicos que no necesariamente se pueden reproducir en un proceso industrial [10][11][12]. Así mismo, existe poca información referente a los efectos de la deformación plástica, provocada por la laminación en frío, sobre los cambios de fase *in-situ* que ocurren bajo condiciones que simulan líneas de recocido y galvanizado continuo (LRGC) [7][8][9].

En el presente trabajo se realizará un estudio *in-situ* de las transformaciones de fase mediante Microscopía Electrónica de Transmisión y Dilatometría. Los efectos de la deformación plástica y de los tratamientos sobre los cambios de fase serán investigados a partir de los cambios en la estructura cristalina a alta temperatura. Los resultados obtenidos serán comparados con estudios *in-situ* de las transformaciones de fase realizados mediante Dilatometría de temple en función de los cambios en las curvas de dilatación. Finalmente, se evaluará la factibilidad metalúrgica para el desarrollo de láminas delgadas de aceros multifásicos. Desde el punto de vista científico y tecnológico, la escasez de información estrictamente relacionada con el efecto de la deformación plástica y de ciclos térmicos que simulen LRGC, así como del análisis *in-situ* de transformaciones de fase en AHSS mediante microscopía electrónica de transmisión, representa una gran motivación para el desarrollo del presente trabajo de investigación.

## **HIPÓTESIS**

Los aceros avanzados de alta resistencia multifásicos pueden ser desarrollados a partir del análisis in-situ de transformaciones de fases realizado en función de la deformación plástica.

## **OBJETIVO**

Desarrollar láminas de aceros multifásicos de alta resistencia bajo ciclos térmicos que simulan una línea de recocido y galvanizado continuo. Lo anterior, a partir de un estudio *in-situ* de transformaciones de fase realizado en función de la deformación plástica.

## **OBJETIVOS SECUNDARIOS**

- Realizar un estudio de las transformaciones de fase a partir del diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo, calculado con la composición química del acero experimental.
- Investigar el efecto de la deformación plástica y del tratamiento térmico, sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de los aceros obtenidos.
- Realizar un estudio cinético-mecanístico de las transformaciones de fase bajo condiciones que simulan líneas de recocido y galvanizado continuo. A partir del análisis *in-situ* de las transformaciones realizado mediante Dilatometría y Microscopía Electrónica de Transmisión.
- Establecer la correlación entre la cantidad de deformación en frío, la microestructura y las propiedades mecánicas de los aceros desarrollados, para evaluar la factibilidad metalúrgica de obtener láminas delgadas de aceros multifásicos de alta resistencia bajo condiciones que simulan líneas de recocido y galvanizado continuo.

# **1. FACTORES QUE AFECTAN LAS TRANSFORMACIONES DE FASE EN ACEROS BIFÁSICOS O MULTIFÁSICOS Y TÉCNICAS EMPLEADAS PARA SU CARACTERIZACIÓN**

En esta sección se presenta una revisión bibliográfica relacionada con las composiciones químicas empleadas para la obtención de aceros de alta resistencia de dos o más fases, así como las condiciones de procesamiento empleadas para su fabricación y las propiedades mecánicas obtenidas. Adicionalmente, se describen las técnicas que se han empleado para el seguimiento y la caracterización de las fases en aceros multifásicos después de distintos tratamientos térmicos.

## **1.1 EFECTOS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA Y LA LAMINACIÓN EN FRÍO EN LAS PROPIEDADES DE LOS ACEROS MULTIFÁSICOS**

El diseño químico de los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés) es fundamental para poder controlar su desarrollo microestructural durante un tratamiento térmico y poder, de esta manera, cumplir con las propiedades mecánicas deseadas. En este contexto, A. López [6] realizó un estudio computacional con el *software* JMatPro, para investigar los efectos de los elementos de aleación sobre la cinética de las transformaciones de fase. A partir de dicho estudio propuso una composición química (Tabla 1) para la obtención de aceros multifásicos con plasticidad inducida por transformación (TRIP, por sus siglas en inglés). Se observó que los mejores parámetros para obtener microestructuras multifásicas de ferrita + bainita + austenita durante un ciclo LRGC eran: recocido intercrítico a 800°C por 15 s, seguido de enfriamiento hasta 450°C y mantenimiento por 30 s. Tabla 1. Composición química (% peso) del acero TRIP reportada por A. López [6].

<b>Elemento</b>	<b>% peso</b>
<b>C</b>	0.14
<b>Si</b>	0.61
<b>Al</b>	0.59
<b>S</b>	0.03
<b>Mn</b>	1.72
<b>P</b>	0.017
<b>Cu</b>	0.26
<b>Cr</b>	0.45
<b>Ni</b>	0.42
<b>W</b>	0.002
<b>Sb</b>	0.008
<b>Pb</b>	0.003
<b>Zr</b>	0.0001
<b>Zn</b>	0.001
<b>Mo+Ti+V+B+Nb</b>	< 1.0

Las propiedades mecánicas obtenidas en el ciclo térmico fueron: resistencia a la cedencia 710 MPa, resistencia última a la tensión 1055 MPa y elongación a fractura 20 %, en muestras con tratamiento isotérmico bainítico de 30 s. Estas propiedades permitieron clasificar al acero como uno de tercera generación. Sin embargo, A. López no investigó el efecto de la deformación plástica en frío sobre la cinética de las transformaciones de fase durante el ciclo mencionado, lo cual, representa una oportunidad para el desarrollo de láminas delgadas de AHSS bajo dichas condiciones.

Poyraz y Ögel [7] investigaron el efecto del laminado en frío sobre la evolución microestructural de un acero de doble fase. La Tabla 2 muestra la composición química del acero utilizado. Con esta composición química y un tratamiento térmico que solo involucraba un recocido intercrítico de 800 °C se obtuvo una microestructura de martensita y ferrita. Los espesores evaluados del acero fueron 1.2 mm (60 %), 1.56 mm (45 %) y 1.92 mm (30 %).

**Tabla 2.** Composición química (% peso) del acero doble fase reportada por Poyraz y Ögel [7].

<b>Elemento</b>	<b>% peso</b>
<b>C</b>	0.14
<b>Mn</b>	1.98
<b>Si</b>	0.21
<b>Al + Ni</b>	>0.1
<b>Nb + Ti</b>	>0.05
<b>Cr + V</b>	>0.40

En la investigación realizada por Poyraz y Ögel se encontró que la temperatura de recristalización disminuía alrededor de 5 °C entre la muestra más deformada (60 %) y la menos deformada (30 %). La laminación en frío también afectó la fracción y el tamaño de grano de la ferrita. El tamaño de grano pasó de 5 µm en el acero con espesor de 1.92 mm a 4 µm en el acero con 1.12 mm de espesor. Por otra parte, la fracción de ferrita disminuyó alrededor de 7 % entre el acero con mayor espesor (1.92 mm) y el de menor espesor (1.12 mm). La resistencia a la tensión de las muestras con reducción en el espesor de 30 % fue mayor (resistencia a la tensión: 1200 MPa) que la resistencia a la tensión mostrada en las muestras con 60 % y 45 % de reducción (resistencias a la tensión entre 800 MPa y 900 MPa). Según los autores, la disminución de la resistencia a la tracción puede estar relacionado con la disminución de la temperatura de recristalización. En dicho trabajo las transformaciones de fase fueron descritas a partir de ecuaciones empíricas y de los resultados obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido, además, La caracterización se realizó a temperatura ambiente, y no se realizó un estudio de las transformaciones de fase durante los ciclos térmicos utilizados. Por otra parte, debido a que tanto la composición química como la deformación plástica afectan la cinética de las transformaciones de fase, es necesario conocer las concentraciones de los elementos de aleación empleadas para la fabricación del acero. Sin embargo, como se muestra en la Tabla 2, la forma en la que se reporta la composición química (suma de dos elementos), hace difícil conocer con precisión las concentraciones de

cada uno de los elementos de aleación, haciendo difícil establecer la correlación entre la composición química y los resultados obtenidos.

J. Mueller y cols. [8], estudiaron el efecto de la laminación en frío y de las velocidades de calentamiento sobre la transformación de fase de ferrita en austenita durante un ciclo de recocido intercrítico, en un acero de medio-Mn (7.19 de % en peso) y ultra bajo carbono (0.25 de % en peso). Los espesores del acero estudiado fueron: laminado en caliente (LC) con un espesor de 2.87 mm, laminado en frío (LF) con un espesor de 1.42 mm (50% de reducción, indicado como LF50), laminado en frío con un espesor de 0.97 mm (reducción del 66%, indicado como LF66). Los cambios de fase durante el calentamiento y el ciclo de recocido fueron identificados mediante un análisis *in-situ* por Dilatometría. Los resultados mostraron que la temperatura  $A_{C1}$  disminuye cuando el espesor de laminado también disminuye ( $A_{C1}$  de LF66=520°C,  $A_{C1}$  de LF50=540°C,  $A_{C1}$  de LC=580°C); este resultado se mantuvo, incluso cuando la velocidad de calentamiento fue variada. El efecto de las velocidades de calentamiento se vio reflejado en el contenido de austenita antes de alcanzar la temperatura de 650 °C, pues, a mayor velocidad de calentamiento menor cantidad de austenita. Los mecanismos propuestos como causantes de la transformación acelerada de la ferrita en austenita fueron: el aumento en el número de sitios de nucleación de la austenita debido al aumento del área del límite grano de la ferrita y el aumento en la difusividad del Mn en la ferrita debido a la alta densidad de defectos en la ferrita deformada en frío. En este trabajo el recocido intercrítico fue muy largo (50,000 s), por lo que no puede ser escalable en líneas de recocido industriales, lo cual abre la oportunidad de producir láminas delgadas con espesores similares, pero durante tiempos de procesamiento más cortos, tal como los que se emplean en un proceso de recocido y galvanizado continuo.

G. Mishra y cols. [9] investigaron el efecto de la deformación en frío y el tiempo de recocido intercrítico sobre la evolución de las fases en un acero medio Mn (Tabla 4). La reducción de laminación en frío varió de 5 mm hasta 4.5 mm (S20), 3.5 mm (S40), 2.5 mm (S60) y 1.5 mm (S80). Posteriormente, las muestras laminadas en frío

fueron sometidas a un recocido intercrítico de 650 °C durante diferentes períodos de tiempo (2,4 y 6 h).

**Tabla 3.** Composición química (% peso) del acero reportado por Mishra y cols. [9].

Elemento	% peso
C	0.22
Mn	5.1
Si	0.85
Al	0.42
P	0.004
S	0.005
F	Balan- ceado

La recristalización que ocurrió durante el recocido intercrítico afectó la morfología de los granos, pasando de una estructura laminar a una globular a medida que el grado de deformación plástica se incrementaba. La cantidad de austenita retenida no cambió en las muestras S20 con el incremento del tiempo de duración en el recocido intercrítico, sin embargo, en las muestras S80 sí aumento la cantidad de austenita retenida al incrementar el tiempo del recocido. Lo anterior se le atribuyó principalmente al laminado en frío que tuvo un efecto sobre la partición del C y el Mn dentro de la austenita: a mayor deformación en frío mejor partición del C y Mn. Las mejores propiedades mecánicas se obtuvieron con las muestras S80 y con un tiempo de recocido intercrítico de 2 h: resistencia a la tensión de 980 MPa, resistencia a la cedencia de 825 MPa y una elongación a fractura de 32 %. En este trabajo se investigó el efecto de la deformación plástica, pero los tiempos empleados para el recocido intercrítico fueron muy largos (2-6 h) en comparación con los empleados en líneas de recocido industriales (unos cuantos minutos). Estos resultados confirman que existe una oportunidad para el desarrollo de AHSS durante tratamientos térmicos de corta duración, como se requiere en los procesos industriales. Además, en este trabajo, no se realizó un estudio *in-situ* de las transformaciones de fase.

Jun Lu y cols. [10] realizaron un estudio del impacto de una transformación bainítica en las transformaciones de fase de un acero sometido a un tratamiento térmico, que incluye un recocido intercrítico y una transformación de bainita isotérmica (TIB).

**Tabla 4.** Composición química (% peso) del acero TRIP reportada por Jun Lu y cols. [10].

Elemento	% peso
C	0.20
Mn	2.05
Si	1.54
V	0.21
Fe	Balance

La temperatura de recocido fue definida en 850 °C durante 120 s y las temperaturas de tratamiento isotérmico bainítico ( $T_{TIB}$ ) fueron: 380 °C, 410 °C, 440 °C y 470 °C. El tiempo de duración del TIB ( $t_{TIB}$ ) fue de 800 s. Las fracciones de fases de ferrita y bainita presentes en la microestructura final fueron calculadas estadísticamente mediante las imágenes obtenidas por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET). Los investigadores encontraron que la fracción de ferrita se mantuvo prácticamente sin cambios en las diferentes temperaturas del TIB, mientras que la fracción de bainita fue disminuyendo conforme la temperatura de TIB aumentaba. Por otro lado, las fracciones de martensita y austenita retenida fueron calculadas por medio de las técnicas de difracción de rayos-X (DRX) y difracción electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés). Por medio de estas pruebas se observó que la cantidad de austenita retenida disminuía conforme la temperatura del TIB se elevaba, pero la cantidad de martensita aumentaba. En dicho trabajo no se investigó el efecto de la deformación plástica y las transformaciones de fase se analizaron mediante Dilatometría.

Yan Li y cols. [11], diseñaron un tratamiento térmico de tres pasos para la obtención de un acero TRIP y evaluaron su efecto sobre la microestructura final. Dicho

tratamiento consistió de un pretratamiento de recocido intercrítico de 900°C durante 180 s seguido de un recocido continuo (850 °C durante 60 s) y un tratamiento isotérmico bainítico (460 °C durante: 10 s, 20 s, 30 s y 60 s). La microestructura obtenida después del tratamiento térmico de tres pasos consistió de ferrita, bainita, austenita retenida y martensita. Se observó mediante Dilatometría que los cambios de fase en los aceros TRIP, que habían sido sometidos al tratamiento de tres pasos, ocurrían a una temperatura menor que aquellos aceros que solo tuvieron un tratamiento de dos pasos (recocido y tratamiento isotérmico de bainita). Después del tratamiento de tres pasos, también se observó que la fracción de ferrita no varió en ningún tiempo del TIB, mientras que la martensita, austenita y la cantidad de carbono tuvieron una variación en los diferentes tiempos de TIB. Las muestras de acero TRIP con las mejores propiedades mecánicas (resistencia a la tracción superior a 770 MPa y un alargamiento superior al 29 %) fueron aquellas con tratamiento isotérmico bainítico de 10 s en el cual se obtuvo 73 % de ferrita, 8.99 % de bainita y 8.67 % de austenita retenida. En dicho trabajo, aunque los tiempos utilizados para la realización de los tratamientos térmicos fueron cortos, tal como se requiere en líneas de recocido y galvanizado continuo, no se investigó el efecto de la deformación plástica. Sin embargo, como se mencionó anteriormente, el desarrollo de láminas delgadas de AHSS requiere un entendimiento de la deformación plástica bajo tales condiciones. Por otra parte, en dicho trabajo el análisis de las transformaciones de fase se realizó mediante Dilatometría.

Wei Ding y cols. [12] investigaron el efecto de un tratamiento isotérmico bainítico ( $T_{TIB}$ : 440 °C, 460 °C, 480 °C;  $t_{TIB}$ : 20 s, 30 s y 60 s) y recocido continuo (Temperatura de recocido intercrítico (RI): 820 °C, 850 °C, 880 °C; tiempo de RI: 60 s) en la microestructura y propiedades mecánicas de un acero TRIP (Tabla 7).

**Tabla 5.** Composición química (% peso) del acero TRIP reportada por Wei Ding y cols [12].

Elemento	% peso
<b>C</b>	0.21
<b>Mn</b>	1.58
<b>V</b>	-
<b>Al</b>	1.16
<b>Si</b>	0.05
<b>Nb</b>	-
<b>P</b>	0.068

La influencia de las temperaturas de RI en la fracción de ferrita se calculó usando los datos obtenidos por Dilatometría y las imágenes de MET y MEB. Las fracciones de ferrita encontradas fueron: 50.3 % (Temperatura de recocido: 820 °C), 50.0 % (Temperatura de recocido: 850 °C) y 51.82 % (Temperatura de recocido: 880 °C). También se encontró que tanto la fracción de volumen como el contenido de carbono de la austenita retenida dependían del aumento en  $t_{IBT}$ . El mayor contenido de austenita se obtuvo para  $T_{IBT} = 480^{\circ}\text{C}$  con una duración de 60 s, lo cual fue atribuido a un mayor enriquecimiento de carbono en la austenita. Por otra parte, el contenido de martensita disminuyó a medida que se aumentaba el tiempo del TIB debido a la presencia de austenita más estable. En dicho trabajo no se investigó el efecto de la deformación plástica y los cambios de fase fueron investigados *in-situ* mediante Dilatometría.

La combinación de MEB, DRX y MET pueden ser muy útiles para estudiar la evolución de la microestructura de una aleación después de un tratamiento térmico. Por ejemplo, Z.J. Xie y cols. [13] utilizaron las técnicas antes mencionadas para identificar los cambios de fase de un acero de baja aleación y bajo contenido de carbono después de un tratamiento de recocido. La composición química de la aleación se muestra en la Tabla 8. Se observó que, a 710 °C la microestructura martensítica inicial cambió a una mezcla de ferrita y martensita.

**Tabla 6.** Composición química (% peso) del acero reportada por Z.J. Xie y cols. [13].

Elemento	% peso
C	0.1
Mn	2.85
V	0.1
Ni	0.5
Si	0.3
Nb	0.08
Cu	1.0
Mo	0.3
Ti	0.015

Al alcanzar los 650 °C, no se formó austenita, pero con el incremento en el tiempo a esta misma temperatura, se formó alrededor de un 6 % de dicha fase. Por debajo de 650 °C (debajo de la temperatura  $A_{c1}$ ), el tiempo requerido para la difusión Mn y C es muy largo. Al recocer a 680 °C, y con el aumento del tiempo de recocido, la fracción de volumen de austenita retenida aumentó, con un valor máximo de 13 % en 30 min. A 710 °C apenas se detectó austenita retenida a temperatura ambiente, con un máximo de 4 % en un tiempo de 30 min. La estructura multifásica (ferrita, austenita retenida y martensita) con mayor cantidad de austenita retenida y con las mejores propiedades mecánicas (límite de cedencia de 751 MPa; ductilidad de 12 %; 25 % en alargamiento uniforme y total) fue obtenida en un recocido Intercrítico de 680 °C durante 30 min. En dicho trabajo no se investigó el efecto de la deformación plástica, y los cambios de fase fueron analizados a temperatura ambiente, mediante observaciones de las muestras tratadas térmicamente por Microscopía Electrónica de Barrido, Difracción de Rayos-X y Microscopía Electrónica de Transmisión.

Dunji Yu y cols. [14] investigaron las transformaciones de fase *in-situ* a través de las variaciones en la estructura cristalina en un acero TRIP mediante difracción de neutrones durante un tratamiento de recocido intercrítico. El material utilizado fue un acero comercial TRIP de grado 780. La muestra fue sometida a dos ciclos de

recocido. El primer ciclo se realizó a 850 °C durante 15 min y el segundo ciclo implicó un recocido de 1000 °C durante 10 min. Los patrones de difracción antes de comenzar el tratamiento de recocido indicaban la presencia de fases con estructuras cristalinas FCC (cúbica centrada en las caras) y BCC (cúbica centrada en el cuerpo). La estructura FCC es característica de la fase austenita, mientras que la estructura BCC posiblemente reflejaría una matriz de ferrita. Aunque es importante mencionar que esta última fase es difícil de distinguir de la bainita y la martensita, por el método de difracción de neutrones. En ambos ciclos térmicos se encontró que la austenita retenida comenzaba a transformarse a ferrita en la región de temperatura entre 500 °C y 600 °C. Mientras que la transformación de ferrita a austenita comenzó a 730 °C acompañada de una contracción. Durante el tiempo de sostenimiento del recocido intercrítico las fracciones de austenita y ferrita variaron entre un ciclo y otro; el resultado fue una mayor cantidad de austenita en el segundo ciclo. Durante el enfriamiento, la transformación de austenita en ferrita comenzó a 850°C y terminó a 500°C. Cabe mencionar que en dicho trabajo tampoco se investigó el efecto de la deformación plástica y los cambios de fase fueron analizados *in-situ* mediante difracción de neutrones en un ciclo térmico que solo involucraba un recocido intercrítico. Sin embargo, como se ha mencionado a lo largo de este documento, es importante también evaluar los cambios que pudieran ocurrir en la etapa de galvanizado, para poder evaluar la factibilidad de obtener aceros multifásicos bajo condiciones que simulen líneas de recocido y galvanizado continuo.

A partir de los trabajos descritos en esta sección, se puede concluir que la deformación plástica tiene un efecto importante sobre los cambios microestructurales que ocurren en un acero deformado en frío. En algunos casos, la magnitud de la deformación no fue investigada, en otros, los análisis de las transformaciones de fase se realizaron mediante Dilatometría o por Difracción de Neutrones, y en algunos otros casos, la evolución de las fases se caracterizó solamente a temperatura ambiente. También se mostró que algunos aceros multifásicos reportados en la literatura han sido obtenidos bajo condiciones que no necesariamente pueden ser reproducidas bajo ciclos térmicos que simulen líneas

de recocido y galvanizado continuo. Por lo tanto, a partir de la revisión bibliográfica presentada anteriormente, se puede mencionar que la principal aportación del presente trabajo de investigación está relacionada con investigar los efectos de la deformación plástica sobre la cinética de las transformaciones de fase; a partir de un estudio in-situ de las transformaciones mediante Dilatometría y microscopía electrónica de transmisión. Lo anterior, para evaluar la factibilidad de obtener láminas delgadas de aceros multifásicos de alta resistencia bajo ciclos térmicos que simulan líneas de recocido y galvanizado continuo. A continuación, se describe la metodología empleada para el desarrollo del presente trabajo.

## 2. METODOLOGÍA EMPLEADA PARA LA FABRICACIÓN DEL ACERO Y PARA ESTABLECER EL EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SOBRE LOS CAMBIOS DE FASE, MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS

La metodología fue diseñada de tal manera que se pudieran investigar los efectos de la deformación plástica en frío y del tratamiento térmico sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de los aceros investigados, con la finalidad de producir láminas delgadas de aceros multifásicos. En la Figura 1 se observa el diagrama de flujo de la metodología empleada para el desarrollo de la presente investigación.

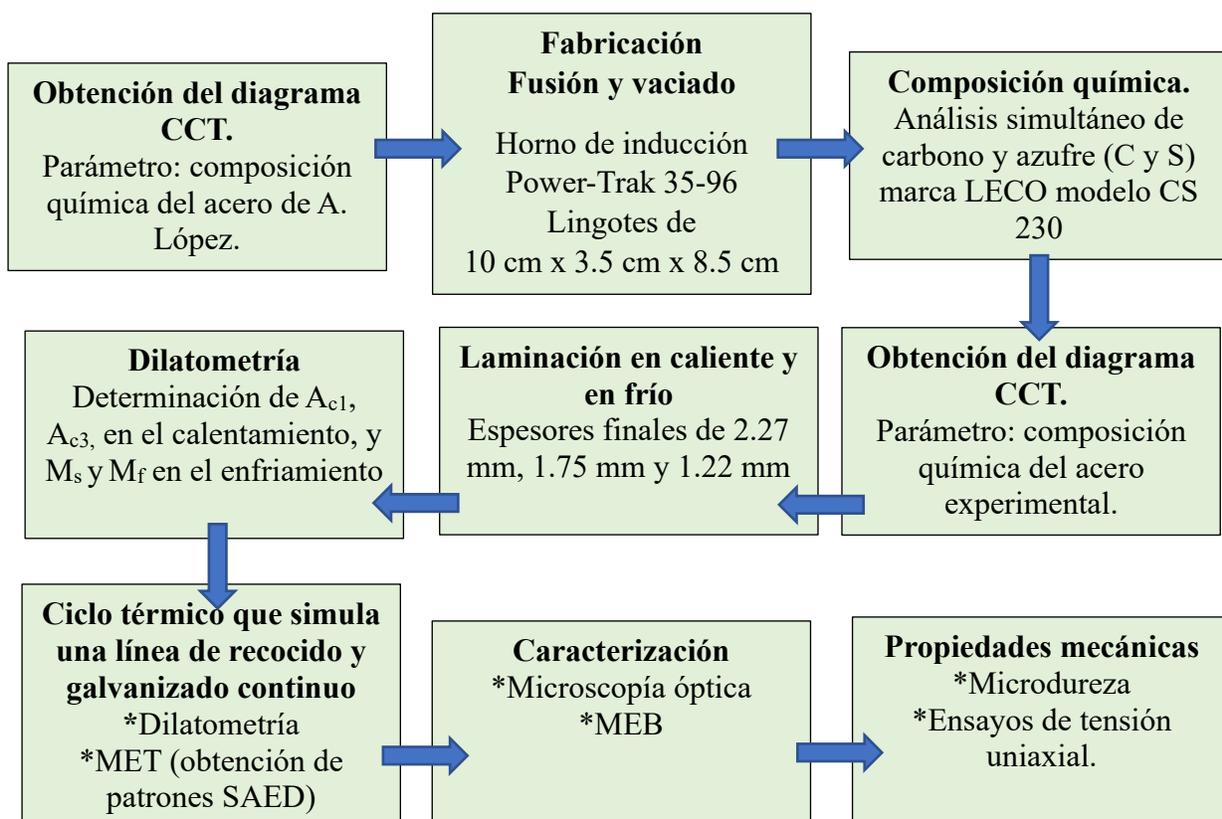


Figura 1. Metodología empleada para el desarrollo del proyecto.

El trabajo se desarrolló en dos etapas; en la primera, se calculó el diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo (CCT, por sus siglas en idioma inglés) considerando la composición química reportada por A. López (2018) [6], con el propósito determinar si dicha composición química es adecuada para el cumplimiento de los objetivos planteados para el presente trabajo. El *software* utilizado para el cálculo de los diagramas CCT fue JMatPro 8.0.

En la segunda etapa se fabricó experimentalmente un acero a escala laboratorio mediante fusión en un horno de inducción. La composición química utilizada fue similar a la reportada por A. López [6]. El material líquido, se vació en lingoteras metálicas para obtener lingotes, los cuales fueron homogeneizados a 990 °C durante 85 min y, posteriormente, laminados en caliente y en frío para obtener laminas delgadas de 2.27 mm (25 %), 1.75 mm (40 %) y 1.22 mm (60 %) de espesor. Se determinó la composición química del acero experimental, y se recalculó nuevamente el diagrama CCT considerando dicha composición química. Las muestras laminadas en frío fueron preparadas mediante técnicas de metalografía convencionales para poder realizar ensayos de dureza y evaluar la microestructura. Para revelar la microestructura, las muestras fueron atacadas químicamente con Nital al 5 % durante 5 s. También se maquinaron probetas para realizar ensayos de tensión uniaxial y determinar sus propiedades mecánicas. Las muestras laminadas en frío fueron analizadas en un dilatómetro LINSEIS L78, para determinar las temperaturas críticas  $A_{C1}$ ,  $A_{C3}$ ,  $M_s$  y  $M_f$ . Una vez determinadas las temperaturas críticas se diseñó un ciclo térmico que simula físicamente el ciclo empleado en el proceso de recocido y galvanizado continuo; para poder determinar, a través de los análisis *in-situ* por Dilatometría y por MET, el efecto de la deformación en frío sobre la cinética de transformación de las fases.

## 2.1 CÁLCULO DE DIAGRAMA DE TRANSFORMACIÓN DE FASE EN ENFRIAMIENTO CONTINUO

En la primera etapa, se realizó una simulación computacional con el *software* JMatPro, para obtener el diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo (CCT). Para realizar la simulación, el *software JMatPro* solo necesita la composición química del acero, para ello, se utilizó la composición química reportada por A. López [6], quien demostró la posibilidad de obtener aceros multifásicos con tiempos y temperaturas similares a las empleadas en LRGC; mientras que las composiciones químicas del resto de los autores analizados en primer capítulo fueron descartadas, ya que no aseguraban la obtención de un acero multifásico en LRGC. El diagrama CCT permitirá en primera instancia determinar si existe la posibilidad de obtener un acero multifásico a partir de las curvas de transformación (de la ferrita, austenita, bainita y martensita) calculadas con el programa mencionado. La Tabla 9 muestra la composición reportada por A. López [6].

*Tabla 7. Composición química experimental utilizada por A. López, % peso [6].*

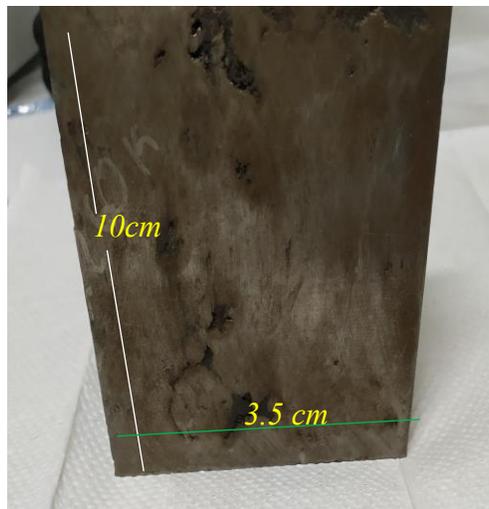
Elemento	% peso
C	0.14
Si	0.61
Al	0.59
S	0.03
Mn	1.72
P	0.017
Cu	0.26
Cr	0.45
Ni	0.42
W	0.002
Sb	0.008
Pb	0.003
Zr	0.0001
Zn	0.001
Mo+Ti+V+B+Nb	< 1.0

## 2.2 OBTENCIÓN Y PROCESAMIENTO DEL ACERO EXPERIMENTAL

La segunda etapa, consistió en la fabricación y procesamiento del acero. El acero, con una composición química similar a la de la Tabla 7, se fabricó a escala de laboratorio mediante fusión en un horno de inducción Power-Trak 35-96, Figura 2, para obtener lingotes de 3.5 cm x 8.5 cm x 10 cm, Figura 3.



*Figura 2. Horno de inducción Power-Trak 35-96.*



*Figura 3. Lingote obtenido mediante fusión y colado de 3.5 cm x 8.5 cm x 10 cm.*

Los lingotes fueron sometidos a un tratamiento de homogenización para reducir la heterogeneidad en la composición química provocada durante la solidificación. Para esto los lingotes fue primeramente recubiertos con pintura de zirconia con el fin de reducir la oxidación y la decarburación de los mismos. Posteriormente, los lingotes fueron homogeneizados a 990 °C durante 85 min en una mufla Thermolyne 7000. Estos lingotes fueron cortados y maquinados para obtener 6 lingotes más pequeños, de 3.5 cm de ancho, 4.2 cm de espesor y 5 cm de largo, Figura 4.



**Figura 4.** *Lingotes, homogeneizados, cortados y maquinados con medidas de 3.5 cm x 4.2 cm x 5 cm.*

Posteriormente, estos lingotes fueron laminados en caliente y en frío. La deformación en caliente y en frío se realizó en un molino de laminación HILLE HELICON MK4, Figura 5, en el Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (IIM), que pertenece a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo en la ciudad de Morelia, Michoacán.



**Figura 5.** Molino de laminación Hille Helicon Mk4.

El laminado en caliente consistió en primer lugar en un recalentamiento de los lingotes a 1100 °C por 5 min para su posterior deformación en caliente hasta un espesor de 3.0 mm. El material laminado en caliente fue posteriormente decapado con el fin de remover el óxido formado durante la laminación en caliente. La Figura 6 muestra las láminas de 3.0 mm de espesor obtenidas mediante laminación en caliente y posteriormente decapadas.



**Figura 6.** Acero laminado en caliente hasta 3 mm de espesor.

Las láminas fueron posteriormente procesadas mediante laminación en frío para obtener tres espesores: 2.27 mm, 1.75 mm y 1.22 mm, con el fin de lograr reducciones en espesor alrededor de 25 %, 40 % y 60 %, respectivamente y, de esta manera, poder investigar el efecto de la deformación plástica, Figura 7. Es importante mencionar que estas muestras serán sometidas a tratamientos térmicos que simulen líneas de recocido y galvanizado continuo, con la finalidad de evaluar la factibilidad metalúrgica para el desarrollo de aceros multifásicos.



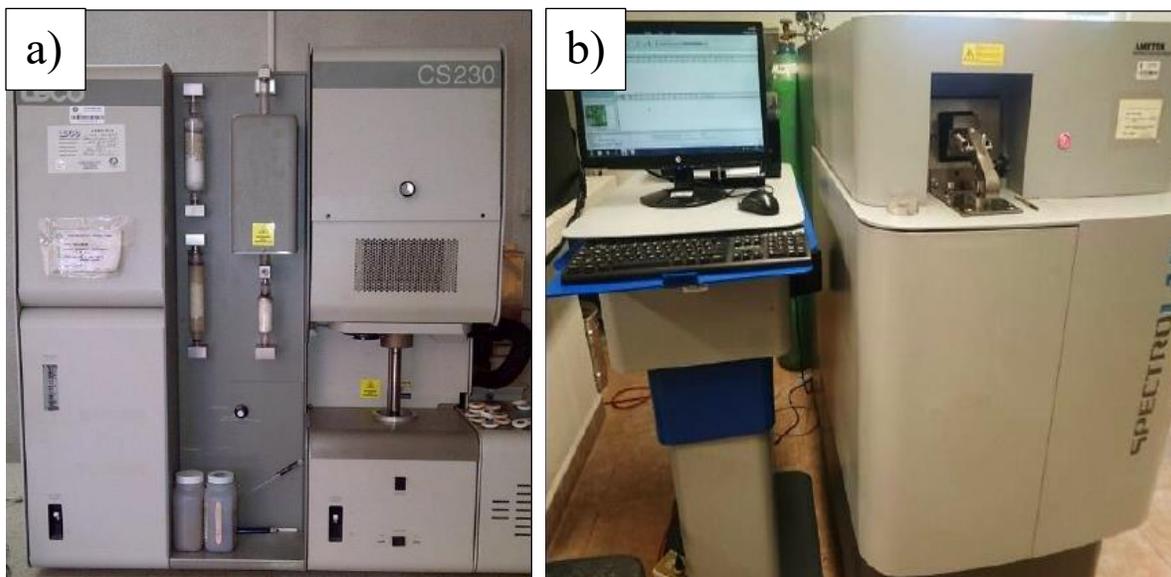
**Figura 7.** Acero laminado en frío con distinto grado de reducción en espesor: a) 2.27 mm (25 % de reducción), b) 1.75 mm (40 % de reducción), c) 1.22 mm (60 % de reducción).

## 2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DEL ACERO EXPERIMENTAL

Las técnicas de caracterización se emplearon con la finalidad de evaluar la composición química del acero experimental y los cambios microestructurales causados por la deformación plástica durante los tratamientos térmicos.

### 2.3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA

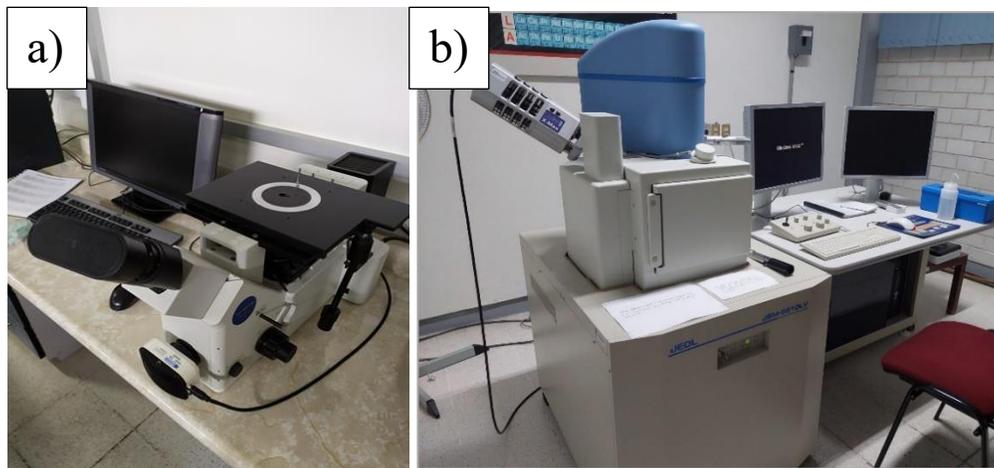
La composición química del acero fabricado mediante fusión y colada se determinó en un equipo para análisis simultáneo de carbono y azufre (C y S) marca LECO modelo CS 230, Figura 8 (a). Las mediciones se realizaron con base en el método de espectrometría de absorción infrarroja por combustión, de acuerdo con las especificaciones de la norma ASTM E-1019 [15]. Los contenidos de los elementos que se encontraban en menor cantidad fueron determinados mediante espectrometría de emisión óptica de acuerdo con la norma ASTM E-415 [16]; los análisis se realizaron en un espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS, Figura 8 (b).



**Figura 8.** (a) Determinador simultáneo de C y S marca Leco modelo CS 230. (b) Espectrómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS.

### 2.3.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL ACERO EXPERIMENTAL

Las microestructuras del acero laminado en caliente y en frío, y de muestras tratadas térmicamente, se observaron en un microscopio óptico Olympus GX51 y en un microscopio electrónico de barrido (MEB), Figura 9 (a) y Figura 9 (b), respectivamente. Para su observación por dichas técnicas, las muestras fueron preparadas por técnicas convencionales de metalografía. Se montaron en caliente utilizando resina fenólica (baquelita) y, posterior a esto, fueron desbastadas utilizando lijas de carburo de silicio (Struers No. 120 a 2400) y pulidas hasta acabado espejo con pasta de diamante (3  $\mu\text{m}$  y 1  $\mu\text{m}$ ). Finalmente, las muestras fueron atacadas químicamente con reactivo Nital al 5 % durante 5 s para revelar la microestructura [17]. En el microscopio óptico se observó la distribución de las fases mediante el *software* QCapture Pro. Por otro lado, la morfología de las fases fue observada en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV, el cual cuenta con detectores de electrones retrodispersados (BSE, por sus siglas en inglés) y electrones secundarios (SE, por sus siglas en inglés)

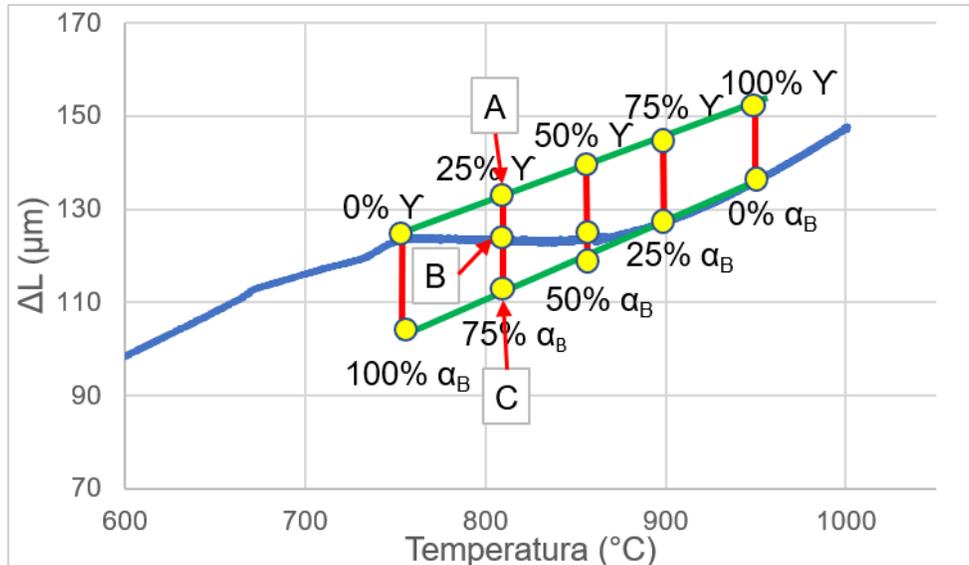


**Figura 9.** Microscopio óptico Olympus GX51, b) Microscopio electrónico de barrido marca JEOL Modelo JSM-6610LV.

### 2.3.3 ANÁLISIS *IN-SITU* DE CAMBIOS DE FASE MEDIANTE DILATOMETRÍA

La técnica de Dilatometría se empleó, en primer lugar, para determinar las temperaturas críticas de transformación de fase durante un calentamiento y enfriamiento continuo. Las temperaturas críticas más importantes que se obtienen son:  $A_{C1}$ , temperatura en la que comienza a formarse la austenita ( $\gamma$ );  $A_{C3}$ , temperatura a partir de la cual la única fase presente es la austenita;  $M_s$ , temperatura de inicio de la fase martensita ( $\alpha'$ );  $M_f$ , temperatura en la cual la fase de martensita ha terminado de formarse. Conocer las temperaturas críticas permitió definir las temperaturas del recocido intercrítico, temperatura entre  $A_{C1}$  y  $A_{C3}$  donde se puede formar tanto austenita como ferrita ( $\alpha$ ), y del tratamiento isotérmico bainítico, temperatura por encima de  $M_s$  donde se puede generar la bainita ( $\alpha_B$ ), ambas necesarias para definir una ruta que simule una LRG.

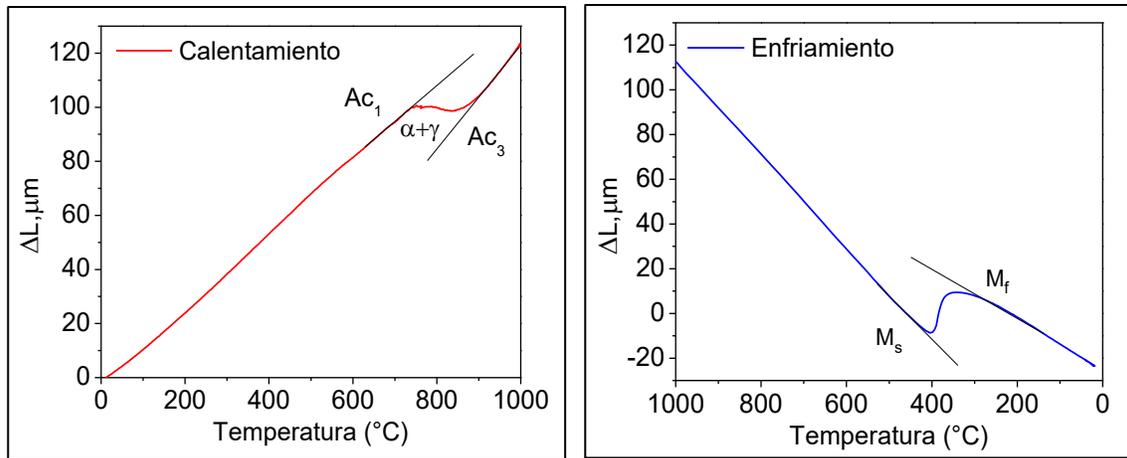
Para poder identificar las temperaturas de transformación de fase se usó el método convencional de la regla de la palanca, la cual, ayuda a calcular los cambios de fase mediante el cambio en las pendientes de las rectas tangentes trazadas en las curvas de dilatación [18]. Para obtener las fracciones de volumen mediante dicho método, primero se trazan dos rectas tangenciales a las regiones lineales de la curva, es decir, antes y después de la contracción causada por la transformación de fase. El porcentaje de fase transformada (austenita) se determina a partir de la relación entre la longitud del segmento AB y la longitud del segmento total (AC), y multiplicando el valor obtenido por 100, es decir, mediante la relación  $(AB/AC) \cdot 100$ , mientras que el porcentaje de la fase sin transformar se determina por la relación  $(BC/AC) \cdot 100$ , Figura 10.



**Figura 10.** Determinación del porcentaje de fases en calentamiento continuo mediante dilatometría y la regla de la palanca.

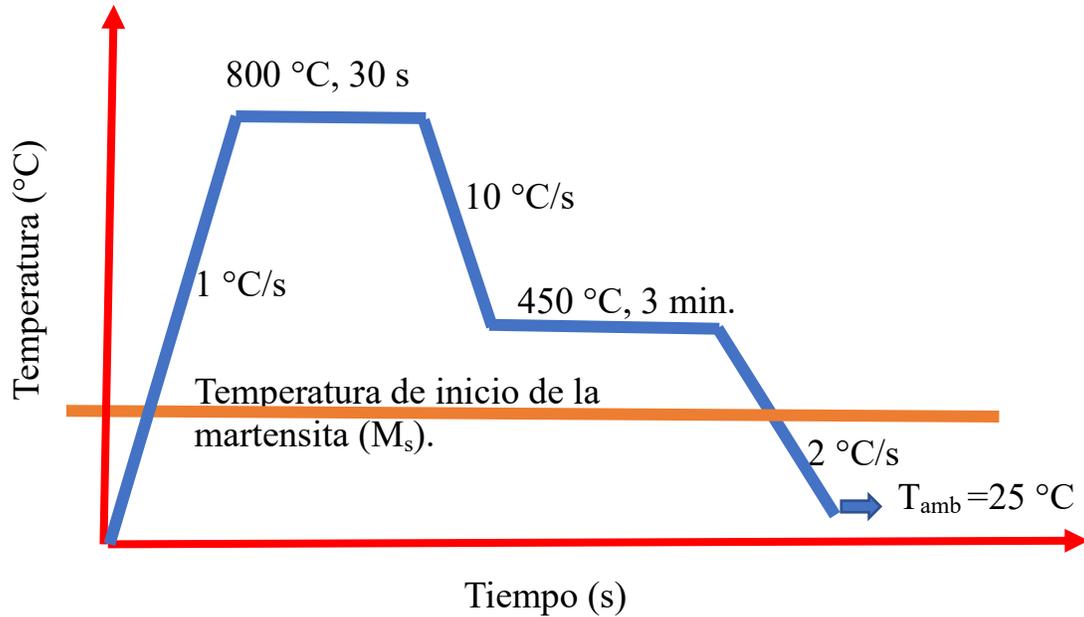
Este método es empleado comúnmente para calcular los porcentajes de fase en el rango intercrítico (ferrita + austenita), a partir del diagrama de equilibrio Fe-C. Por lo que su uso ha sido reportado para la transformación difusional de ferrita a austenita que ocurre durante el calentamiento [18]. La transformación martensítica ocurre mediante un proceso adifusional, motivo por el cual, no se utilizó la regla de la palanca para seguir el progreso de dicha transformación [3]. Sin embargo, las temperaturas de inicio y fin de dicha transformación pueden determinarse mediante el método tangencial o a partir de la primera derivada de las curvas de dilatación.

En La Figura 11 se muestran ejemplos de las curvas dilatométricas y los respectivos cambios de pendiente en  $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$ ,  $M_s$  y  $M_f$ , que indican un cambio de fase en los aceros en calentamiento y enfriamiento continuo [19].



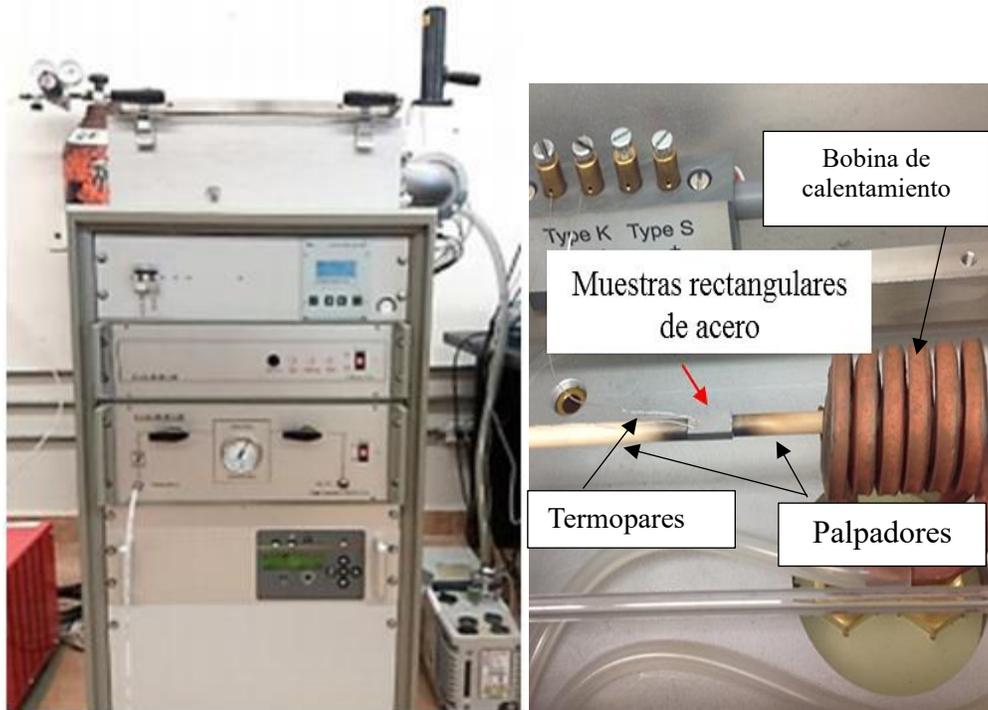
**Figura 11.** Determinación de las temperaturas críticas de transformación de fase, a)  $Ac_1$  y  $Ac_3$ , y b)  $M_s$  y  $M_f$ , en calentamiento y enfriamiento continuo, respectivamente [18].

Posteriormente, por Dilatometría *in-situ* se realizaron ciclos térmicos similares a aquellos empleados en rutas de recocido y galvanizado continuo, los cuales consisten en dos etapas: recocido (para promover la transformación austenítica) y galvanizado (para promover la transformación bainítica), Figura 12. El enfriamiento final se realizó a 2  $^{\circ}\text{C}/\text{s}$  con el fin de promover la transformación de austenita en martensítica. El punto de fusión del Zn en pailas de galvanizado es alrededor de 420  $^{\circ}\text{C}$  [20], por lo tanto, la temperatura empleada para el tratamiento isotérmico bainítico que ocurre durante el galvanizado fue de 425  $^{\circ}\text{C}$  [19]. La temperatura de recocido empleada fue alrededor de 800  $^{\circ}\text{C}$ , comúnmente empleada para el tratamiento térmico de láminas delgadas mediante este tipo de ruta de procesamiento [20].



**Figura 12.** Ciclo térmico empleado para la obtención de aceros multifásicos.

Los experimentos se realizaron en un dilatómetro LINSEIS L78, Figura 13, en el Centro de investigación y de Estudios Avanzados (Cinvestav-Saltillo). Las muestras rectangulares para Dilatometría de cada acero laminado en frío se cortaron con dimensiones de 5 mm de ancho x 10.5 mm de longitud. Los cortes de probetas rectangulares se realizaron con segueta y posteriormente fueron maquinados para obtener piezas con caras paralelas. Para el análisis *in-situ* mediante Dilatometría, se soldaron termopares tipo K en las muestras con el fin de registrar sus temperaturas durante el ciclo térmico. Las muestras fueron colocadas entre dos palpadores del dilatómetro uno fijo y otro móvil, para registrar la variación en la longitud (dilatación o contracción) de la muestra durante el tratamiento térmico.

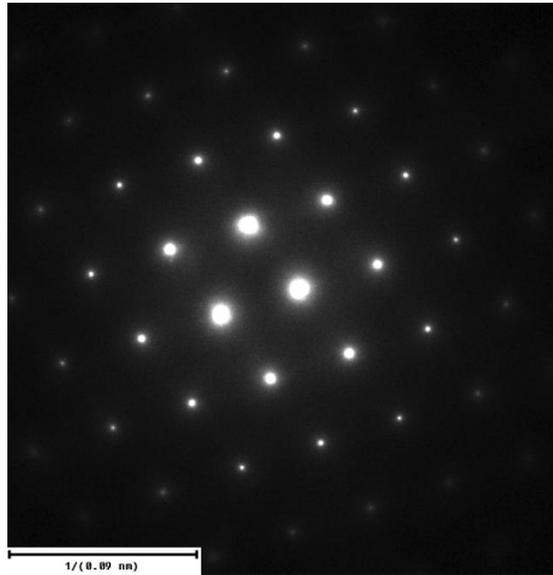


**Figura 13.** Dilatómetro LINSEIS L78 y montaje de muestras para el estudio de las transformaciones de fase en los aceros laminados en frío.

### **2.3.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y ANÁLISIS *IN-SITU* DE CAMBIOS DE FASE MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN**

La caracterización microestructural y el análisis de fases mediante la técnica de calentamiento *in-situ* en el MET se realizó para obtener información de la estructura cristalina de las fases presentes durante el tratamiento térmico aplicado al acero laminado en frío, para de esta manera tener un mejor entendimiento de los cambios de fase. El análisis *in-situ* por MET permitió observar los cambios en los patrones de difracción de electrones de área selecta (SAED, por sus siglas en el idioma inglés), mismos que están asociados con los cambios en la estructura cristalina de

las fases, durante la variación en la temperatura. En el patrón SAED cada punto brillante obtenido corresponde a los electrones difractados constructivamente, un ejemplo de un patrón SAED es observado en la Figura 14.



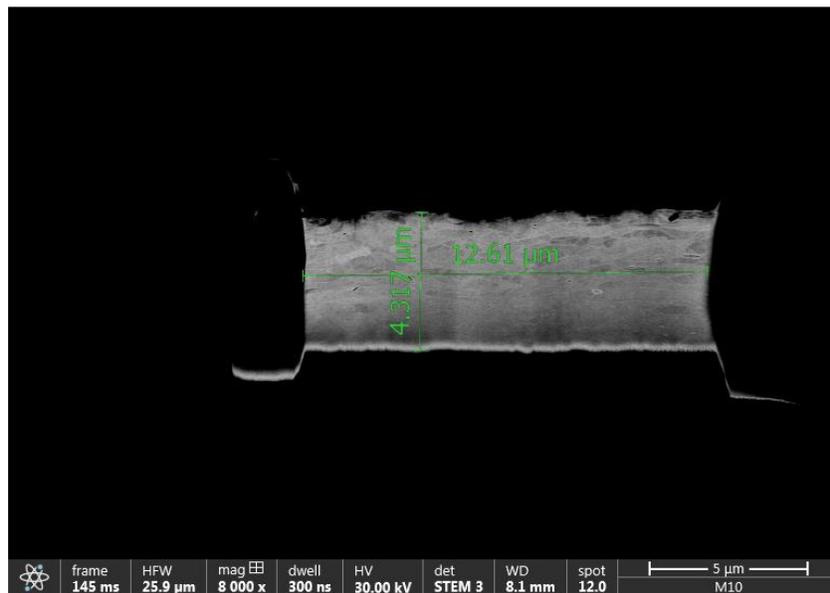
**Figura 14.** Patrón de difracción de electrones [21].

El análisis *in-situ* por MET solamente se realizó en el acero laminado en frío con espesor de 1.22 mm (60 %). Dicha lámina, fue la de menor espesor y, por lo tanto, la de mayor interés para el desarrollo de láminas delgadas de aceros multifásicos. Para la caracterización del acero por esta técnica, primeramente, se corta del acero laminado en frío de 1.22 mm una pieza con las dimensiones de 1 cm de largo y 1 cm de ancho, Figura 15. Estas piezas serán nombradas como “en bulto” de aquí en adelante, y son muestras con deformación plástica (laminado en frío), pero sin tratamiento térmico.



**Figura 15.** Muestra en bulto a partir de la cual se obtuvo las lamelas.

A partir del material en bulto se obtuvieron “lamelas” con dimensiones de  $4\ \mu\text{m} \times 12\ \mu\text{m}$  aproximadamente y un espesor menor a  $100\ \text{nm}$  (espesor electro-transparente), Figura 16.



**Figura 16.** Lamela obtenida para su caracterización por microscopía electrónica de transmisión.

Las lamelas fueron obtenidas mediante la técnica “*in-situ*” de extracción o Lift-Out (INLO) [22], y fueron preparadas en una estación de trabajo doble haz marca MEB/FIB QUANTA 200 3D, Figura 17. La técnica INLO consiste principalmente de

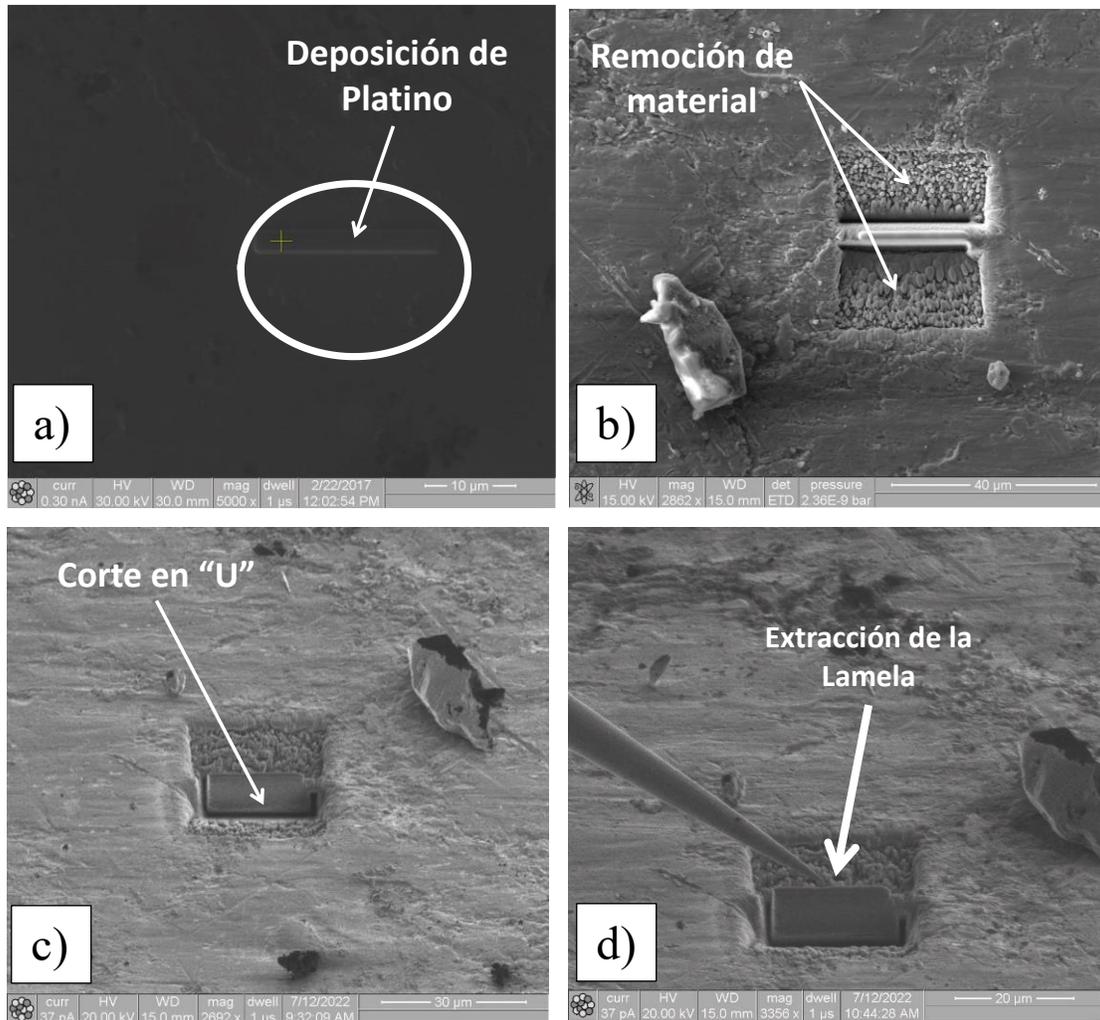
tres etapas; llevadas a cabo en la cámara de vacío del microscopio de doble haz para evitar que la muestra sufra algún tipo de contaminación.



**Figura 17.** Estación de trabajo Dual Beam marca MEB/FIB QUANTA 200 3D.

El procedimiento de preparación de la lamela para MET se describe a continuación:  
Etapa 1: se comienza por depositar una placa de platino (Pt) en la superficie del material “en bulto” dentro de la cámara de vacío de la estación de trabajo de doble haz. La placa de Pt se deposita como una capa protectora con dimensiones de aproximadamente  $20\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  para marcar la zona de extracción de la lamela, Figura 18 (a). Posteriormente, en cada lado de la zona marcada con Pt, se realiza la remoción del material en bulto utilizando corrientes altas de aproximadamente 10-15 nA, esto se hace en forma rectangular y escalonada con un haz de electrones de  $\text{Ga}^+$ , Figura 18 (b); enseguida se realiza un pulido en las

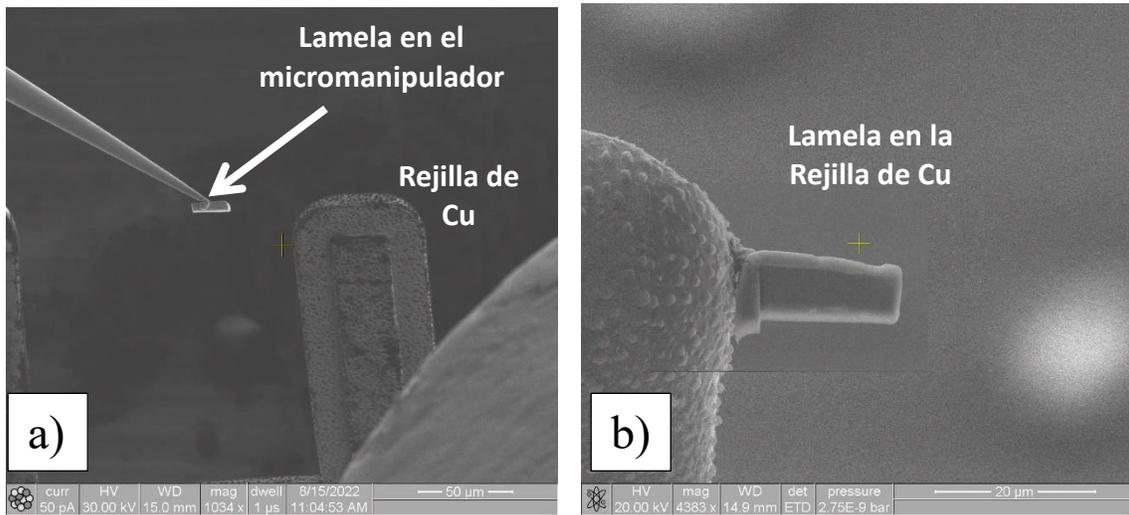
paredes de la lamela con corrientes bajas, alrededor de 1 a 3 nA. A continuación, se hace un corte en forma de U de tal forma que solamente una pequeña porción de la lamela esté unida al material en bulto, Figura 18 (c). La parte libre de la lamela es soldada con la ayuda del Pt sobre la aguja de un micromanipulador mecánico para liberar la lamela del material en bulto, Figura 18 (d).



**Figura 18.** Imágenes obtenidas por MEB de la preparación de una lamela a partir del material en bulto.

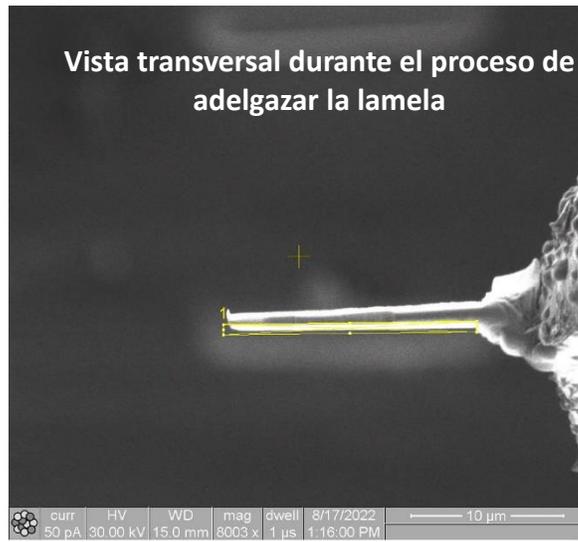
Después de soldar, la pequeña porción que todavía estaba unida al material en bulto es cortada, y transportada mediante el micromanipulador a un portamuestras de Cu, Figura 19(a). Ya en el portamuestras de Cu la lamela es soldada al lateral de una

saliente o en el valle de una muesca en forma de “M”; después, la parte de la lamela unida al micromanipulador es cortada, Figura 19 (b).



**Figura 19.** Micrografías obtenidas por MEB de: (a) Lamela transportada por medio del micromanipulador hacia la rejilla de Cu. (b) Lamela soldada en la rejilla de Cu.

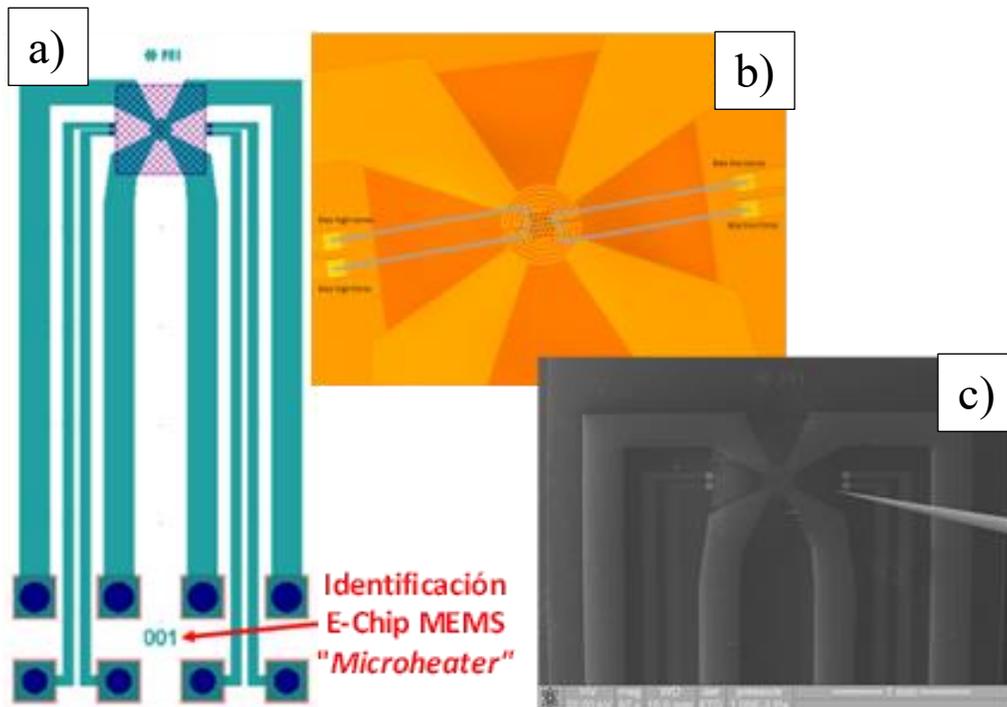
La siguiente etapa consiste en el adelgazamiento por ambos lados hasta obtener un espesor electro-transparente menor a los 100 nm de la lamela, empleando un haz de electrones de  $Ga^+$  con una intensidad menor a la utilizada en la remoción, con el fin de evitar dañar a la lamela, Figura 20. El adelgazamiento se realiza para tener la transparencia electrónica necesaria para ser utilizada en el MET.



**Figura 20.** Imagen MEB/FIB de la lamela al finalizar el adelgazamiento desde una perspectiva de haz de iones.

Una vez terminada la preparación de la lamela, ésta se ensambla en un chip MEMS (sistema microelectromecánico) de calentamiento. El chip MEMS es utilizado para calentar y polarizar muestras de tamaño nanométrico, consiste de una membrana independiente de nitruro de silicio. Los chips MEMS utilizado en esta investigación fueron desarrollados por la empresa FEI para calentamiento y polarización (*biasing*) NanoEx-i / v, la Figura 21 (a) ilustra un diagrama del chip, el cual tiene dimensiones de 8 mm x 3.3 mm y consiste en una membrana independiente de nitruro de silicio con un elemento de calentamiento integrado. La Figura 21 (b), tiene una espiral que se calienta mediante el efecto Joule al momento de pasar una corriente eléctrica. Para que la espiral pueda distribuir de forma uniforme el calor, está integrada junto con un difusor de calor con forma circular (100 μm de diámetro). En el lado opuesto de los contactos y al mismo nivel donde se encuentra el difusor de calor, se tienen 22 ventanas de visualización de 5 μm de diámetro, aproximadamente cada una. Estas ventanas están cubiertas por una membrana Holey hecha de nitruro de silicio amorfo con un espesor menor a los 15 nm, con orificios de 1 μm de diámetro, que sirve de soporte para las lamelas. Finalmente, en la Figura 21 (c) se observa una imagen de MEB de una sección del microchip “*Microheaters E-Chip MEMS*”, que se

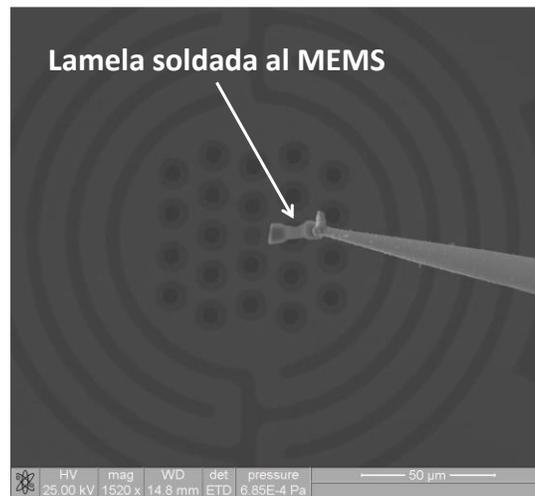
utilizó para los experimentos de calentamiento “*in situ*” en el MET. En el presente estudio, solamente se utilizaron los contactos triangulares de calentamiento.



**Figura 21.** E-chip MEMS:(a) Diseño de un microchip “Microheaters E-Chip MEMS”, (b y c) sección del microchip con cuatro contactos triangulares insertados en la membrana para los experimentos de calentamiento y cuatro contactos abiertos en forma cuadrada para mediciones electrónicas de polarización; esquema e imagen de MEB, respectivamente [20].

Las lamelas que han sido adelgazadas se colocan en el microchip MEMS con la ayuda del micromanipulador. El primer paso es soldar la parte más gruesa de la lamela a la aguja del micromanipulador y una vez hecho esto, se procede a separar la lamela del portamuestras de Cu. Posteriormente, la lamela es alineada sobre alguna ventana de visualización; durante este proceso, también se debe tomar en

cuenta que tanto el plano de la lamela como el del microchip MEMS deben tener una orientación paralela al haz de iones, esto se hace con la finalidad de evitar que el flujo de electrones del microchip y del haz de iones causen algún daño a la lamela [22]. Cuando la lamela este en contacto con la superficie de la ventana de visualización se procede a soldar con el depósito de Pt que se encuentra en los bordes de la lamela ( Figura 22).



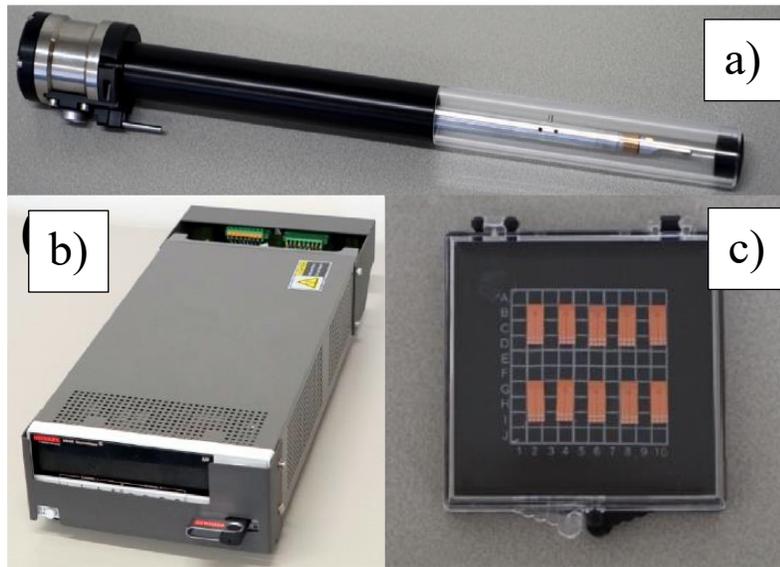
**Figura 22.** Imagen obtenida mediante haces de electrones y iones en el MEB obtenida durante el Procedimiento de alineación y fijación entre la lamela y el microchip MEMS.

Con la lamela montada en el E-chip MEMS se procede a calentar la muestra de tal forma que se pueda simular físicamente un ciclo térmico similar al empleado en líneas de recocido y galvanizado continuo. Para la caracterización morfológica, microestructural y la evaluación de los tratamientos térmicos se utilizó un Microscopio Electrónico de Transmisión marca FEI modelo TITAN 80 kV – 300 kV con aberración esférica  $C_s = 1.25$  mm, Figura 23. Las imágenes por MET fueron obtenidas mediante el uso de una cámara digital acoplada al microscopio (CCD) Ceta 16M con un sensor de 4096 x 4096 CMOS – Pixeles: 14 x 14  $\mu\text{m}^2$ , de marca ThermoFisher, con una resolución de 16 K. Las condiciones de operación fueron: vacío en la columna =  $1.75 \times 10^{-7}$  mbar,  $T = 25$  °C, voltaje de extracción 300 kV, aberracion esferica  $C_s = 1.25$  mm.



**Figura 23.** Microscopio electrónico de transmisión marca FEI modelo TITAN 80 – 300 kV.

Para realizar los experimentos *in-situ* de calentamiento dentro del MET, es necesario tener los accesorios básicos tal como un soporte especial llamado holder de calentamiento, un controlador y un E-chip MEMS, un portamuestras (holder) especial, un controlador y un E-chip MEMS, Figura 24. Una vez que se ha depositado el microchip (con la lamela) en el portamuestra (holder) se revisa que este bien conectado para colocar el holder en el MET y fijar las condiciones de prueba en el sistema de calentamiento, para cada tratamiento térmico según sea el caso de cada experimento.

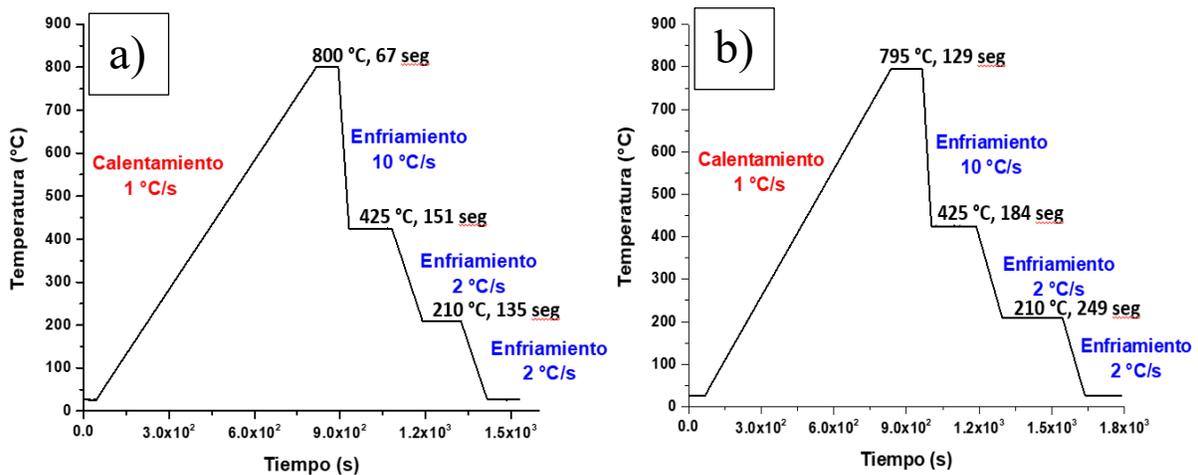


**Figura 24.** Accesorios para realizar experimentos de calentamiento en un microscopio electrónico de transmisión. (a) Holder marca FEI modelo NanoExTm-i/v, (b) Controlador de calentamiento.

#### **2.3.4.1. CALENTAMIENTO *IN-SITU* EN EL MET**

Una vez colocada la lamela en el microchip MEMS se procedió con el calentamiento de las lamelas, para ello se utilizó un portamuestras marca FEI modelo NanoExTm-i/v y un controlador de calentamiento y polarización. Los ciclos térmicos para los experimentos en el MET fueron diseñados a partir del ciclo propuesto en la Figura 12. Durante ese ciclo se adquirieron patrones de difracción de área selecta (SAED, por sus siglas en el idioma inglés) a diferentes temperaturas y tiempos, para identificar las fases presentes en el acero durante el ciclo térmico (calentamiento-enfriamiento).

La temperatura y la velocidad de calentamiento fue registrada en un dispositivo externo al MET nombrado “Controlador” (Heating and biasing Controller) el cual registró una velocidad de calentamiento constante de 1 °C/s desde 25 hasta 800 °C, ahí se mantuvo la lamela durante 60 segundos aproximadamente, enseguida se llevó a un enfriamiento con una velocidad de 10 °C/s hasta 425 °C dejando la lamela en un tratamiento isotérmico aproximadamente de 120 segundos, posteriormente se enfrió la muestra a una velocidad de 2°C/s hasta 210 °C y se realizó otro tratamiento isotérmico durante 120 segundos y finalmente se enfrió hasta 26 °C, como se muestra en la Figura 25 (a).



**Figura 25.** Ciclos térmicos para los experimentos in-situ en el MET: (a) Ciclo térmico número 1, (b) Ciclo térmico número 2.

De manera complementaria, y para obtener resultados confiables, se realizó otro ciclo térmico similar, pero aumentando el tiempo de permanencia en cada una de las temperaturas, como se muestra en la Figura 25 (b). Los patrones SAED fueron analizados e indexados mediante una transformación a perfiles lineales, estos perfiles lineales se pueden expresar en función de la intensidad (eje y) y el espacio recíproco (1/nm en el eje x) o bien en función de  $2\theta$  (eje x) lo que permite correlacionar la información con un difractograma de difracción de rayos X [22] o a través de cartas cristalográficas [23], por lo tanto, esto permite tener un mejor

análisis, comprensión e identificación de las fases presentes durante el calentamiento o bien durante los tratamientos isotérmicos.

Es bien conocido que los cambios en las curvas de dilatación pueden asociarse con cambios microestructurales tales como la recristalización, precipitación, disolución y transformaciones de fase, sin embargo, los análisis *in-situ* mediante microscopía electrónica de transmisión permitirán con certeza establecer el tipo de fenómeno que tuvo lugar durante el tratamiento térmico. Estas dos técnicas en conjunto, pueden permitir tener un mejor entendimiento de los cambios microestructurales que ocurren durante los ciclos térmicos que simulan líneas recocido y galvanizado continuo, lo cual puede usarse con ventaja para el desarrollo de aceros multifásicos.

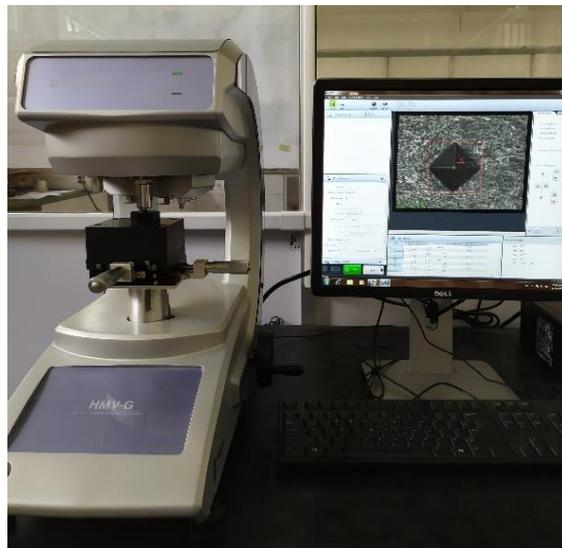
## **2.4 PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO EXPERIMENTAL**

Para establecer la correlación existente entre la variable de la deformación en frío, el tratamiento térmico, la microestructura y las propiedades mecánicas en el acero experimental, se realizaron ensayos de tensión uniaxial y mediciones de microdureza.

### **2.4.1 MICRODUREZA DE LOS ACEROS LAMINADOS EN CALIENTE Y EN FRÍO ANTES Y DESPUÉS DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS**

Las mediciones de microdureza se realizaron en un microdurómetro semiautomático Shimadzu HMVG (Figura 26), con base en los procedimientos de la norma ASTM E-384 [24]. Las muestras fueron preparadas mediante técnicas convencionales de metalografía para obtener superficies planas y paralelas. Se realizaron 15 mediciones por muestra empleando un indentador de diamante con punta piramidal (ensayo de dureza Vickers). El valor de dureza para los aceros laminados en caliente y en frío se midió digitalmente haciendo coincidir los lados de

un cuadrado con los vértices de la huella como se muestra en la Figura 26. El valor reportado de la dureza es el promedio obtenido de las 15 mediciones. Durante las mediciones se utilizó una carga aplicada de 4.903 N y un tiempo de carga de 15 s. Esta técnica se empleó para determinar la capacidad de endurecimiento o ablandamiento del acero como resultado del laminado en frío y los tratamientos térmicos.

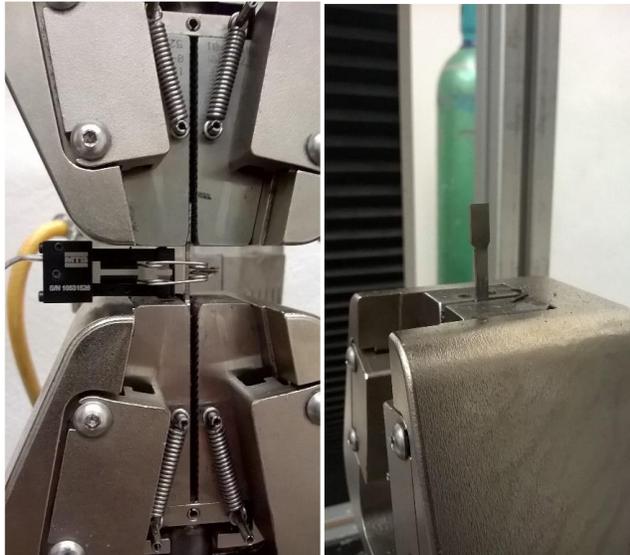


*Figura 26. Microdurómetro semiautomático Schimadzu HMVG.*

#### **2.4.2 ENSAYOS DE TENSIÓN UNIAXIAL DE LOS ACEROS LAMINADOS EN CALIENTE Y EN FRÍO ANTES Y DESPUÉS DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS**

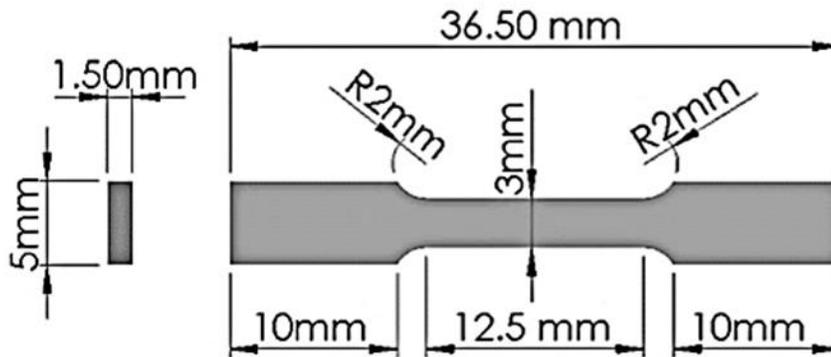
Las pruebas de tensión uniaxial se efectuaron con base en los procedimientos de la norma ASTM E-8 [25] en una máquina universal de ensayos mecánicos MTS 810. La resistencia a la cedencia, resistencia a la tracción (UTS, por sus siglas en inglés)

fueron evaluadas a partir de las curvas esfuerzo vs. deformación obtenidas con ayuda de un extensómetro MTS QTEST/100 de 5 mm de longitud calibrada, Figura 27, y un sistema de adquisición de datos. La resistencia a la cedencia se determinó trazando una línea paralela a la zona elástica a una deformación del 0.2% [26].



**Figura 27.** Extensómetro donde se realizaron las pruebas de tensión uniaxial.

Mientras que la resistencia a la tracción se determinó dividiendo el esfuerzo máximo, registrado en las curvas esfuerzo contra deformación, entre el área transversal inicial de la probeta ( $\sigma_{\text{máx}}/A_0$ ). Las probetas empleadas fueron de tipo “miniatura” maquinadas a escala de la probeta estándar establecida en la norma ASTM E-8 [25] (Figura 28).



**Figura 28.** Dimensiones de la probeta miniatura empleadas en los ensayos de tensión uniaxial.

La elongación a fractura se determinó a partir de la variación en las marcas que establecían la longitud calibrada (12.5 mm). Después de aplicar la carga hasta la fractura, se mide la distancia entre las marcas de la longitud calibrada para determinar la longitud final ( $l_f$ ) de la probeta. Con estos datos se procede a calcular el porcentaje de deformación a fractura mediante la siguiente formula:

$$E_f = \frac{l_f - l_0}{l_0} * 100$$

Ecuación 1

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DEL ESTUDIO *IN-SITU* DE LAS TRANSFORMACIONES DE FASE, Y DE LOS CAMBIOS EN LA MICROESTRUCTURA Y EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS CAUSADAS POR LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA

En esta sección se discuten los resultados obtenidos de los análisis mediante el *software* JMatPro y los estudio *in-situ* de MET y Dilatometría, y se realiza una correlación entre las propiedades mecánicas y la microestructura.

#### 3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO EXPERIMENTAL Y CAMBIOS DE FASE EN ENFRIAMIENTO CONTINUO

En la Tabla 8 se muestra la composición química del acero experimental, la cual, fue bastante cercana a la composición química del acero reportado por A. López [6].

**Tabla 8.** Composición química del acero experimental.

Elemento	% peso
C	0.153 ± 0.003
Si	0.608 ± 0.003
Mn	1.6500 ± 0.0001
P	0.0100 ± 0.0005
S	0.006 ± 0.001
Cr	0.510 ± 0.003
Mo	0.322 ± 0.005
Ni	0.414 ± 0.001
Cu	0.260 ± 0.003
Nb	0.0320 ± 0.0005
Ti	0.0030 ± 0.0002
V	0.0020 ± 0.0006
W	0.0020 ± 0.0005

Puede observarse que el acero experimental se caracteriza por un bajo contenido de carbono (C). El C es un elemento de carácter gammágeno (estabilizador de la austenita), de tipo intersticial, por lo que puede endurecer al acero con cantidades muy pequeñas [6][27]. Es un elemento formador de carburos, por lo que, combinado con otros elementos como Nb, Ti, Cr (entre otros), permite la formación de carburos, los cuales mejoran la resistencia del acero [6]. El carbono causa un deterioro en la soldabilidad del acero y, por lo tanto, se recomienda tener bajos contenidos de este elemento para poder garantizar una buena soldabilidad. El enriquecimiento de austenita en carbono es un aspecto importante para la retención de dicha fase a temperatura ambiente, debido a esto, es necesario tener un control adecuado de dicho elemento [6][27].

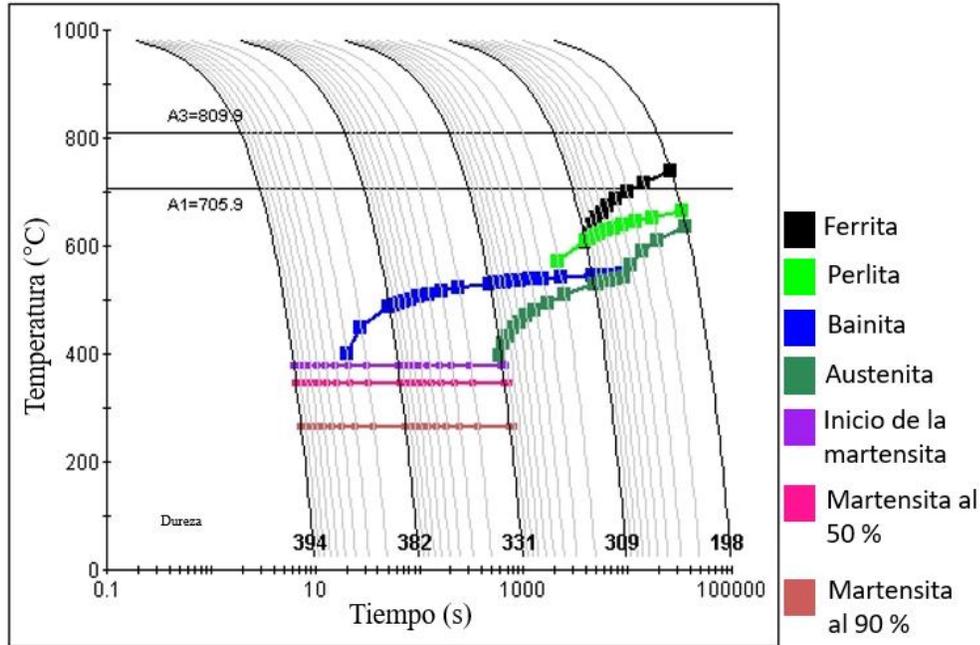
El Mn y el Si también ayudan a controlar y a estabilizar a la austenita retenida, entre otros aspectos. Por ejemplo, el Si permite que el C se difunda en la austenita retenida y retarda la formación de carburos durante la formación de la bainita [6]. Sin embargo, el Si suele interferir en el proceso de galvanizado ya que propicia la formación de óxidos, los cuales, evitan una adecuada adherencia del recubrimiento, por esta razón, el contenido de este elemento se mantuvo bajo (menor a 1.5 %) [6]. Por otra parte, el manganeso además de estabilizar a la austenita también controla la formación de la martensita. Ambos elementos, Mn y Si, contribuyen al endurecimiento del material por solución sólida [6].

Los elementos microaleantes (menor a 0.1 % en peso) Nb, Ti, V, W, S y P son formadores de carburos, nitruros y carbonitruros y sus efectos combinados se ven reflejados tanto en la microestructura como en el comportamiento mecánico de los aceros. De los elementos microaleantes presentes en el acero experimental, el vanadio es uno de los más interesantes, debido a que aún en cantidades menores que 0.1 % tiene la capacidad de endurecer la matriz del acero por precipitación a temperaturas más bajas de lo que lo hacen el resto de los microaleantes. Así mismo, el vanadio controla tanto el tamaño de la bainita como la presencia de los carburos [6]. Otros microaleantes a destacar son el niobio, cobre y el titanio, pues ambos

afectan tanto la precipitación como el refinamiento de los granos de la ferrita y de la austenita retenida [6].

En general, la composición química del acero obtenido en este trabajo es similar a la composición del acero reportado por A. López [6], sin embargo, es importante señalar que existen pequeñas variaciones en las cantidades y en los elementos utilizados: C (0.153 % contra 0.140 %), Mn (1.65 % contra 1.72 %), Si (0.608% contra 0.610 %). La suma del resto de los elementos (P, S, Cu, Cr, W, Ni, Mo, Ti, Nb y V) en el acero fabricado por A. López fue de alrededor de 2.8 %, mientras que en el acero del presente trabajo fue de alrededor de 2.2 %.

Para tener una aproximación respecto a la descomposición de austenita en condiciones de enfriamiento continuo, se realizó el cálculo de un diagrama CCT, primeramente, utilizando la composición química reportada por A. López [6]. Una vez que se observó que la composición química permitía obtener aceros multifásicos mediante ciclos térmicos similares a los empleados en una LRGC, se procedió con el acero experimental. Después de determinar la composición química del acero experimental, se recalculó el diagrama con el fin de tener un mejor entendimiento de las transformaciones de fase en el acero investigado. La Figura 29, muestra el diagrama CCT, calculado con el *software* JMatPro, utilizando con la composición química del acero experimental, Tabla 8.



**Figura 29.** Diagrama CCT obtenido para el acero experimental con la composición química de la Tabla 10.

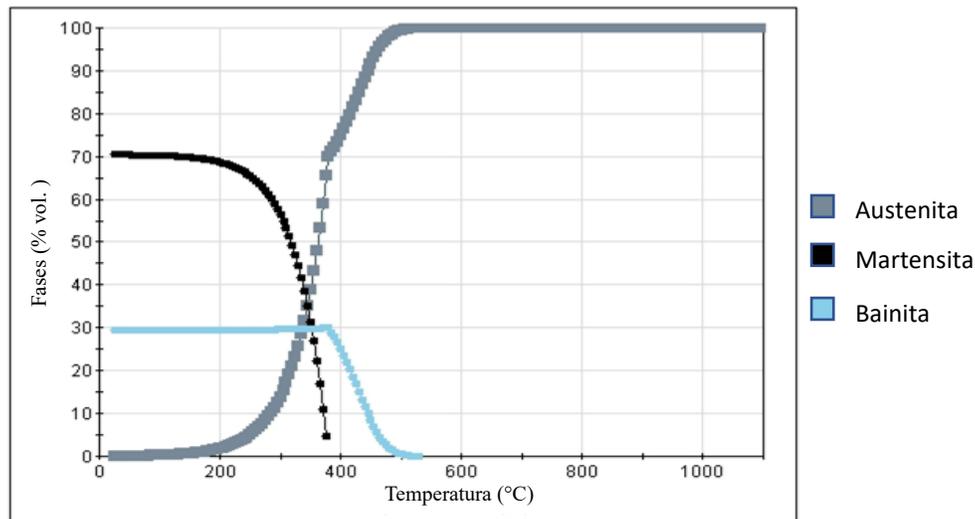
Trabajos previos han demostrado que este programa puede predecir con buena aceptación las propiedades de diferentes materiales [6] [18]. El diagrama ha sido calculado desde una temperatura por encima de la temperatura crítica  $A_{c3}$ ; es decir, en una temperatura donde la austenita es la única fase presente. Cada curva negra en el diagrama (a partir de  $1000^{\circ}\text{C}$ ) representa una velocidad de enfriamiento cuyo valor va disminuyendo de izquierda a derecha en cantidades logarítmicas (de izquierda a derecha son:  $100^{\circ}\text{C/s}$ ,  $10^{\circ}\text{C/s}$ ,  $1^{\circ}\text{C/s}$ ,  $0.1^{\circ}\text{C/s}$  y  $0.01^{\circ}\text{C/s}$ ), mientras que las curvas grises corresponden a velocidades de enfriamiento intermedias a las mencionadas anteriormente.

Las líneas de color negro, verde y azul, representan las curvas de transformación de ferrita, perlita y bainita, respectivamente; mientras que las líneas morada, magenta y rosa representan el inicio, 50 % y 90 % de la transformación martensítica respectivamente. La composición química propuesta experimentalmente provoca

que las curvas de ferrita (fase blanda) y perlita (fase blanda y dúctil) se encuentren a la derecha, mientras que las fases de bainita y martensita están posicionadas más a la izquierda, dentro del alcance de las velocidades de enfriamiento de 100 °C/s y 10 °C/s. El acero experimental después del laminado en caliente fue enfriado con aire a temperatura ambiente, por lo tanto, si se toma en cuenta que la velocidad de enfriamiento en aire es de aproximadamente 1 °C/s -10 °C/s [28], entonces, según el diagrama CCT, la fase inicial de austenita del acero experimental se transformará a bainita durante el enfriamiento a una temperatura de aproximadamente 540 °C. Siguiendo la curva de enfriamiento, se puede observar que para una temperatura aproximada de 390 °C, la austenita se transforma a martensita, y la transformación avanza conforme la temperatura disminuye; alcanzando un 50 % de dicha transformación alrededor de 350 °C y un 90 % de transformación alrededor de 250 °C.

Las temperaturas de transformación de la martensita indican que dicha transformación es muy rápida, teniendo lugar con un  $\Delta T = 140$  °C en un tiempo muy corto (alrededor de 2 s). Es bien conocido que el mecanismo de la formación de la martensita es de tipo adifusional, es decir que ocurre sin difusión del carbono [3]. Lo cual es consistente con el tiempo tan corto requerido para su transformación.

La Figura 30 muestra los resultados del cálculo de la fracción de fases en función de la temperatura, considerando la composición química del acero experimental y una velocidad de enfriamiento de 10 °C/s. Como se puede observar, la austenita comienza a transformarse en bainita alrededor de 540 °C, y la transformación continua hasta aproximadamente 390 °C, obteniéndose una fracción de bainita del 30 %. A temperaturas por debajo de 390 °C, la austenita se transforma a martensita y dicha transformación avanza con la disminución en la temperatura. A temperatura ambiente, las fases que constituyen la microestructura del acero de acuerdo con el cálculo del programa JMatPro son: 69 % de martensita + 30 % de bainita y 1 % de austenita retenida.



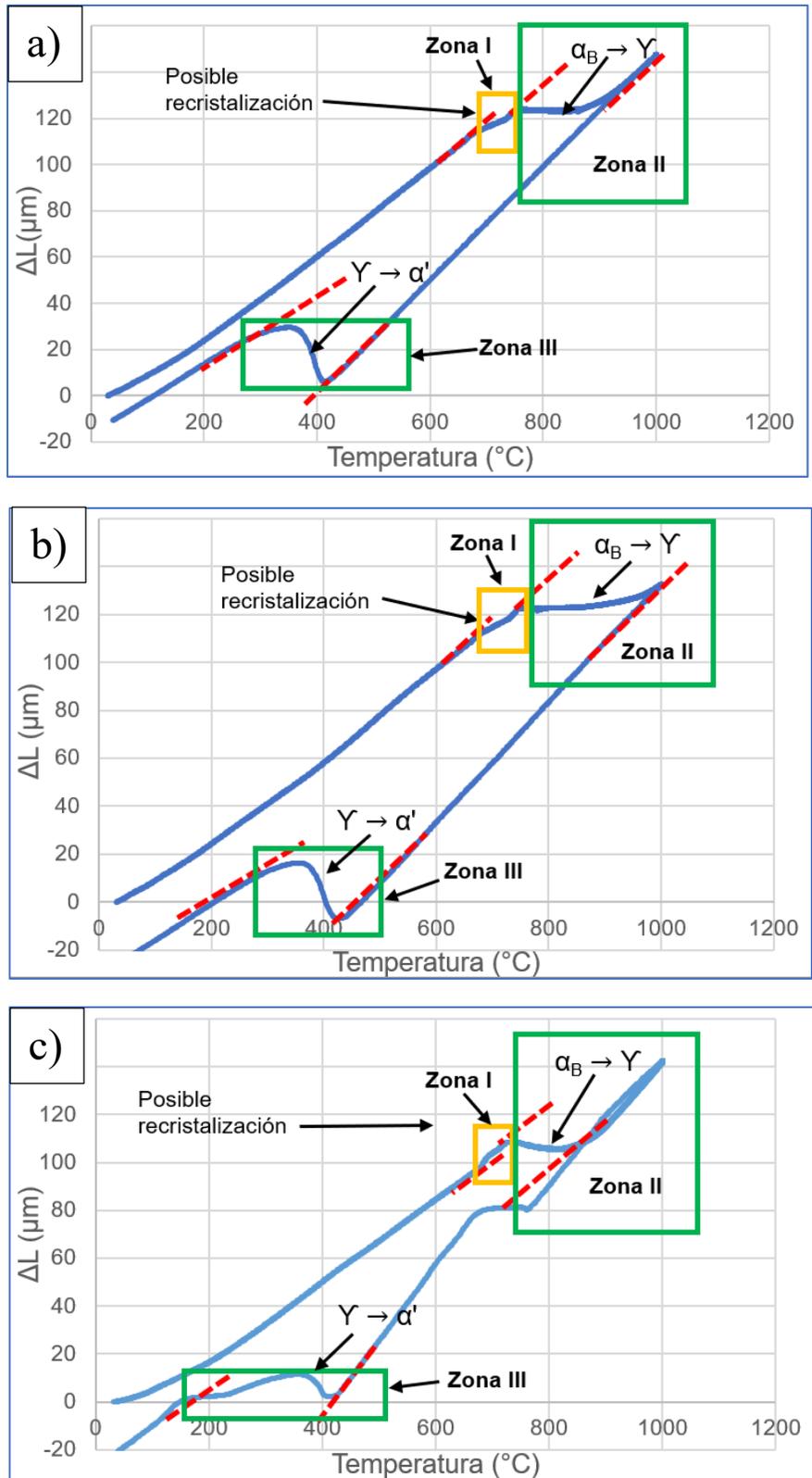
**Figura 30.** Efecto de la temperatura en la fracción de fases en el acero experimental.

En primera instancia, los resultados obtenidos con el programa permiten concluir que es posible obtener aceros bainítico-martensíticos a velocidades de enfriamiento entre 1 °C/s y 10 °C/s. Sin embargo, también abren la posibilidad para la obtención de aceros multifásicos. En este sentido, de acuerdo con el diagrama CCT, el calentamiento a temperaturas entre 705.9 °C y 809.9 °C (etapa de recocido), permite la coexistencia de ferrita y austenita; durante el tratamiento isotérmico bainítico, la austenita puede transformarse en bainita, y durante el enfriamiento final, la austenita remanente puede transformarse en martensita e incluso existe la posibilidad de que una pequeña cantidad de austenita pueda retenerse a temperatura ambiente. De esta forma, será posible la obtención de aceros multifásicos bajo condiciones que simulen un proceso de recocido y galvanizado continuo. Sin embargo, es importante mencionar que una de las limitaciones del *software*, es que no considera la magnitud de la deformación plástica como valor de entrada para el cálculo de los diagramas presentados previamente. Es bien conocido que, durante la deformación en frío, parte de la energía mecánica se pierde en forma de calor, pero otra parte se queda almacenada en el material en forma de defectos cristalinos (por ejemplo, dislocaciones). Entre mayor es el grado

de deformación plástica, mayor es la cantidad de energía almacenada [7][8][9]. Esta energía representa la fuerza impulsora para la recristalización y la transformación de fase de ferrita a austenita [8]. Por lo tanto, para la obtención de láminas delgadas de aceros multifásicos en líneas de procesamiento industriales, es importante investigar los efectos de la deformación plástica sobre los cambios de fase a alta temperatura, y la microestructura y propiedades resultantes en el producto final, para poder evaluar la factibilidad de producir estos aceros bajo tales condiciones. Otra observación importante en el diagrama CCT, mostrado en la Figura 29, es la disminución de la microdureza al disminuir la velocidad de enfriamiento. Como se puede observar, para un enfriamiento de 100 °C/s, la dureza es 394 HV y disminuye hasta 198 HV para una velocidad de enfriamiento de 0.01 °C/s. La disminución en la dureza al disminuir la velocidad de enfriamiento está relacionada con la variación en el tipo y la cantidad de las fases. Por ejemplo, a 100 °C/s el producto de la transformación es martensita, fase dura en el acero; sin embargo, con una velocidad de enfriamiento de 10 °C/s a 1 °C/s se puede obtener una mezcla de bainita y martensita, y para las velocidades de enfriamiento más lentas, entre 0.1 °C/s y 0.01 °C/s, es posible obtener una mezcla de ferrita (fase suave) y perlita mayoritariamente. Estas variaciones en el tipo y cantidad de fases finalmente determinan la dureza del material.

### **3.2 ANÁLISIS *IN-SITU* DE TRANSFORMACIONES DE FASE MEDIANTE DILATOMETRÍA OBTENIDO DURANTE LOS CICLOS TÉRMICOS APLICADOS.**

En la Figura 31 (a), Figura 31 (b) y Figura 31 (c) se muestran las curvas de dilatación durante el calentamiento y el enfriamiento continuo de los aceros laminados en frío (LF) con espesores de 2.27 mm (25%), 1.75mm (40%) y 1.22mm (60%), respectivamente.



**Figura 31.** Curvas de dilatación obtenidas en función de la deformación plástica: a) 2.27 mm (25%), b) 1.75mm (40%) y c) 1.22mm (60%).

Cuando el acero se calienta o se enfría de manera continua, ocurre la expansión o contracción del mismo, respectivamente. Estos cambios ocurren de manera proporcional con la temperatura y se manifiestan como un cambio lineal en la curva de dilatación. Sin embargo, cuando algún cambio microestructural tiene lugar durante dicho calentamiento o enfriamiento, las pendientes de la curva cambian. En las Figura 31 (a), 31 (b) y 31 (c) se muestran los distintos cambios que ocurrieron durante el calentamiento y enfriamiento continuo de los aceros con distinta deformación plástica.

Esta identificación se realizó considerando la secuencia de las transformaciones de fase que se indican en el diagrama CCT y a partir de los resultados reportados en la literatura por otros investigadores. Un comportamiento lineal se observa al inicio del calentamiento hasta las temperaturas de 670 °C, 676 °C y 682 °C para las muestras con laminado en frío de 2.27 mm (25 %), 1.75 mm (40%) y 1.22 mm (60 %), respectivamente. Dicho cambio permanece hasta aproximadamente 750 °C para LF de 2.27 mm, 740 °C para LF de 1.75 mm y 716 °C para LF de 1.22 mm (zona I). Algunos autores han reportado que este cambio puede estar relacionado con la recristalización del acero [30][31][32]. Por lo tanto, la disminución de esta temperatura indica que, el incremento en la deformación causa un aumento en la energía almacenada, la cual representa fuerza impulsora y, por consiguiente, acelera dicho proceso. Por arriba de estas temperaturas, el comportamiento entre  $\Delta L$  y la temperatura vuelve a ser lineal.

Posteriormente, las curvas sufren un segundo cambio de pendiente, pero esta vez el cambio se caracteriza por una contracción, la cual ha sido relacionada con la formación de austenita (zona II) [33]. En esta etapa, la fracción en volumen de austenita incrementa con el aumento en la temperatura hasta que nuevamente se observa un comportamiento lineal. A partir de este punto, la austenita es la única fase presente en el acero. Los puntos críticos para identificar las temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento y enfriamiento continuo. Las temperaturas  $A_{c1}$  (temperatura de inicio de la transformación austenítica) y  $A_{c3}$  (temperatura a partir de la cual la fase estable es la austenita) y la temperatura

requerida para obtener 50% de austenita en función de la deformación plástica se muestran en la Tabla 9.

**Tabla 9.** Temperaturas críticas de transformación de fase y temperatura requerida para obtener 50% austenita, determinadas en calentamiento continuo en función de la deformación plástica.

Espesor (% reducción en espesor)	$A_{C1}$ (°C)	$A_{C3}$ (°C)	50 % de bainita y 50% de austenita (°C)
2.27 mm (25 %)	752	970	838 °C
1.75 mm (40 %)	745	986	854.2 °C
1.22 mm (60 %)	732	900	795 °C

Como se puede observar, la temperatura  $A_{C1}$ , disminuye con el aumento en el grado de deformación plástica. La temperatura  $A_{C3}$  y la temperatura requerida para obtener 50 % austenita, incrementan al aumentar el grado de reducción en espesor del 25 al 40 %, sin embargo, estas temperaturas disminuyen para reducciones en espesor adicionales (60 %). Esto significa que el rango intercrítico ( $A_{C1} < T < A_{C3}$ ) aumenta con el incremento en la deformación del 25 % al 40 %, y disminuye con el aumento en la deformación plástica a 60 %: 218°C, 241°C y 168°C, respectivamente. Este comportamiento pudiera estar asociado con los cambios en la redistribución del carbono durante la transformación de fase. De acuerdo al diagrama Fe-C, el campo bifásico tiene un comportamiento similar en función del contenido de C; bajos contenidos resultan en un rango bifásico pequeño, al aumentar el contenido de C el rango bifásico es mayor, aunque solo hasta cierta concentración, pues por encima de esa concentración crítica, el rango bifásico vuelve a reducirse [29].

Este comportamiento puede afectar la cantidad de austenita de las muestras laminadas en frío cuando sean sometidas al ciclo térmico propuesto. De acuerdo al diagrama del acero CCT calculado con la composición química del acero experimental, las temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento continuo fueron 705.9 °C y 809.0°C, para  $A_{C1}$  y  $A_{C3}$ , respectivamente. Sin embargo, como se observa en la Tabla 9, las temperaturas fueron en general mayores, lo cual indica que la transformación de fase austenítica en el acero experimental, ocurre a

temperaturas más altas que lo que sugiere el diagrama; y, además, a mayor deformación plástica, dicha transformación, inicia más rápido. La temperatura  $A_{C3}$  también fue mayor que la calculada con el diagrama, lo cual sugiere que el rango bifásico en el acero experimental, es más grande que el calculado con el *software*. Este resultado indica que la región en la cual se pueden obtener ferrita y austenita simultáneamente, es mayor, lo cual facilita la primera etapa requerida para la obtención de aceros multifásicos.

La reducción en la temperatura  $A_{C1}$  con el aumento en la deformación plástica puede atribuirse a la presencia de una mayor cantidad de defectos producidos durante la laminación en frío, los cuales representan la fuerza impulsora [7][8][9]. La temperatura  $A_{C3}$  es afectada por la velocidad de calentamiento, aunque en este caso, dicho parámetro se mantuvo constante. Por lo que aparentemente, el efecto causado en la amplitud del rango bifásico es afectada por el cambio en el tamaño de grano de las muestras deformadas [7][8][9].

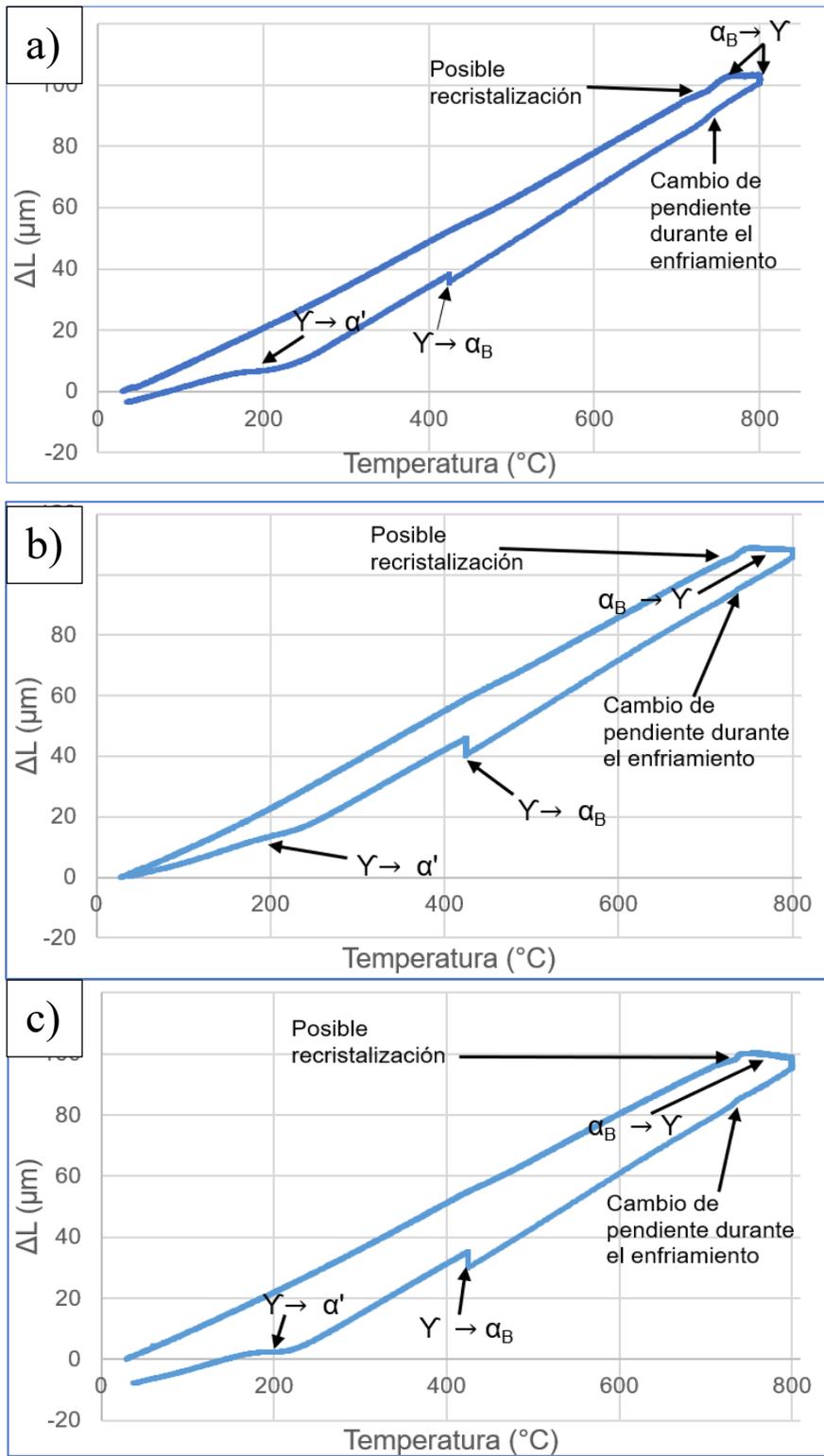
Después del calentamiento las muestras fueron enfriadas a una velocidad de 10 °C/s. La zona III de las curvas dilatométricas (Figura 31) muestra que ocurrió una expansión del acero durante el enfriamiento continuo. En este caso, se ha reportado que dicho cambio este asociado con el cambio de volumen que ocurre cuando la austenita transforma a martensita, por lo que los cambios en dicha curva, son asociados con el inicio ( $M_s$ ) y el final ( $M_f$ ) de la transformación de fase martensítica [3][34][35].

La Tabla 10 muestra el cambio de las temperaturas  $M_s$  y  $M_f$  con la deformación plástica. Se observa que estas temperaturas disminuyen con el aumento en la deformación plástica. En general, la disminución de dichas temperaturas, ha sido asociada en otros trabajos con un enriquecimiento de austenita durante el ciclo térmico [36][37][38], por lo que los resultados obtenidos sugieren que la deformación plástica en el acero experimental favorece el enriquecimiento de carbono en la austenita durante el tratamiento térmico, puesto que este fenómeno aumenta la estabilidad de la austenita, y hace más difícil la transformación martensítica [36][37][38], desplazando los valores de dichas temperaturas a valores más bajos.

**Tabla 10.** Temperaturas críticas de transformación de fase, determinadas en enfriamiento continuo en función de la deformación plástica.

<b>Espesor</b>	<b><math>M_s</math></b>	<b><math>M_f</math></b>
<b>2.27 mm</b>	425 °C	270 °C
<b>1.75 mm</b>	422 °C	271 °C
<b>1.22 mm</b>	418 °C	128 °C

Con base a los resultados obtenidos mediante Dilatometría, se establecieron las condiciones del tratamiento térmico (Figura 12), buscando obtener aceros multifásicos bajo condiciones que simulen LRGC. Las condiciones empleadas para las etapas de ciclo térmico fueron: 800°C, 30 s (recocido) y 425°C, 120 s (tratamiento isotérmico bainítico) de 425 °C durante 120 s. Las Figuras 32 (a), 32 (b) y 32 (c) muestra las curvas de dilatométricas correspondientes al ciclo propuesto, obtenidas experimentalmente en función de deformación plástica. Se indican los cambios de pendiente observados durante el ciclo térmico: calentamiento, recocido, primer enfriamiento, tratamiento isotérmico y enfriamiento final.



**Figura 32.** Curvas de dilatación obtenidas durante el ciclo térmico propuesto, en función de la deformación plástica: a) 2.27 mm (25%), b) 1.75mm (40%) y c) 1.22mm (60%).

El primer cambio observado durante el calentamiento ha sido atribuido por otros autores a la recristalización o incluso a una posible precipitación [30][31][32]. El segundo cambio (contracción en calentamiento), ocurre como resultado de la formación de austenita ( $\gamma$ ), el cual continua incluso durante el mantenimiento en la etapa de recocido. En el enfriamiento del recocido al tratamiento isotérmico realizado a 425°C, se observa un cambio en la pendiente que podría ser atribuido a la formación de ferrita proeutectoide o incluso bainita o alguna precipitación. Durante el tratamiento isotérmico bainítico, ocurre una expansión, el cual está asociado con la formación de bainita como resultado de la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha_B$ . Posteriormente, durante el enfriamiento final, se observa un cambio adicional, en este caso, la austenita transforma a maertensita ( $\gamma \rightarrow \alpha'$ ).

Al igual que en el calentamiento y enfriamiento continuo realizados en las primeras pruebas, se observó que el primer cambio observado durante el ciclo térmico propuesto, es afectado por la deformación plástica; en el acero laminado a 2.27 mm (25 %), el tiempo requerido dicho cambio fue de aproximadamente 41 s, mientras que para los aceros con espesores de 1.75 mm (40 %) y 1.22 mm (60 %) el tiempo requerido fue de 29 s y 23 s, respectivamente. Los aceros deformados en frío pueden almacenar energía en forma de defectos cristalinos; por lo tanto, es de esperarse que la muestra con el mayor grado de reducción en espesor tenga una mayor cantidad de energía almacenada (fuerza impulsora para que ocurran procesos activados térmicamente) [7][8][9]; por lo tanto, en dicha muestra, tales procesos ocurren más rápido (23 s). En contraste, la muestra con menor deformación plástica tiene una menor energía almacenada, por lo que requiere un mayor tiempo, alrededor de 41 s, para que ocurran dichos procesos.

Algunos autores han investigado el efecto de la deformación plástica sobre la recristalización del acero mediante Dilatometría. Ellos encontraron que el tiempo requerido para la recristalización de un acero es menor conforme la velocidad de calentamiento es mayor [32]. Sin embargo, considerando que, en este estudio, la velocidad de calentamiento es la misma para las tres muestras, la variación en el tiempo requerido para la recristalización puede ser atribuido únicamente al efecto de la deformación plástica y, la cual causa un incremento en la energía almacenada (fuerza impulsora).

La contracción observada durante el recocido (Figuras 32, 33 y 34), ha sido atribuida en otros trabajos, a la descomposición de la microestructura del material deformado en frío (ej. perlita, bainita, martensita), en la cual ocurre un proceso de redistribución de carbono, y la formación de austenita. Dicha transformación ocurre primeramente por la disolución de carburos y posteriormente a partir de límites de grano de ferrita (intercrítica) [39][40][41]. Se ha reportado que la cinética de transformación de la bainita a austenita involucra dos pasos si la velocidad de calentamiento es menor que 5 °C/s; el primer paso es la redistribución de carbono, que se mencionó antes, mientras que el segundo paso está controlado por el proceso de transformación de la bainita restante a austenita, la cual ocurre a través de procesos de nucleación y crecimiento en las fronteras de los granos recristalizados [41][42][43].

El cambio de fase se puede notar muy fácilmente en las curvas gracias a la alteración de la pendiente provocada por una contracción debida a los cambios de volumen entre las fases iniciales y la fase producida por la transformación. La formación de austenita causa una contracción durante el mantenimiento a 800 °C, causando una disminución en  $\Delta L$  para los tres espesores (Figura 32).

La ferrita con estructura BCC transforma en austenita con estructura FCC. Dicho cambio alotrópico es acompañado por un cambio volumétrico en las estructuras cristalinas [29]. El volumen de la celda unitaria de la estructura BCC antes de transformarse es 0.023467 nm<sup>3</sup>, este es el volumen ocupado por dos átomos de hierro, puesto que existen dos átomos por celda unitaria [29]. El volumen de la celda unitaria de la estructura FCC es 0.046307 nm<sup>3</sup>, pero a diferencia de la estructura BCC, éste valor refleja el volumen ocupado por 4 átomos de hierro [29]. Por lo tanto, se deben comparar dos celdas BCC con una sola celda FCC, siendo el cambio porcentual en volumen durante la transformación alrededor de -1.36 %. Este resultado indica que el hierro se contrae 1.36 % después de transformarse [29]. Por lo tanto, la contracción que ocurre durante el recocido intercrítico puede atribuirse al progreso de transformación austenítica. Como se mencionó anteriormente, la temperatura crítica  $A_{C1}$  disminuye con el aumento de la deformación plástica, por lo tanto, es de esperarse que, para las mismas condiciones de tratamiento térmico, la proporción de fases de ferrita y austenita, sea distinta para los diferentes espesores. Lo cual puede aprovecharse con ventaja en trabajos futuros, para promover intencionalmente distintos grados de aceros multifásicos en

función de las condiciones del tratamiento intercrítico, lo anterior, para una deformación plástica determinada. Algunos autores han reportado que la disminución de la temperatura  $A_{C1}$  se relaciona con el incremento en la cantidad de defectos cristalinos originados durante la deformación en frío [7][8][9]. Durante la deformación plástica mediante laminación en frío, parte de la energía mecánica es requerida para la deformación del material, una parte se pierde en forma de calor y el resto queda almacenada en forma de defectos cristalinos [7][8][9]. Esta energía almacenada proporciona la fuerza motriz no solo para la recristalización, como se mencionó anteriormente, sino también para la nucleación de la austenita.

Después del recocido intercrítico, y durante el enfriamiento hacia el tratamiento isotérmico bainítico, se observó un pequeño cambio en las curvas de dilatación (Figuras 32 (a), 32 (b) y 32 (c)). El cual puede ser atribuido a la formación de ferrita proeutectoide o bainita (de manera no isotérmica), como lo han reportado otros autores [44][45][46]. De acuerdo con el diagrama CCT calculado para el acero experimental (Figura 29), la ferrita se encuentra a la derecha del diagrama y la transformación de austenita a ferrita en enfriamiento continuo inicia alrededor de 730 °C para las velocidades de enfriamiento más lentas. Por otra parte, la bainita está más hacia la izquierda del diagrama; la transformación de austenita a bainita ocurre en enfriamiento continuo a temperaturas más bajas (alrededor de 550 °C) pero a velocidades más rápidas. Como se observa en la Figuras 32 (a), 32(b) y 32(c) las temperaturas a las que ocurre dicho cambio, son más similares a las temperaturas a las cuales ocurre la formación de ferrita proeutectoide, sin embargo, en el mismo diagrama se observa que la curva de la ferrita se encuentra muy a la derecha del diagrama.

Como se mencionó anteriormente, el *software* JMatPro no toma en cuenta la magnitud de la deformación plástica para el cálculo de los diagramas CCT, la cual aumenta la energía almacenada favoreciendo la recristalización y promoviendo un tamaño de austenita más pequeño. La disminución en el tamaño de grano de austenita representa una mayor cantidad de límites que sirven para la nucleación de ferrita proeutectoide. Por lo tanto, es posible que la deformación plástica aplicada al acero experimental haya causado un desplazamiento de la curva de la ferrita hacia la izquierda del diagrama y que, por consiguiente, el cambio observado a temperaturas entre 746 °C y 723 °C puede ser atribuido a la formación de ferrita proeutectoide. Autores como D. López y cols. [47], Lee y Cols. [48], y L. Y. Lan y cols. [49]

han reportado que el tamaño de grano que la austenita afecta la cinética de las transformaciones que ocurren durante el enfriamiento (ej. bainita y ferrita), lo cual soporta las observaciones anteriores.

En las Figuras 32 (a), 32(b) y 32(c) se observa que en el TIB hay una expansión que ocurre bajo condiciones isotérmicas (425 °C). La muestra con mayor deformación (60 %), exhiben una mayor expansión que las muestras con menor deformación (25 %).  $\Delta L$  se incrementa conforme el tiempo del TIB aumenta y el efecto es más significativo para el tiempo más largo (120 s). Para un tiempo de TIB determinado, la magnitud del incremento en  $\Delta L$  es más significativa en las muestras con mayor porcentaje de reducción en espesor (60 %). Este resultado indica que, durante el recocido intercrítico, se formó una mayor cantidad de austenita en las muestras con mayor deformación, dando como resultado un mayor cambio de volumen. Este resultado es consistente con la disminución en la temperatura crítica  $Ac_1$ , lo cual sugiere que, bajo las mismas condiciones de tratamiento intercrítico, la cantidad de austenita que pudo formarse fue mayor. Durante el enfriamiento final, se observó un cambio adicional (Figuras 32 (a), 32(b) y 32(c)), el cual está asociado con la transformación martensítica. Estos resultados sugieren que la austenita que no transformó a bainita durante el TIB, transformó a menores temperaturas a martensita. Como se muestra en la Tabla 11, las temperaturas  $M_s$  y  $M_f$ , disminuyen con el incremento en la deformación plástica. Algunos autores como Seok-Jae Lee [36], Dong y cols. [37] y A. García-Junceda [38] reportaron una disminución de la temperatura  $M_s$ , con la disminución en el tamaño de grano austenítico. El refinamiento del grano aumenta la resistencia de la austenita contra el movimiento de la interfaz austenita/martensita y suprime los mecanismos de relajación de la deformación. La disminución de dichas temperaturas también disminuye cuando existe un mayor enriquecimiento de austenita.

De acuerdo a los resultados obtenidos, la muestra con mayor deformación (1.22 mm, 60 %) experimentó una reducción en el tamaño de grano más significativa, en comparación con las muestras de menor deformación (2.27 mm, 25 %), lo cual

puede explicar la disminución de la temperatura de inicio de la transformación martensítica.

**Tabla 11.** Temperaturas críticas de transformación de fase, determinadas en enfriamiento continuo en función de la deformación plástica.

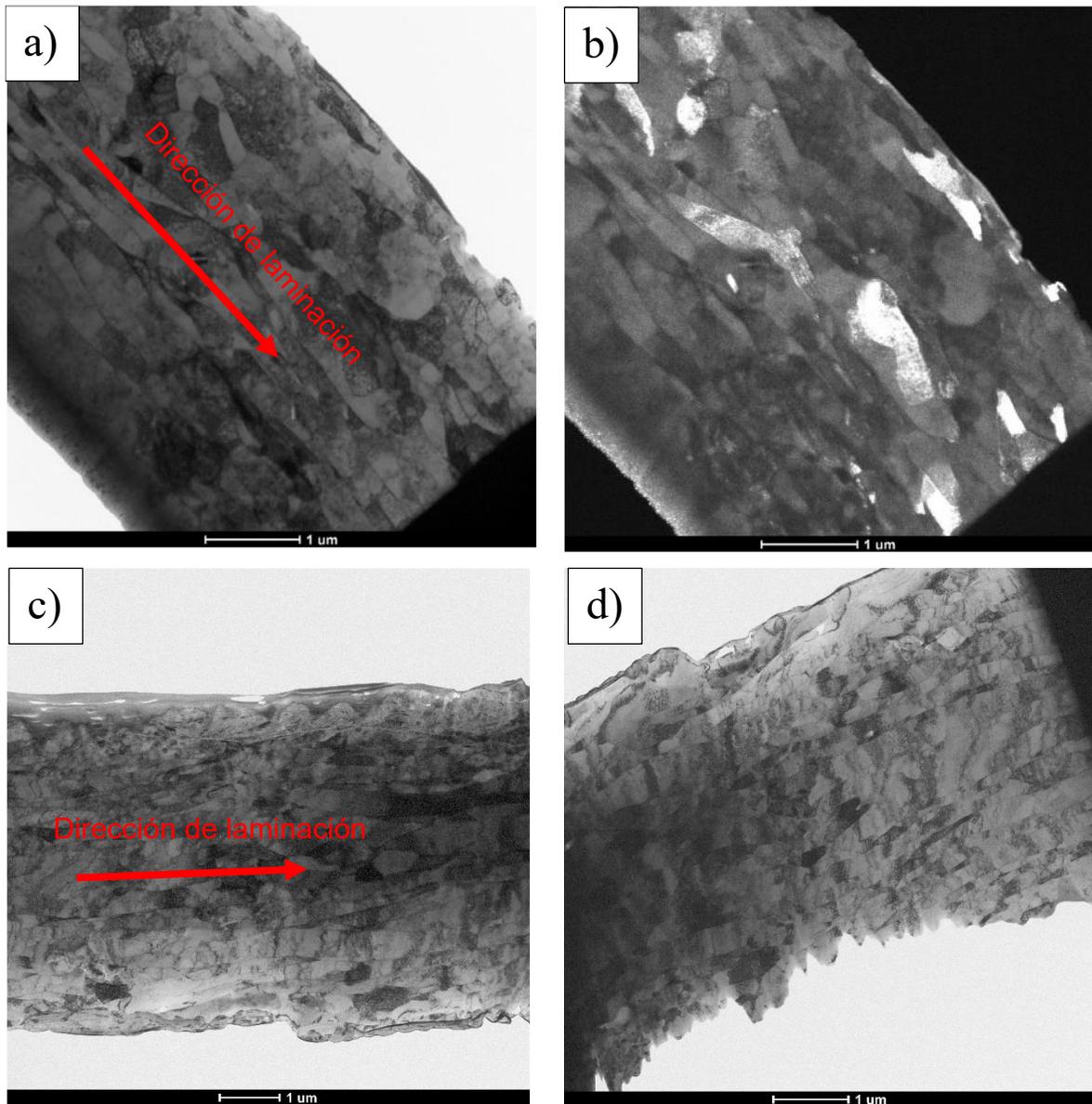
<b>Espesor</b>	<b>M<sub>s</sub></b>	<b>M<sub>f</sub></b>
<b>2.27 mm</b>	266 °C	175
<b>1.75 mm</b>	255 °C	160
<b>1.22 mm</b>	240 °C	140

A partir de los cambios observados *in-situ* mediante Dilatometría, se establecieron las condiciones de temperatura para realizar el análisis *in-situ* mediante TEM. A continuación, se describen y discuten los resultados obtenidos.

### **3.2 ANÁLISIS IN-SITU DE TRANSFORMACIONES DE FASE MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN.**

Para poder evaluar los cambios causados por el tratamiento térmico, primeramente, se caracterizó la microestructura del acero laminado en frío. La Figura 33, muestra imágenes de MET de campo claro (Figura 33 (a), 33 (c), 33(d)) y campo oscuro (Figura 33(b)) obtenidas a partir de dos lamelas distintas del acero con 60 % de reducción en espesor (1.22 mm). Una de las principales diferencias entre el modo de campo claro y el de campo oscuro es qué poblaciones de electrones se utilizan para construir la imagen TEM. La imagen de campo brillante es la imagen más común generada con un TEM. Algunas áreas de la muestra pueden absorber o dispersar electrones y aparecer más oscuras, mientras que otras áreas que transmiten electrones aparecen más brillantes. En la imagen de campo claro, el haz de electrones no dispersos (transmitidos) se selecciona con la apertura y los electrones dispersos se bloquean. Por otro lado, en el modo de campo oscuro, el haz de electrones no dispersos se excluye de la apertura y, en su lugar, se seleccionan los electrones dispersados. Las imágenes de campo claro y campo

oscuro de TEM se pueden utilizar para caracterizar el tamaño y la morfología de la muestra, así como su red cristalina. Las zonas brillantes en las imágenes del modo de campo oscuro pueden representar los dominios de orientación coherentes, los cristales o los planos de red que satisfacen la ley de Bragg [29], como se muestra en la Figura 33 (b).

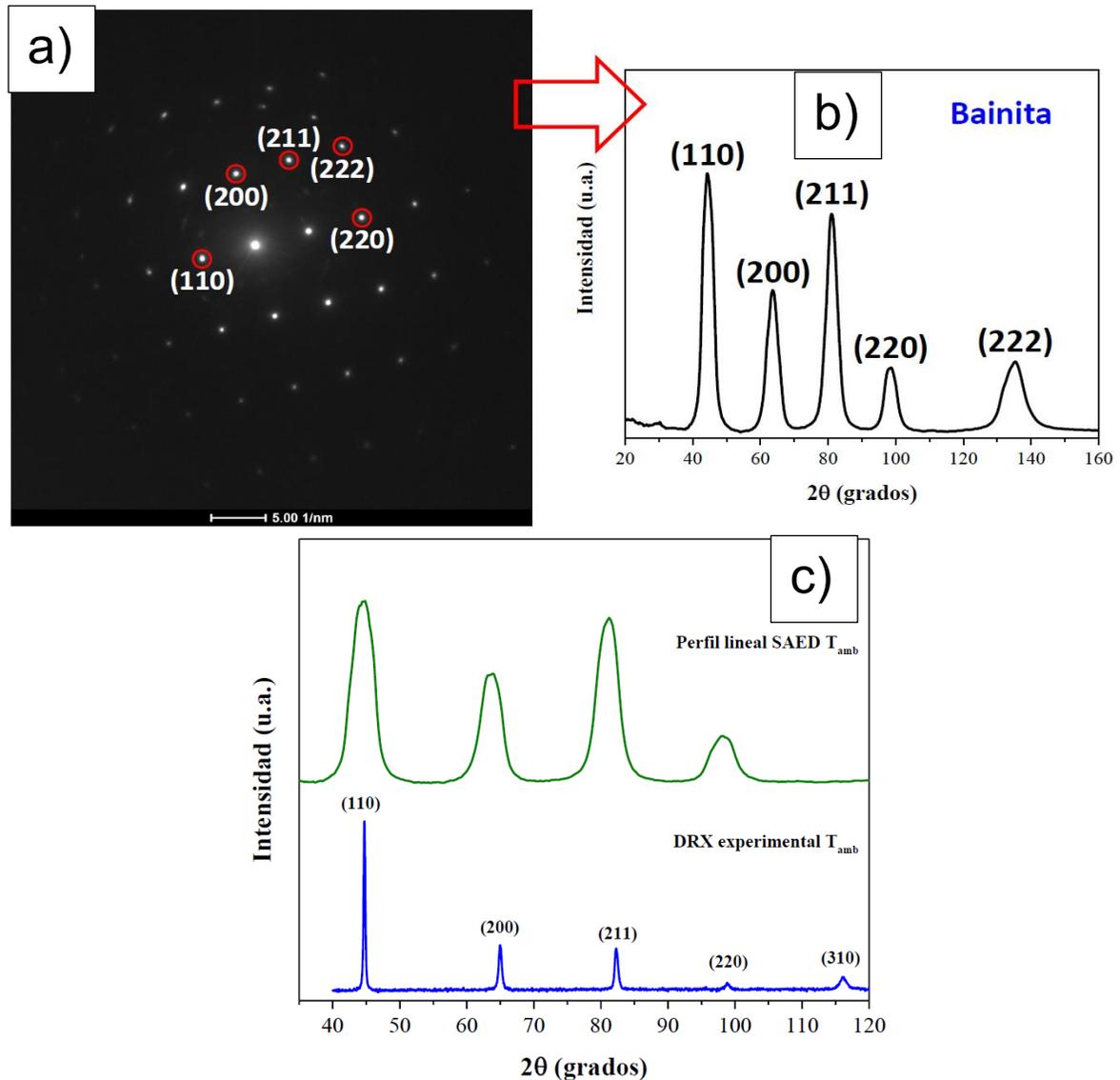


**Figura 33.** Imágenes de diferentes campos claros (a, c y d) y campo oscuro (b), de distintas regiones del material en bulto del acero de espesor de 1.22 mm.

En las imágenes de las Figuras 33a, 33c, 33d, en general, se observan granos deformados alargados en la dirección de laminación de un tamaño uniforme a través del espesor de la lamela. Como se explicó con anterioridad, el material laminado en caliente, mostró la presencia de una mezcla de bainita y martensita, mismas que, después del proceso de laminación en frío, se alargan en la dirección mencionada, lo cual es consistente con la presencia de granos deformados.

Algunos autores reportaron características morfológicas similares y fueron atribuidas a la presencia de bainita superior en aceros de bajo carbono [50][51]. Lo cual es consistente con los resultados obtenidos en el diagrama CCT calculado para el acero experimental, el cual mostró que el acero podría tener tanto martensita como bainita, las cuales únicamente se deforman durante la laminación en frío.

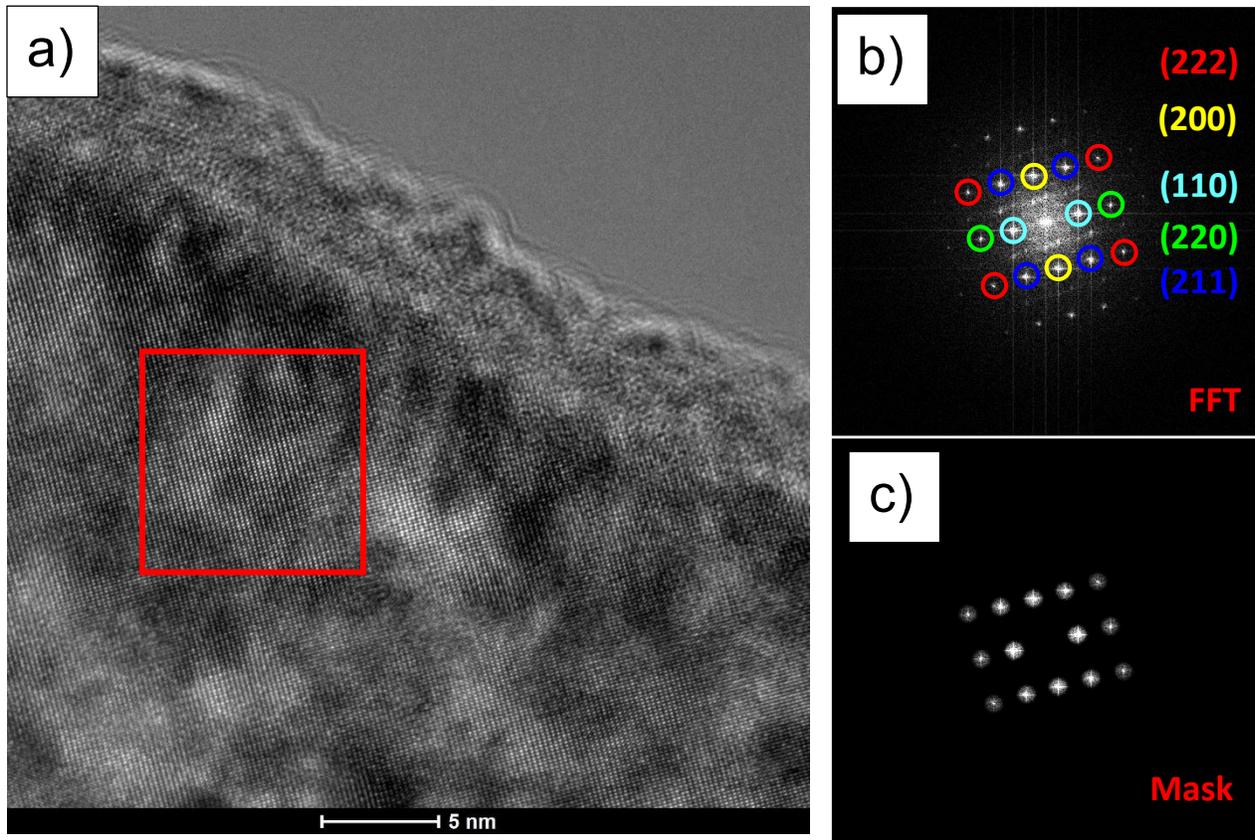
Cuando el haz de electrones se proyecta sobre una muestra, su red cristalina actúa como una rejilla de difracción, dispersando los electrones de manera predecible y dando como resultado un patrón de difracción como el que se muestra en la Figura 34 (a), el cual está constituido por un conjunto de puntos que representan los planos de difracción. A partir de dichos patrones de difracción, se realiza una rápida transformada de Fourier (FFT, por sus siglas en el idioma inglés) y se hace una deconvolución de los datos para convertirlos en un perfil lineal en el espacio recíproco [22], como el que se muestra en la Figura 34 (b). Estos perfiles lineales, pueden entonces ser comparados con los resultados obtenidos mediante difracción de rayos-X, considerando las posiciones atómicas de las posibles fases, tal como se muestra en la Figura 34 (c). Como se puede observar, a partir de los patrones SAED, los perfiles lineales, y los resultados obtenidos mediante DRX, la microestructura de la lamela, se caracteriza principalmente por la presencia de bainita [23].



**Figura 34.** (a) Patrón SAED de la lamela obtenida del acero laminado en frío de 1.22 mm, (b) perfil lineal del patrón SAED del inciso (a) y (c) comparación entre el perfil lineal y el patrón obtenido por difracción de rayos X experimental.

La Figura 35(a) muestra una imagen de alta resolución obtenida por TEM (HRTEM, por sus siglas en el idioma inglés), la cual permite la formación de imágenes de la estructura cristalográfica de una muestra en una escala atómica. Debido a su alta resolución es una herramienta valiosa utilizada para el estudio de estructuras de los

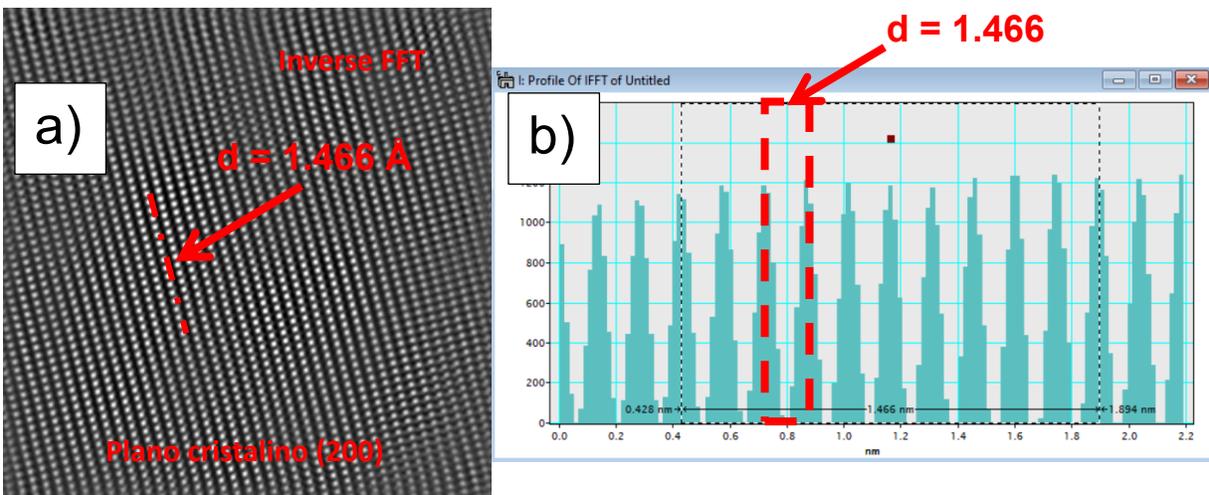
materiales cristalinos como los metales. Se observan las columnas atómicas del plano cristalino (200), cuadro rojo de la Figura 35 (a). Para determinar el espacio interplanar, primeramente, se obtiene la FFT como se muestra en la Figura 35 (b), del cual se toman los puntos (spots) de difracción más intensos ((mask, Figura 35 (c)), a los cuales se les realiza una rápida transformada de Fourier inversa ( $FFT^{-1}$ ).



**Figura 35.** (a) Imagen de HRTEM, (b) FFT del cuadro rojo del inciso (a), y (c) máscara de la FFT.

A partir de dicha transformada, se obtiene una simulación en el espacio real de los planos cristalinos (Figura 36 (a)), a partir de los cuales se determina la distancia interplanar (Figura 36(b)). En la Figura 36(b), cada pico representa un plano, y la distancia entre ellos, es la distancia interplanar. Las distancias interplanares calculadas para las familias de planos {222} color rojo y {211} color azul, {200} color amarillo, {110} color azul claro y {220} color verde, fueron de 0.827 Å, 1.170 Å, 1.466

Å, 2.026 Å y 1.013 Å, respectivamente. Estas familias de planos son propias de una estructura cubica [23][51], la cual se ha reportado para la bainita en aceros de bajo carbono. También se ha reportado que la martensita tiene una estructura cristalina tetragonal centrada en el cuerpo [51], lo cual permite concluir que la fase presente en la lamela del material sin tratamiento térmico es bainita.

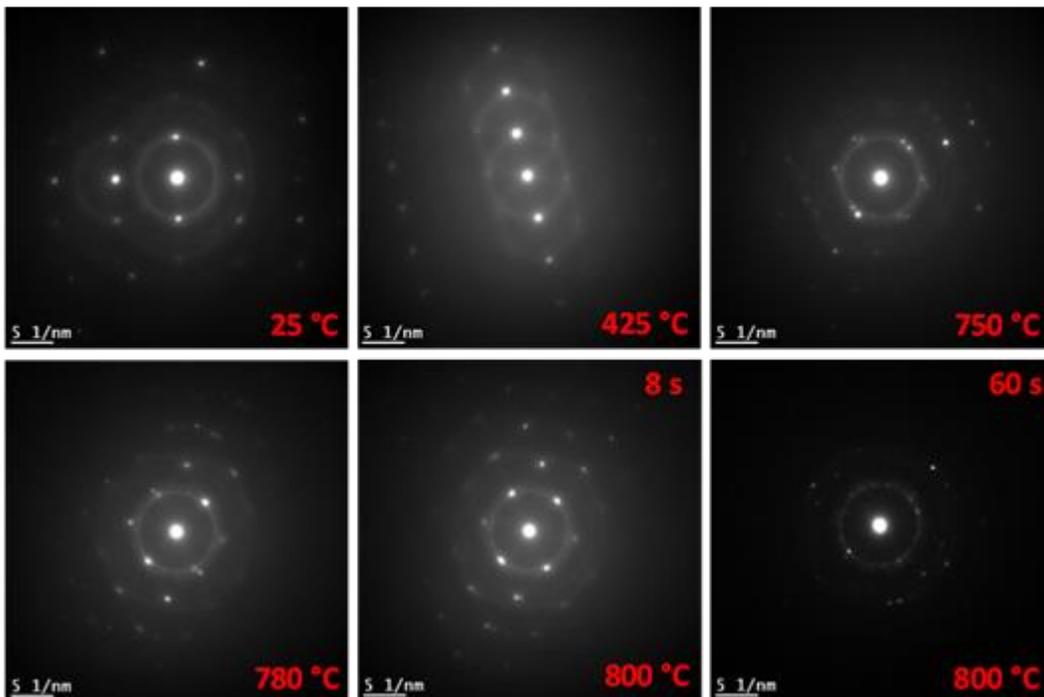


**Figura 36.** (a) Transformada rápida de Fourier inversa y (b) cálculo de la distancia interplanar.

La Figura 37 muestra los patrones SAED obtenidos a las distintas temperaturas durante el ciclo 1 en la muestra con mayor deformación (1.22 mm, 60%), ya que dicha muestra es la de mayor interés para el desarrollo de láminas delgadas de aceros multifásicos. Es claro que existen cambios importantes de las características de los SAED, por ejemplo, los patrones observados en el material de partida, son distintos a los observados a 425 °C. Los patrones SAED observados a temperaturas entre 750°C y 800°C son distintos a los observados a temperaturas más bajas, pero similar entre ellos. A 800°C, pero después de 60 s de tratamiento térmico, los puntos de difracción están más definidos con respecto a los planos correspondientes de la austenita. El cambio observado alrededor de 425°C, puede estar relacionado con el revenido de la martensita presente en el material de partida.

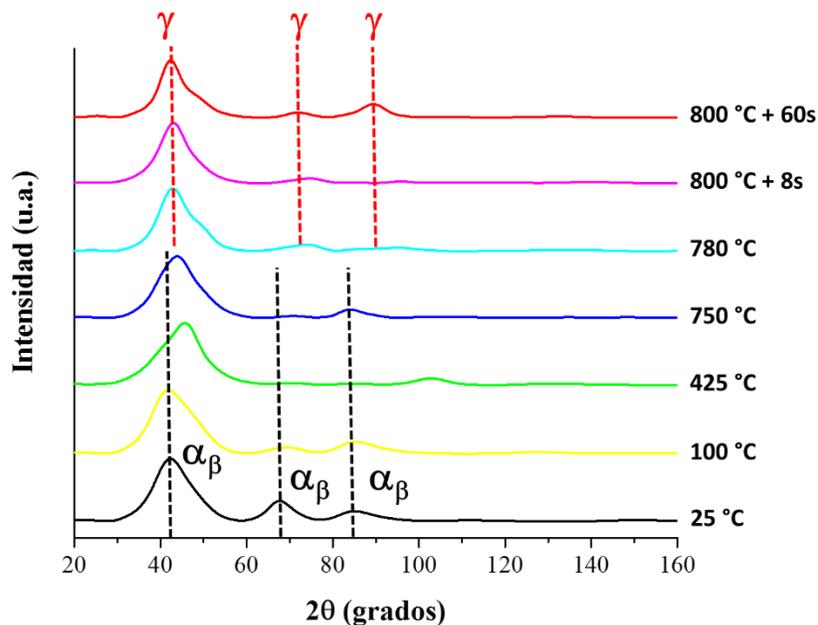
El cambio observado entre temperaturas de 750°C y 800°C, puede ser atribuido a la formación de austenita que tiene lugar por encima de la temperatura crítica  $Ac_1$ , lo cual es consistente con la mayor definición de los puntos de difracción de la austenita después del tratamiento a 800°C por 60 s.

Los perfiles lineales de la Figura 38 muestran que el calentamiento del acero hasta 100°C, no causa un cambio significativo en los picos de la bainita (perfil amarillo). Sin embargo, a 425°C, se observa un ligero desplazamiento de los picos de la bainita hacia la derecha (perfil verde), el cual puede estar asociado con el revenido de la martensita observada en el acero laminado en frío. A 750°C, se observa un cambio en los patrones SAED, el cual va acompañado con el desplazamiento del pico principal de la bainita hacia la derecha, mientras que el otro pico de la bainita ( $2\theta=82.333^\circ$ ), permanece sin cambio (perfil azul).



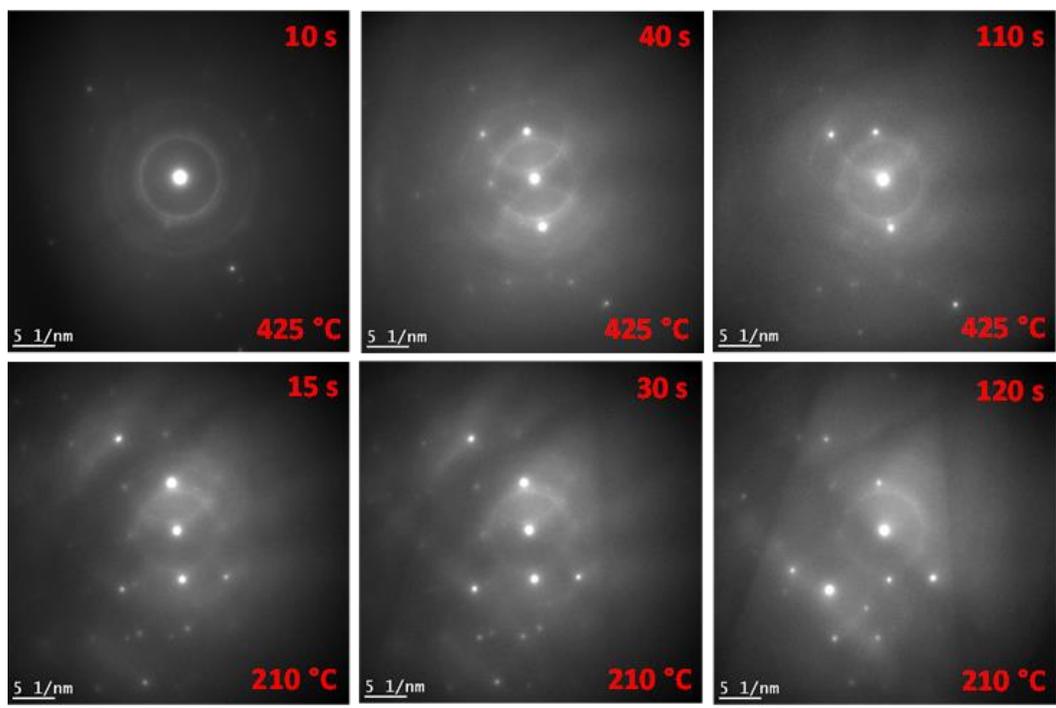
**Figura 37.** Imágenes de patrones de difracción de electrones SAEDs del acero LF de 1. 22 mm obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo térmico 1.

El desplazamiento del pico principal puede estar asociado con la formación de bainita, por lo que dicho resultado sugiere que ocurre la descomposición parcial de dicho microconstituyente. A 780°C empiezan a notarse los picos de la austenita ( $2\theta=74.052^\circ$ ,  $2\theta=89.839^\circ$ ) (perfil celeste), los cuales son más intensos a 800°C durante 8 s (perfil rosa), y el efecto es más evidente a un mayor tiempo (perfil rojo). Estos resultados son consistentes con los resultados obtenidos mediante Dilatometría, en donde se observó una contracción durante la transformación austenítica.

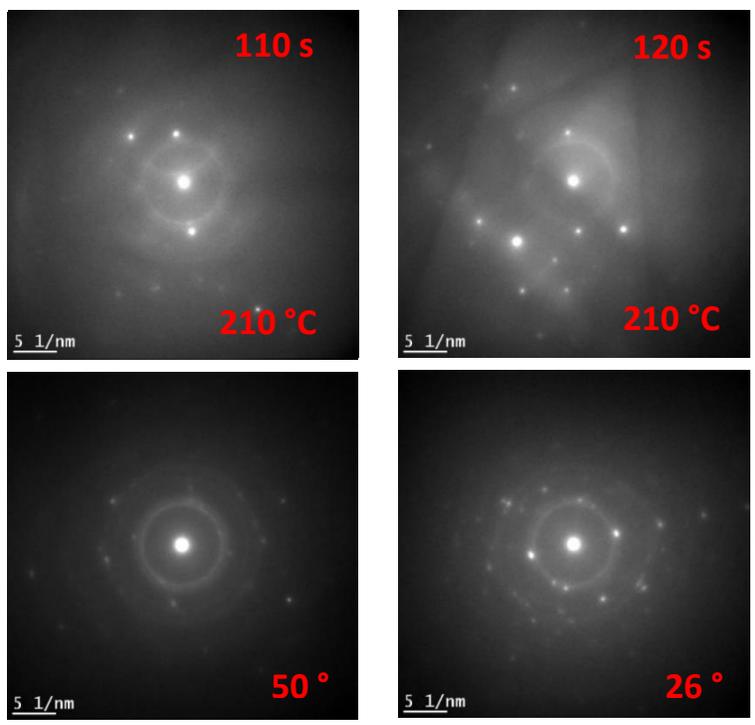


**Figura 38.** Perfiles lineales de los SAEDs en función de  $2\theta$ , obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo de calentamiento número 1.

La Figura 39 muestra los patrones de difracción obtenidos en el ciclo 1 durante los tratamientos isotérmicos realizados a 425°C y 210°C, mientras que la Figura 40 muestra los patrones SAED obtenidos 210°C, 50°C y 26°C.

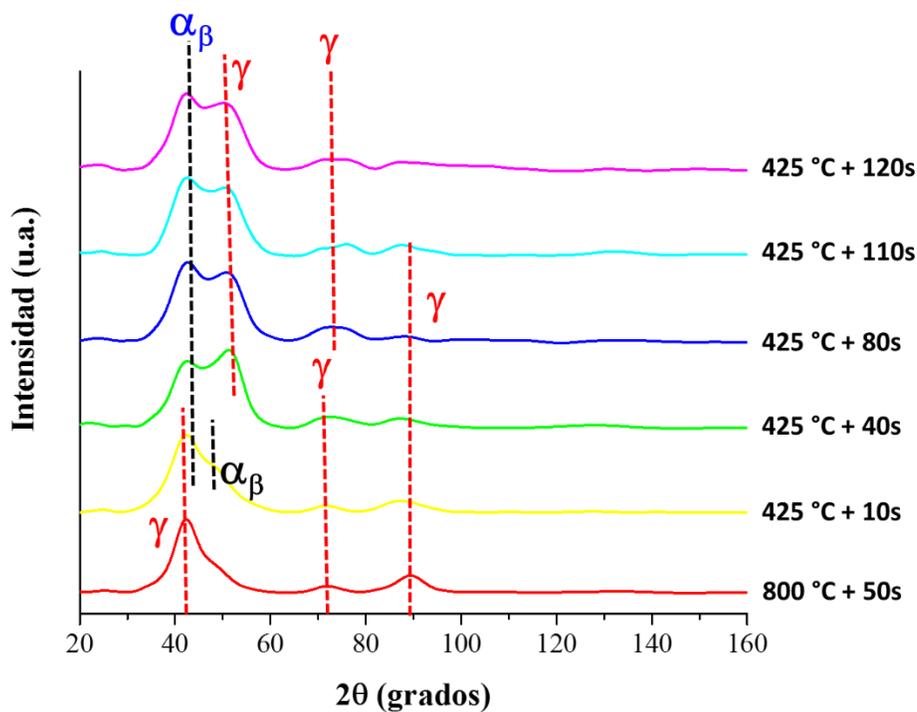


**Figura 40.** Imágenes de patrones de difracción de electrones SAEDs del acero LF de 1. 22 mm obtenidos durante los tratamientos isotérmicos a 425 y 210 °C.



**Figura 39.** Imágenes de patrones de difracción de electrones SAEDs del acero LF de 1.22 mm obtenidos a 210 °C, 50°C y 26°C.

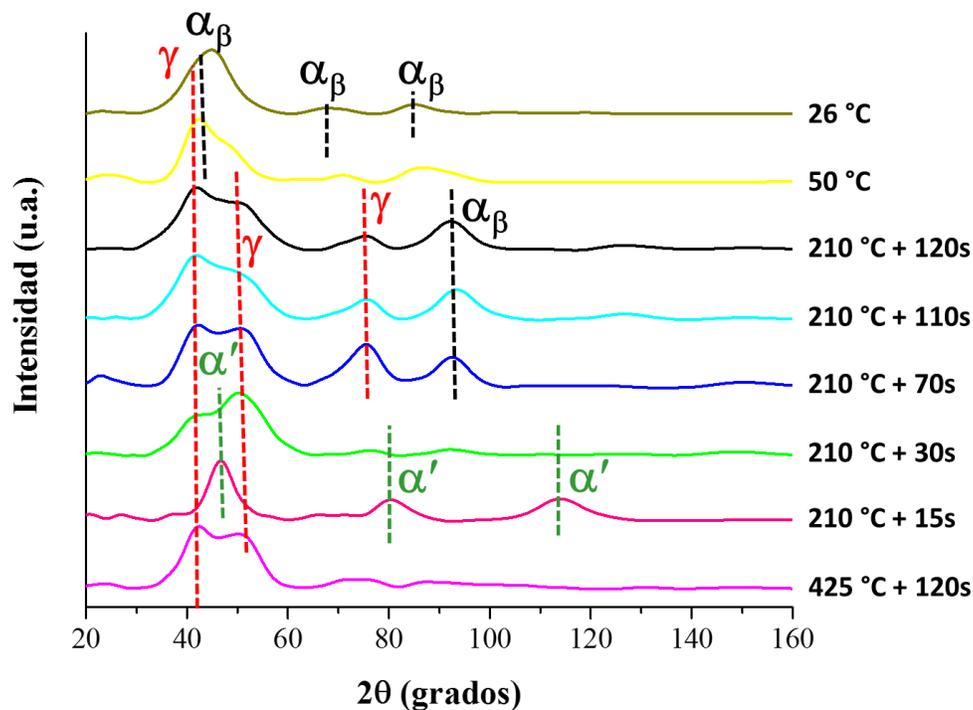
La Figura 41 muestra los perfiles lineales obtenidos a 425°C en función del tiempo y, asimismo, se presenta el perfil lineal de la muestra recocida a 800°C (60 s). En general, se observa que durante el tratamiento isotérmico coexiste la austenita producida durante la etapa del recocido y la bainita que se forma en dicho mantenimiento isotérmico a 425°C. Los picos principales de la austenita y la bainita resultan en un comportamiento bimodal cerca del pico principal de ambas, lo cual confirma dicha observación.



**Figura 41.** Perfiles lineales de los SAED en función de  $2\theta$ , obtenidos durante tratamiento isotérmico de 425 °C durante el ciclo número 1. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 800°C por 50s.

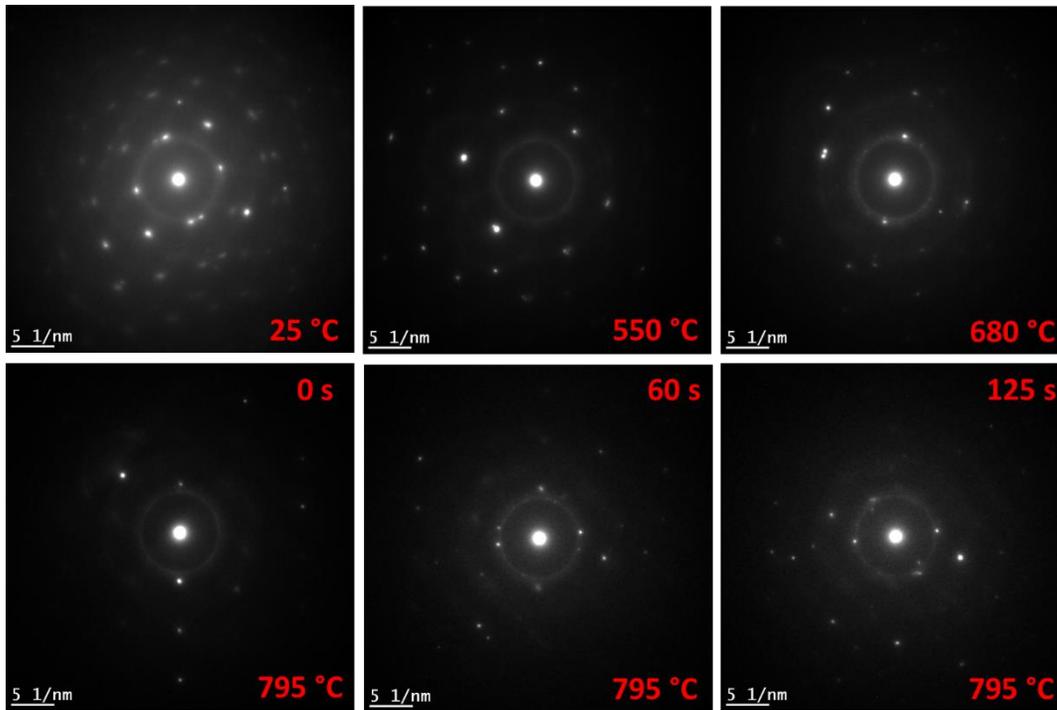
Durante el mantenimiento 210°C (Figura 42) se observan los picos principales de austenita, bainita y martensita, los cuales indican la coexistencia de austenita/bainita, austenita/martensita durante el tratamiento isotérmico. En cambio, el perfil lineal obtenido en la muestra a temperatura ambiente (26 °C), exhibe principalmente los picos correspondientes al microconstituyente bainita. Es

importante resaltar que los picos principales de la ferrita, bainita y martensita en,  $2\theta$  alrededor de  $65^\circ$ , son muy similares, por lo que el perfil lineal obtenido en la muestra a temperatura ambiente podría reflejar la coexistencia de ferrita, bainita y martensita. Como se observó en el análisis dilatométrico, los aceros LF de 2.27 mm y 1.75 mm sometidos al tratamiento térmico, permiten que la austenita remanente del tratamiento isotérmico a  $425^\circ\text{C}$ , transforme a martensita durante el enfriamiento final. Los resultados obtenidos mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, también mostraron la presencia de ferrita, bainita y martensita.

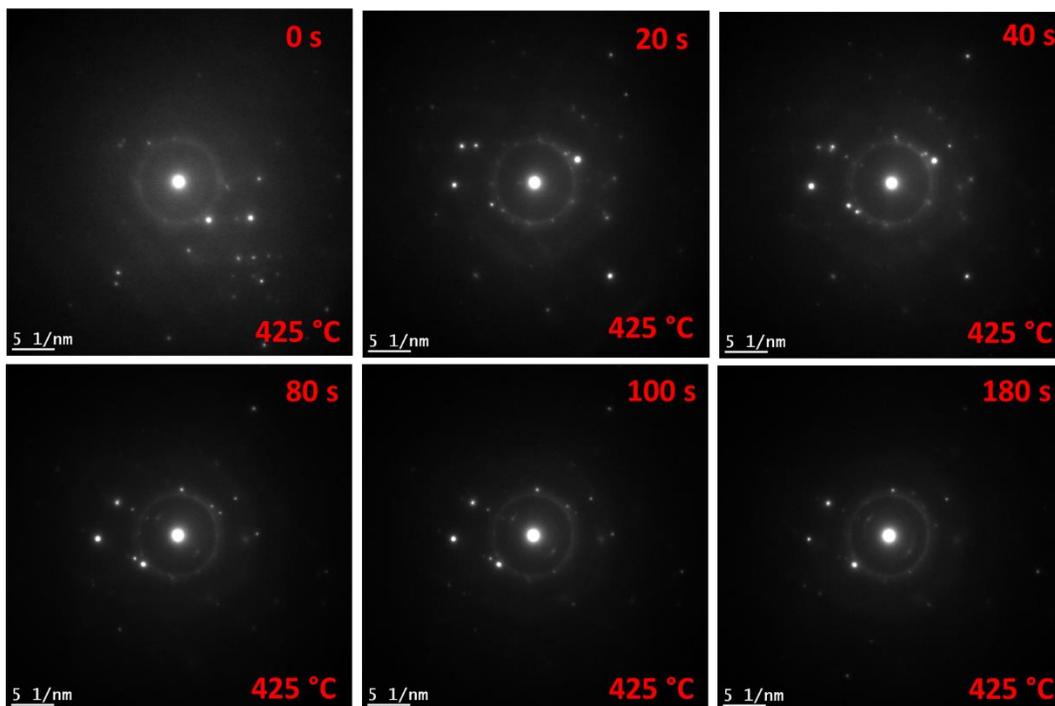


**Figura 42.** Perfiles lineales de los SAEDs en función de  $2\theta$  obtenidos, a  $210^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$  y  $26^\circ\text{C}$  en el ciclo número 1. Se incluye el perfil de la muestra tratada a  $425^\circ\text{C}$  por 120 s.

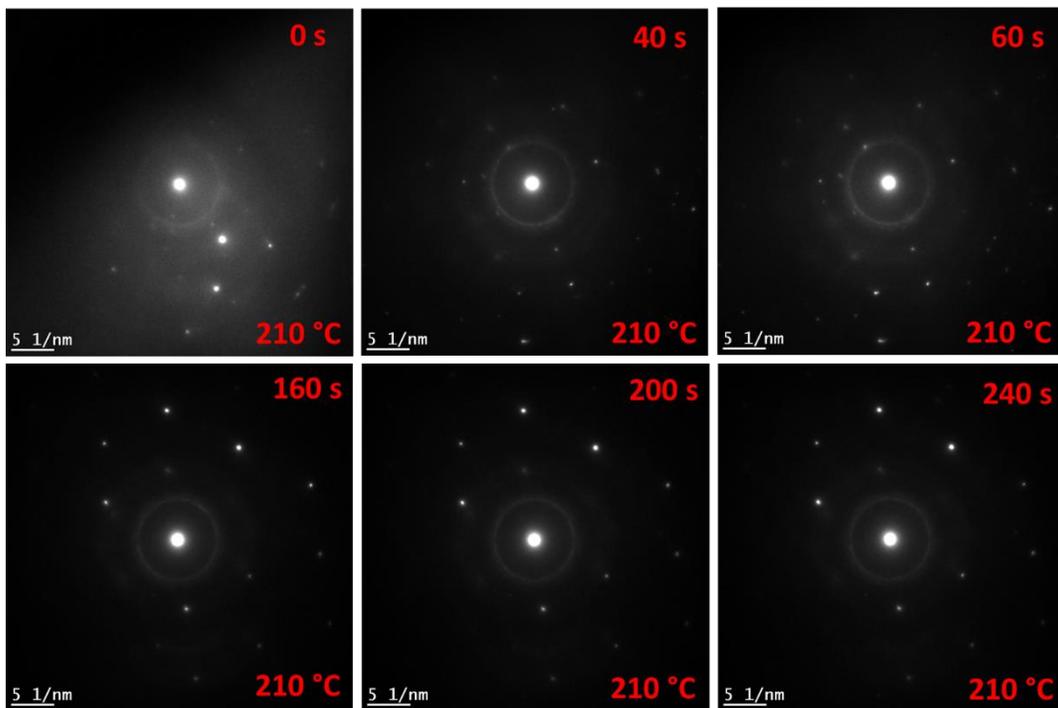
La Figura 43 muestra los patrones de difracción SAED obtenidos en el ciclo 2 durante el calentamiento, y mantenimiento en el recocido a  $795^\circ\text{C}$ . La Figura 44, Figura 45 y Figura 46, muestran los patrones obtenidos a  $425^\circ\text{C}$ ,  $210^\circ\text{C}$ , y durante el enfriamiento final, respectivamente. Al igual que en el ciclo 1, también se observan cambios en cada una de las etapas del tratamiento térmico en los patrones SAED.



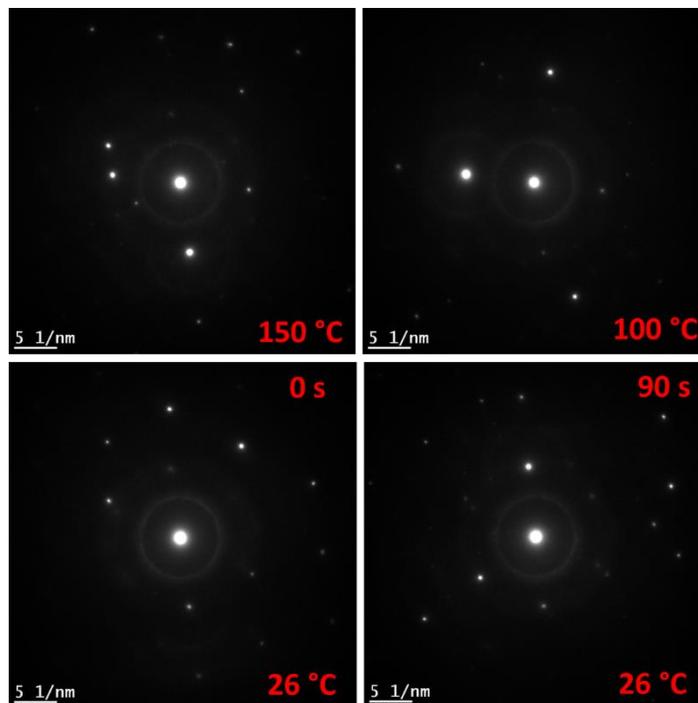
**Figura 43.** Imágenes de patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor, obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo térmico 2.



**Figura 44.** Patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor obtenidos en el tratamiento isotérmico a 425°C del ciclo térmico 2.

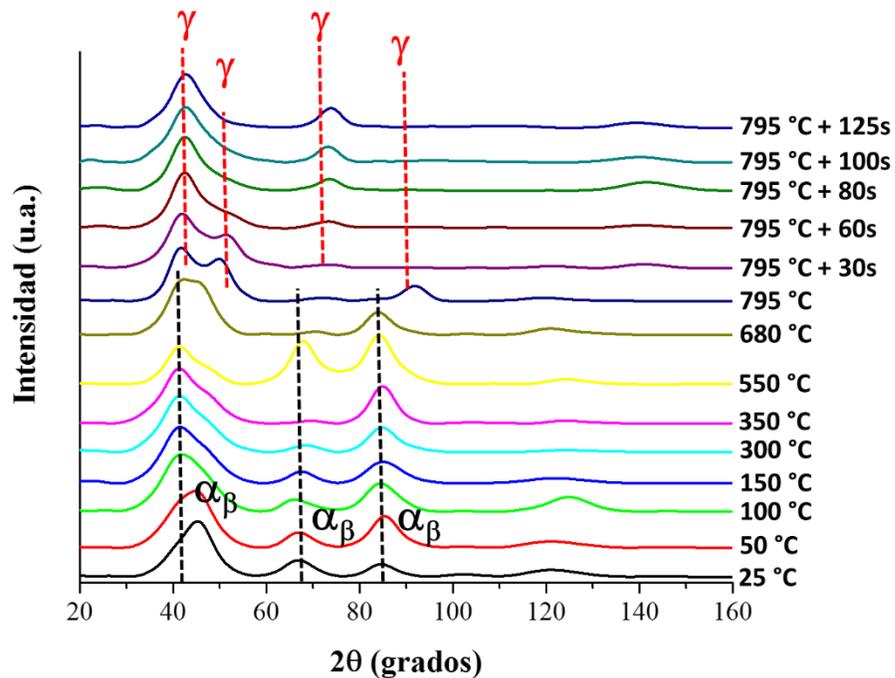


**Figura 45.** Patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor obtenidos en el tratamiento isotérmico a 210 °C del ciclo térmico 2.



**Figura 46.** Patrones de difracción de electrones del acero LF de 1. 22 mm de espesor obtenidos a distintas temperaturas y tiempos durante el enfriamiento final del ciclo térmico 2.

Como se observa en la Figura 47, el incremento en la temperatura de 25°C a 550°C, no muestra un cambio significativo en los perfiles lineales, lo cual sugiere que mayoritariamente existe bainita. Este comportamiento es consistente con las microestructuras observadas y con los resultados del análisis de Dilatometría. A 680°C se observa un ensanchamiento del pico principal, que sugiere la presencia de dos fases. Por encima de 795°C se observa que los picos de austenita comienzan a ser más evidentes, lo cual sugiere que el ensanchamiento del pico principal pueda relacionarse con la redistribución de carburos que ocurre antes de la transformación austenítica.



**Figura 47.** Perfiles lineales de los SAEDs en función de  $2\theta$ , obtenidos durante el calentamiento a diferentes temperaturas del ciclo de calentamiento número 2.

Durante el tratamiento isotérmico a 425°C se observan tanto los picos de austenita como los de bainita (Figura 48), lo cual sugiere el progreso de dicha transformación en condiciones isotérmicas. Finalmente, durante el enfriamiento final (Figura 49), se observa que en general, los picos observados corresponden a la austenita y bainita. Aunque como se mencionó anteriormente, algunos picos de la ferrita, bainita y martensita son muy similares. Sin embargo, es claro que predominan los picos de la austenita. De acuerdo con los resultados observados en el ciclo 1, la austenita

puede transformar a martensita a 210°C, pero en este caso dicha transformación no fue evidente. Estos resultados sugieren que uno de los principales inconvenientes de esta técnica es que el área analizada es muy pequeña.

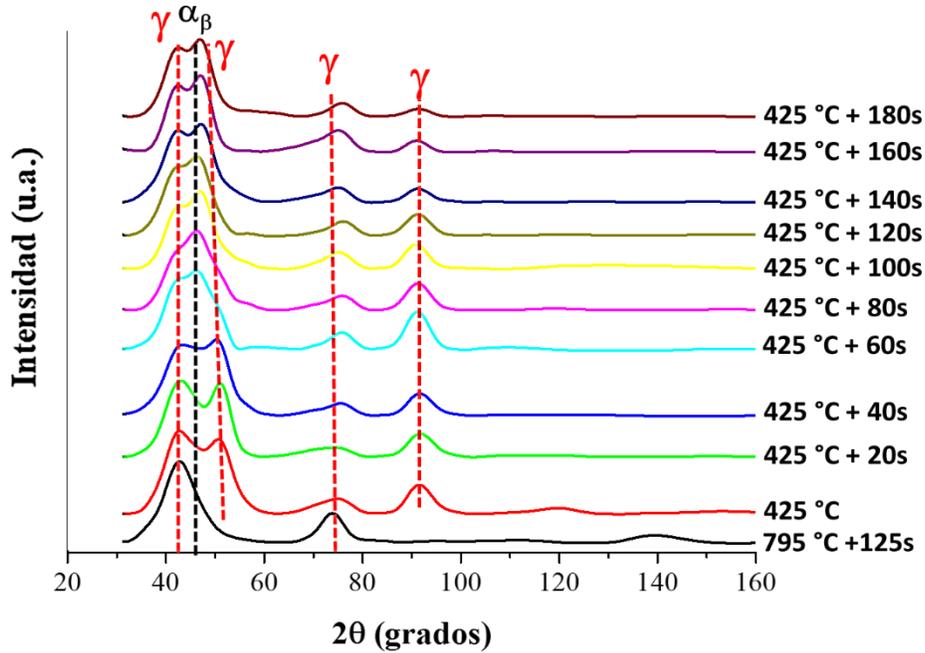


Figura 48. Perfiles lineales de los SAEDs en función de  $2\theta$ , obtenidos a 425 °C durante el ciclo número 2. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 795°C por 125 s.

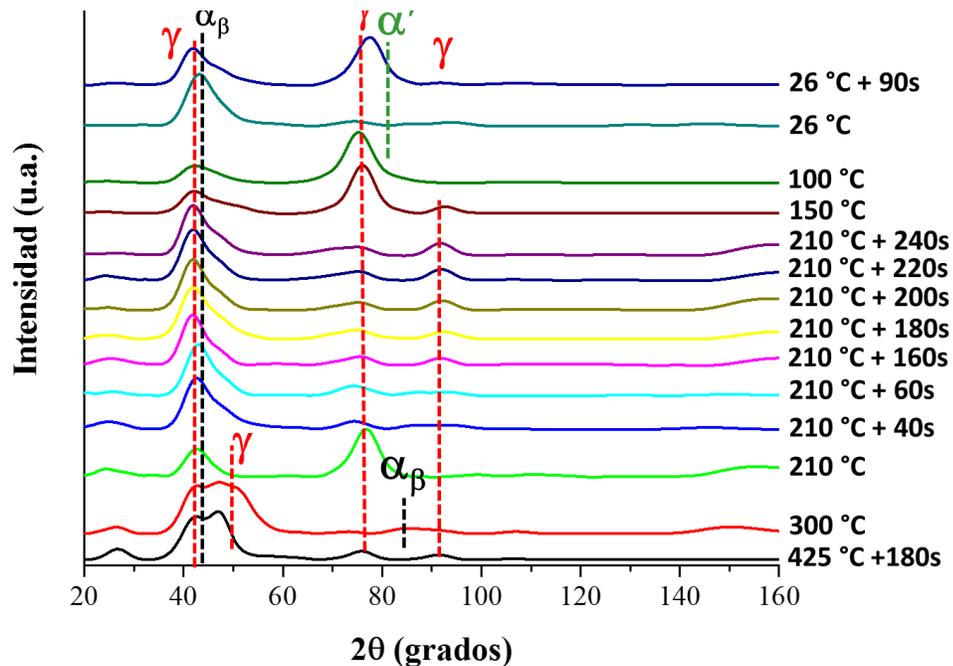
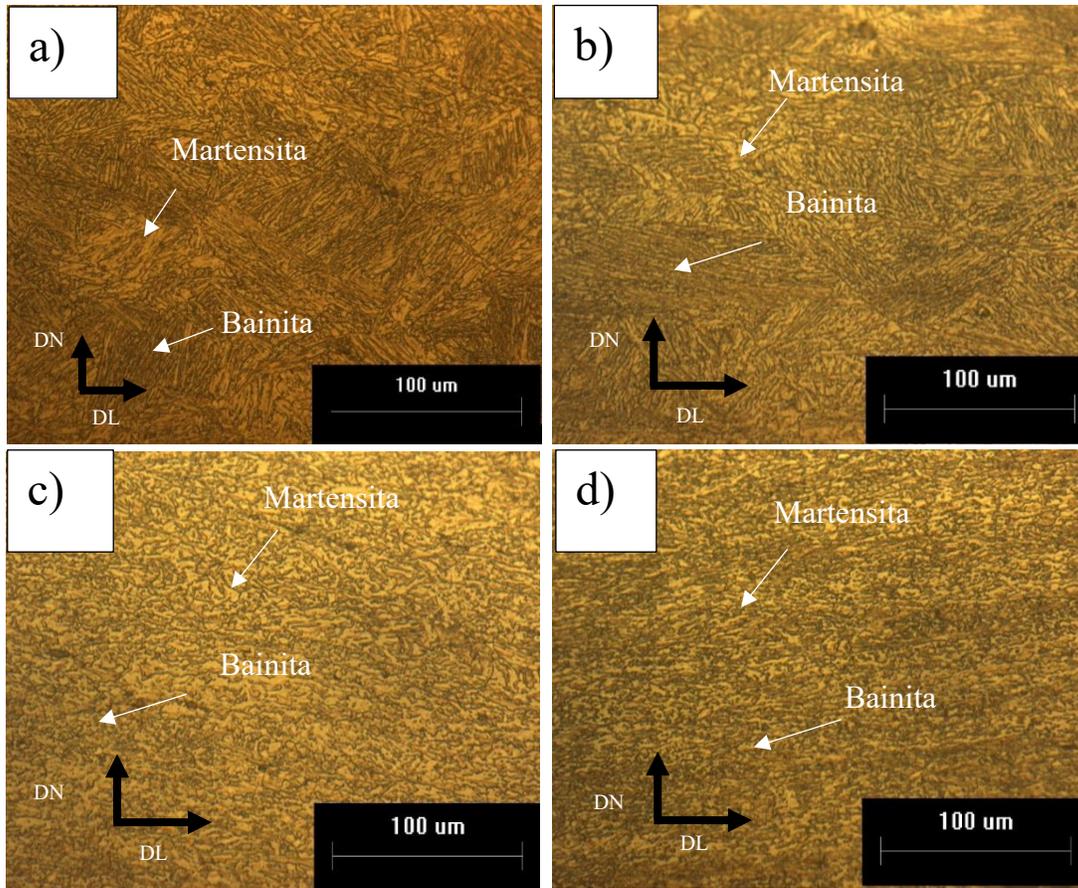


Figura 49. Perfiles lineales de los SAEDs en función de  $2\theta$ , obtenidos durante el enfriamiento final a 300°C, 210 °C y 26°C, y distintos tiempos del ciclo número 2. Se incluye el perfil de la muestra tratada a 425°C por 180 s.

### 3.2 EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DEL ACERO LAMINADO EN CALIENTE, DURANTE LA DEFORMACIÓN EN FRÍO Y EL TRATAMIENTO TÉRMICO.

La Figura 50 muestra la microestructura del acero laminado en caliente y de las muestras obtenidas mediante laminación en frío con distintos grados de reducción en espesor, obtenida mediante microscopía óptica.



**Figura 50.** Microestructuras obtenidas por microscopía óptica del acero laminado en caliente (a) y de los aceros laminados en frío: 2.27 mm (b), 1.75 mm (c) y 1.22 mm (d). DL: dirección de laminación. DN: dirección normal de la muestra.

Como se puede observar, la microestructura del acero laminado en caliente se caracteriza por la presencia de martensita y bainita. La bainita se puede definir como un agregado o microconstituyente no laminar de ferrita y carburos, en forma de listones o placas [40]. Las características microestructurales varían con la

composición y la temperatura de transformación. Cuando se previene la formación de cementita, la microestructura consiste principalmente en ferrita similar a un listón y componentes residuales de austenita o martensita (M/A) enriquecidos con carbono en los límites del listón [40]. Cuando la difusión del carbono se vuelve más lenta, parte del carbono se precipita como partículas finas de carburo dentro de las placas de ferrita. El carbono restante escapa a la austenita y puede precipitar como carburo entre placas.

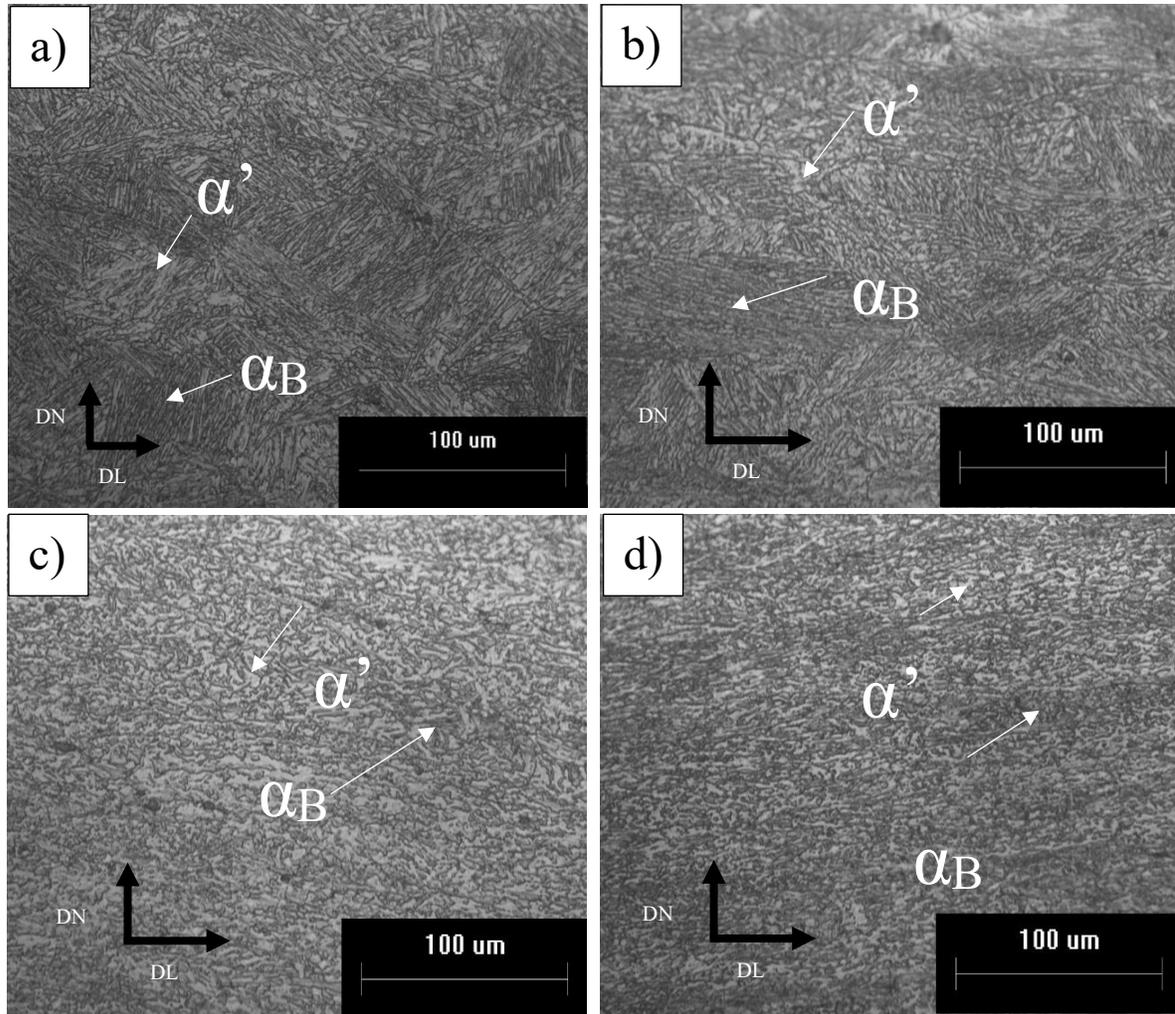
La martensita en aleaciones ferrosas exhibe varias morfologías: listones, agujas y placas delgadas, dependiendo de las composiciones químicas y la temperatura  $M_s$  [40]. Listones y agujas son las dos morfologías principales de la martensita  $\alpha'$ . La martensita en listones se forma en aleaciones de Fe-C (<0.6 % C), Fe-Ni (<28 % Ni) y Fe-Mn (<10 % Mn), y en la mayoría de los aceros comerciales tratables térmicamente. Tiene importancia industrial porque es una estructura básica en aceros de alta resistencia. La opinión actual es que el grano de austenita se divide en paquetes (un grupo de listones paralelos con el mismo plano hábito) y que cada paquete se subdivide en bloques (un grupo de listones de la misma orientación, es decir, la misma variante de la relación de orientación K-S) [40].

De acuerdo a las características anteriores, las fases claras observadas en la microestructura del acero laminado en caliente han sido identificadas como martensita, mientras que las zonas oscuras fueron identificadas como bainita.

Algunos autores han reportado microestructuras de bainita similares después de haber realizado un ataque químico con Nital, permitiendo identificar, mediante comparación las fases en el material de partida [52][53][54][55]. Hajizad y cols. [52], M. Morawiec y cols. [53], y Grajcar y cols. [54] reportaron una morfología de la bainita muy similar a la obtenida en la Figura 50 (a) después de haber atacado con Nital al 2 %. Por otra parte, Mazher A. y cols. [55], obtuvieron una microestructura donde identificaron a la martensita como la fase más clara después de haber atacado con Nital al 2 %, tanto la morfología como el color de la martensita fueron semejantes a las partes más claras de la Figura 50 (a).

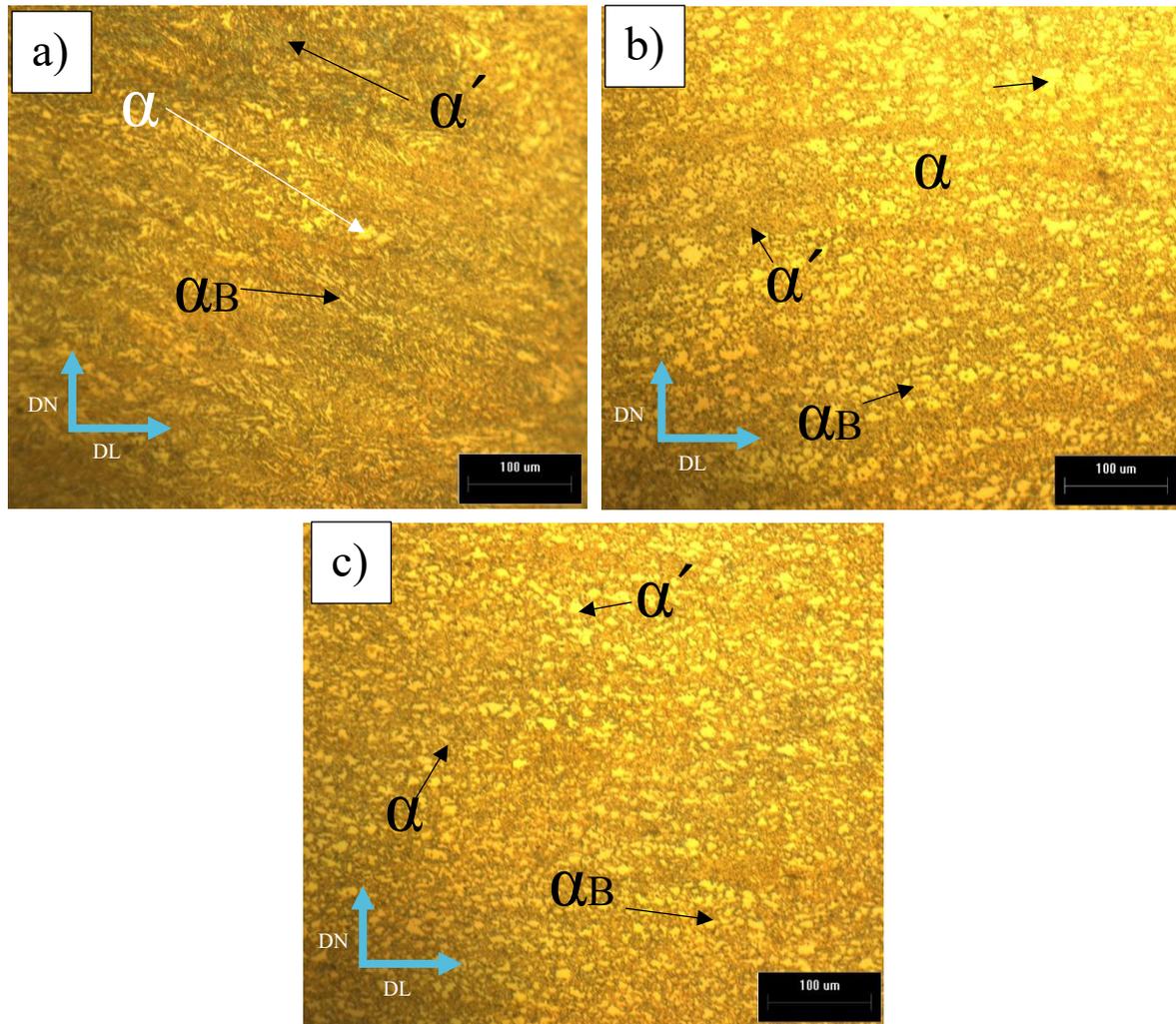
En la Figura 50(b), Figura 50 (c) y la Figura 50 (d), se muestra la microestructura del acero laminado en frío con reducciones en espesor del 25 % (2.27 mm), 40 % (1.75 mm) y 60 (1.22 mm). En general, se observa una distribución uniforme de las fases; en el caso de muestras con reducción en espesor del 25 %, no se observa un cambio significativo en la microestructura, la Figura 50 (a), sin embargo, en muestras con reducción en espesor del 40 % y 60%, dichas fases están alargadas en una dirección paralela a la dirección de laminación.

La Figura 51 muestra las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido en el acero laminado en caliente y es aceros laminados en frío con espesores de 1.75 mm (40 %) y 1.22 mm (60 %). En el primer caso, se observa la presencia tanto la bainita como la martensita, con estructuras orientadas aleatoriamente con respecto a la dirección de laminación, Figura 51 (a). En muestras deformadas en frío, dichas fases se alinean mayoritariamente en una dirección paralela a la dirección de la laminación. Como se mencionó anteriormente, la bainita es microconstituyente en el acero, constituido por ferrita y carburos; la ferrita es una fase suave, por lo que la deformación plástica causa su deformación dando un aspecto de bandas alargadas de ferrita y carburos, Figura 51 (b) y Figura 51 (c). Morfologías similares fueron reportados en un acero con composición química similar [57]. A medida que se aumentó el porcentaje de reducción en frío se observaron granos más deformados, posiblemente de bainita, alineados en el sentido de la laminación, como se muestra en la Figura 51 (b) y Figura 51 (c).



**Figura 51.** Microestructura del acero laminado en caliente (a) y de los aceros laminados en frío: 2.27 mm (b), 1.75 mm (c) y 1.22 mm (d). DL: dirección de laminación, DN: dirección normal de la muestra.

Después de la deformación en frío, las muestras fueron sometidas al ciclo térmico propuesto (Figura 12). La Figura 52 muestra las microestructuras, obtenidas mediante microscopía óptica, en las muestras tratadas térmicamente. En general, se obtuvieron microestructuras multifásicas constituidas de una mezcla de ferrita, martensita y bainita independientemente de la deformación plástica aplicada antes del tratamiento térmico. En el caso de muestras con una reducción previa del 25 % (2.27 mm), se observa que la microestructura obtenida después del tratamiento térmico, está constituida mayoritariamente de bainita y martensita, y en menor cantidad de ferrita; esta última, aparece como granos equiaxiados de tamaño pequeño, Figura 52 (a).



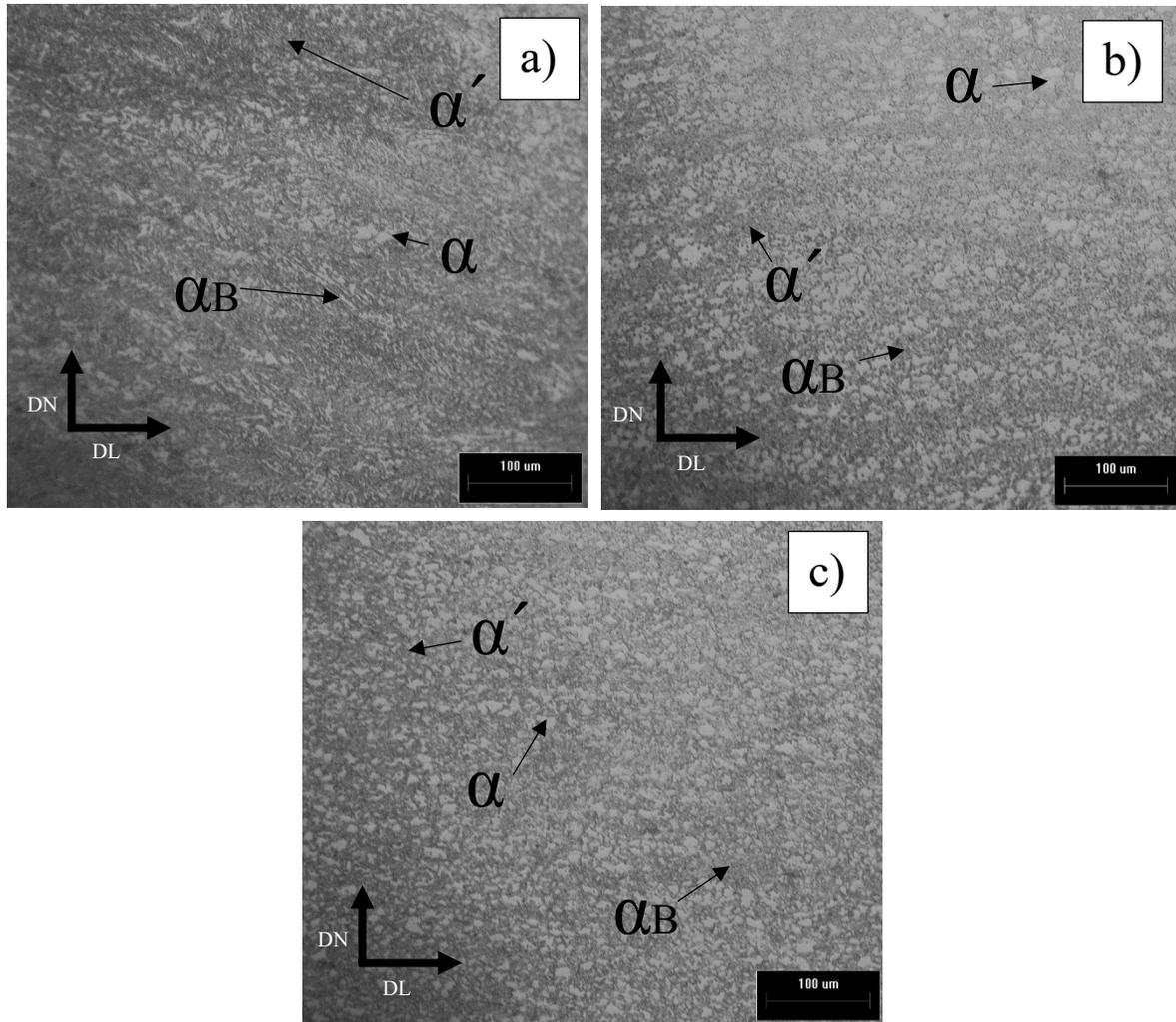
**Figura 52.** Microestructuras obtenidas por microscopía óptica de los aceros tratados térmicamente y laminados en frío: 2.27 mm (a), 1.75 mm (b) y 1.22 mm (c). DL: dirección de laminación. DN: dirección normal de la muestra.

En el caso de muestras con reducción en espesor previa del 40 % (1.75 mm) y 60 % (1.22 mm), se observa que la cantidad de ferrita es mayor conforme el grado de deformación plástica aumenta, Figura 52 (b) y Figura 52 (c). A simple vista se puede observar que el tamaño de la ferrita es menor para una mayor deformación plástica Figura 52 (c). De acuerdo con los resultados de Dilatometría, cuando las muestras deformadas en frío fueron sometidas al tratamiento térmico, se observó una disminución de temperatura crítica de transformación de fase,  $Ac_1$ , con el incremento en el grado de reducción en espesor, obteniéndose el valor más bajo de dicha temperatura, en las muestras con 60 % de reducción en espesor (1.22 mm).

Este resultado sugiere que la cantidad de austenita formada durante el recocido intercrítico, fue mayor en las muestras sujetas a una mayor deformación plástica. Por lo tanto, es de esperarse que la descomposición de la microestructura del material laminado en caliente a ferrita intercrítica y austenita, fue más significativa en las muestras con mayor reducción en espesor, eso explica la mayor cantidad de ferrita en las muestras con mayor deformación plástica, Figura 52 (c).

Los resultados obtenidos por MEB confirmaron la formación de austenita durante el recocido, la formación de bainita durante el tratamiento isotérmico, y la formación de martensita durante el enfriamiento final, lo cual es consistente, con las microestructuras obtenidas en el producto final. El menor tamaño de las fases obtenidas en las muestras con mayor deformación plástica, se relaciona con un tamaño de grano austenítico más pequeño obtenido durante el tratamiento térmico (debido a una mayor cantidad de sitios causados por la deformación plástica), el cual, durante las etapas subsecuentes transforma a bainita o martensita, con un menor tamaño [3][30]

La Figura 53 muestra las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido en las muestras tratadas térmicamente. Es claro que el tamaño de las fases presentes en las muestras tratadas térmicamente es más fino que en el material de llegada, e independientemente de la deformación plástica previa, muestran la presencia de ferrita, bainita y martensita.



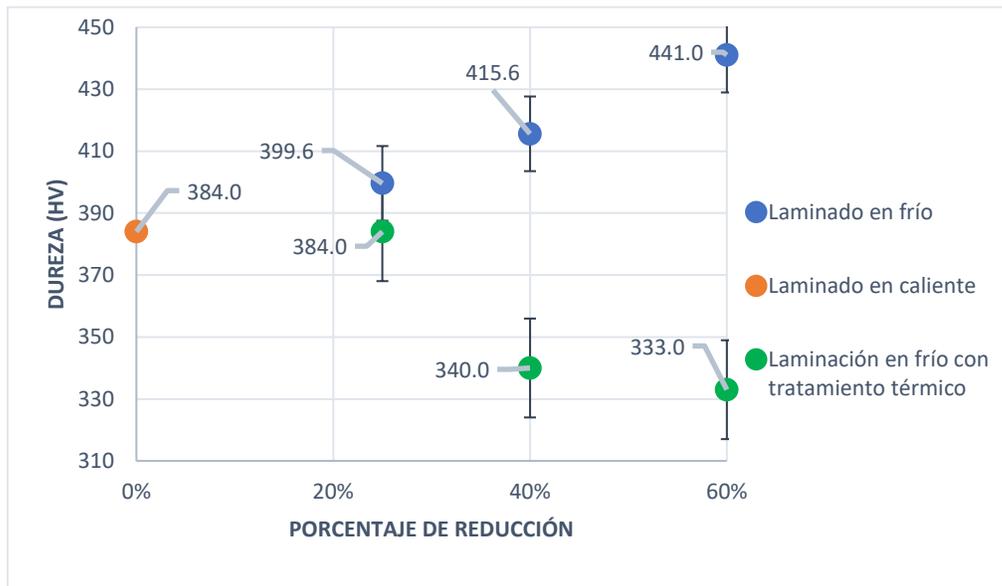
**Figura 53.** (a) Microestructura de muestras tratadas térmicamente, con reducción en espesor previa de: (a) 2.27 mm (25 %), 1.75 mm (40%) y (c) 1.22 mm (60%).

Los resultados de la caracterización microestructural muestran que existe la posibilidad de obtener aceros multifásicos mediante ciclos térmicos que simulan una LRGC. Para establecer la correlación entre las variables de estudio, la microestructura y las propiedades mecánicas se realizaron mediciones de microdureza y ensayos de tensión uniaxial. En la siguiente sección se presentan los resultados obtenidos de la evaluación de las propiedades mecánicas.

### 3.4 EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS.

La Figura 54 muestra la variación de la microdureza en función del porcentaje de reducción en el espesor en muestras con y sin tratamiento térmico. También se incluye el valor de la dureza obtenida en el acero laminado en caliente para poder evaluar el efecto de la deformación plástica y del tratamiento térmico final.

En general, se observa que el valor de microdureza obtenido en el acero laminado en caliente (384 HV) es inferior al de las muestras deformadas en frío. Asimismo, se observa que, el valor de la microdureza se incrementa con el aumento en el porcentaje de reducción de espesor alcanzando valores de 415.6 HV y 441.0 HV, para reducciones en espesor del 40 % (1.75 mm) y 60 % (1.22 mm), respectivamente. En el caso de las muestras tratadas térmicamente, los valores de microdureza disminuyen conforme aumenta el porcentaje de reducción, siendo los valores incluso menores al observado en el acero laminado en caliente.

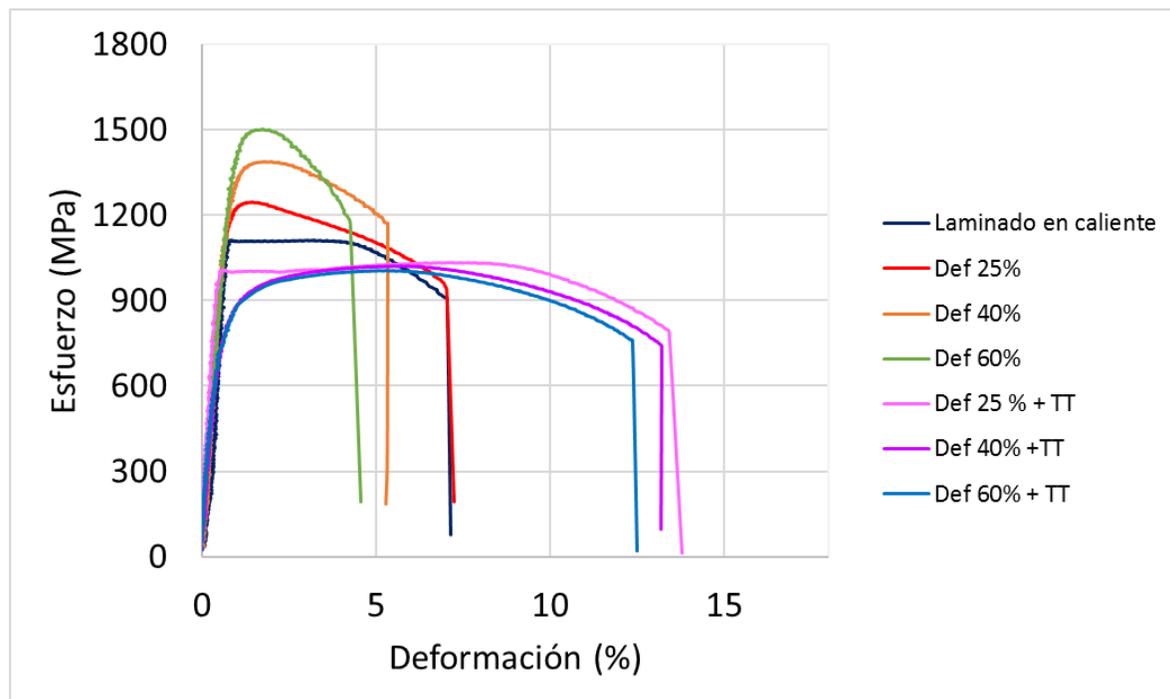


**Figura 54.** Efecto de la deformación plástica y del tratamiento térmico sobre los valores de microdureza. Los resultados obtenidos en el acero laminado en caliente se incluyen como referencia.

En el caso de muestras laminadas en frío se observa que los valores de microdureza se incrementan conforme el porcentaje de deformación plástica se aumenta. Este comportamiento está asociado con la multiplicación de dislocaciones que ocurre durante el trabajo en frío, tal como lo establece el mecanismo de Frank-Read [29].

Las muestras tratadas térmicamente, exhiben una disminución en los valores de microdureza conforme el grado de deformación plástica se incrementa. En este caso, de acuerdo con la ecuación de Hall-Petch [56], una disminución en el tamaño de grano de la ferrita, causaría un incremento en la resistencia y, por lo tanto, en la dureza. Sin embargo, es claro que los valores de microdureza disminuyen con el aumento en el grado de reducción en espesor. Estos resultados sugieren que la formación de una mayor cantidad de ferrita (fase suave en el acero) [56], durante el tratamiento térmico intercrítico, causa la disminución de dicha propiedad.

La Figura 55 muestra las curvas esfuerzo contra deformación del acero laminado en caliente, muestras laminadas en frío (25 %, 40 %, 60 %) y muestras tratadas térmicamente (25 % + TT, 40 % + TT, 60 % + TT).



**Figura 55.** Curvas esfuerzo contra deformación ingenieril de muestras laminadas en caliente, laminadas en frío y tratadas térmicamente.

Las propiedades mecánicas (resistencia a la cedencia y resistencia a la tensión) obtenidas de dichas curvas, y la elongación a fractura obtenida a partir de la ecuación 1, se resumen en la Tabla 12.

**Tabla 12.** Propiedades mecánicas del acero laminado en caliente, de muestras laminadas en frío y de muestras tratadas térmicamente.

<b>Muestra</b>	<b>Resistencia a la cedencia (MPa)</b>	<b>Resistencia a la tensión (MPa)</b>	<b>Elongación a fractura (%)</b>
<b>Laminada en caliente</b>	1103.12	1112.61	8.05
<b>25 % (2.27 mm)</b>	1198.26	1246.45	7.80
<b>40 % (1.75 mm)</b>	1252.82	1386.99	5.90
<b>60 % (1.22 mm)</b>	1467.55	1500.72	4.50
<b>25 % + TT</b>	1005.26	1034.14	19.10
<b>40 % + TT</b>	836.17	1022.43	18.75
<b>60 % + TT</b>	803.73	1006.75	18.50

\* Los valores reportados son el promedio obtenido de dos mediciones.

Como se puede observar, los valores de resistencia a la cedencia y resistencia a la tensión observados en el acero laminado en caliente, se incrementan con el aumento en el grado de reducción en espesor. El efecto es más significativo en las muestras con mayor deformación. Sin embargo, la elongación a fractura disminuye con el grado de deformación plástica. Estos resultados pueden ser explicados de acuerdo al mecanismo de Frank-Read, el cual menciona que, que la cantidad de dislocaciones se incrementa con el aumento en el trabajo en frío; a mayor cantidad de dislocaciones, mayor es el esfuerzo requerido para seguir deformando el material. Como resultado, el material exhibe un endurecimiento por deformación [29][56]. El comportamiento de la resistencia, es similar al observado en el cambio de microdureza.

Las muestras tratadas térmicamente exhiben un cambio significativo en las propiedades mecánicas, la resistencia a la cedencia y a la tensión disminuyen, pero la elongación a fractura se mejora considerablemente. Este comportamiento está asociado con la reducción en la cantidad de las dislocaciones y con la microestructura. Como se mostró anteriormente, en general, las muestras tratadas térmicamente, mostraron microestructuras multifásicas constituidas por ferrita, bainita y martensita. En el caso de las muestras tratadas térmicamente, con deformación plástica previa del 25 % (2.27 mm), se observó que la microestructura contenía mayoritariamente una mezcla de bainita y martensita revenida, y muy poca ferrita. Se ha reportado que la bainita es un microconstituyente que permite lograr una buena combinación entre resistencia y ductilidad [10], a diferencia de la martensita que es una fase resistente pero frágil. Por lo tanto, la buena resistencia combinada con una buena ductilidad, puede ser atribuida a la presencia de una cantidad considerable de bainita, y en menor grado a la presencia de ferrita y martensita.

Las muestras tratadas térmicamente, con reducciones en espesor previas del 40 % (1.75 mm) y 60 % (1.75 mm), exhibieron una mezcla de ferrita, bainita y martensita. Sin embargo, el tamaño de las fases observadas fue menor conforme el grado de deformación plástica previo fue mayor. El refinamiento de grano, es un mecanismo de endurecimiento en metales y aleaciones, por lo que la reducción de la resistencia mecánica en muestras tratadas térmicamente, con mayor grado de reducción en espesor previo, las cuales mostraron microestructuras más finas, puede ser atribuida entonces a la presencia de una mayor cantidad de ferrita (fase suave). Aunque es importante mencionar, que la resistencia de dichas muestras, también es alta, lo cual es consistente con la presencia de martensita y bainita en dichas muestras.

## CONCLUSIONES

A partir de los resultados presentados se pueden establecer las siguientes conclusiones:

- Es posible obtener láminas delgadas de aceros multifásicos de alta resistencia bajo ciclos térmicos que simulan líneas de recocido y galvanizado continuo. Lo anterior, partiendo de un acero de bajo carbono con una microestructura consistente de bainita y martensita. La microestructura del acero después de los tratamientos térmicos investigados, está constituida principalmente por una mezcla de ferrita, bainita y martensita.
- El diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo, calculado a partir de la composición química del acero experimental, permite tener una aproximación del comportamiento de las transformaciones de fase y establecer las condiciones de tratamiento térmico para la obtención de aceros multifásicos. Sin embargo, dicho diagrama no predice de manera precisa las temperaturas de transformación en calentamiento ni la descomposición de la austenita intercrítica. Este comportamiento es atribuido al hecho de que, la magnitud de la deformación plástica no puede ser alimentada como valor de entrada en el *software* para el cálculo del diagrama.
- El análisis *in-situ* obtenido mediante Dilatometría de temple, proporciona evidencia de que ocurren varias transformaciones de fase durante los ciclos térmicos investigados, las cuales tienen lugar durante el recocido, tratamiento isotérmico y enfriamiento final. Los resultados obtenidos mediante análisis *in-situ* por Microscopía Electrónica de Transmisión confirman que dichos cambios corresponden a la formación de austenita, bainita y martensita, respectivamente.

- El incremento en la magnitud de la deformación plástica promueve un incremento en la cantidad de sitios para la nucleación de la austenita que se forma durante el calentamiento. La transformación bainítica es más significativa en muestras con mayor deformación, probablemente debido a un menor tamaño de grano austenítico, el cual acelera dicha transformación.
- El incremento en la magnitud de la deformación plástica causa un incremento de la microdureza, resistencia a la cedencia y resistencia a la tensión, pero una disminución en la elongación a fractura. El incremento en la resistencia mecánica es atribuido al incremento en la densidad de dislocaciones con el aumento en la magnitud de la deformación, tal como lo describe el mecanismo de Frank-Read.
- El tratamiento térmico de los aceros laminados en frío causa una reducción en la resistencia a la cedencia y en la resistencia a la tensión, pero un incremento significativo en la elongación a fractura, en comparación con las muestras laminadas en frío. Dicho tratamiento permite obtener aceros multifásicos de alta resistencia de menor espesor, lo cual puede contribuir con una reducción en el peso de dichas láminas, al aumentar el grado de deformación plástica, y mantener propiedades que caen dentro de la clasificación de aceros avanzados de alta resistencia.

## REFERENCIAS

- [1]. Soleimani, M., Kalhor, A., & Mirzadeh, H. (2020). Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review. *Materials Science and Engineering: A*, 795, 140023. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140023>
- [2] Ding, W., Du, J. C., & Li, Y. (2020). Transformations During Intercritical Annealing and Their Implications for Microstructure and Mechanical Properties of Medium Mn Transformation-Induced Plasticity Steel in Continuous Annealing Line. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29(1), 23-31. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04549-3>
- [3] A. Kamyabi-Gol, D. Herath & P. F. Mendez (2016): A comparison of common and new methods to determine martensite start temperature using a dilatometer, *Canadian Metallurgical Quarterly*, DOI: 10.1080/00084433.2016.1267903
- [4] Catteau, S. D., Sourmail, T., and Moine, A. (2016), "Dilatometric Study of Phase Transformations in Steels: Some Issues," *Materials Performance and Characterization*, Vol. 5, No. 5, pp.564–584, <http://dx.doi.org/10.1520/MPC20160069>. ISSN 2165-3992
- [5]. T. Sourmail and V. Smanio (2013): 'Determination of M<sub>s</sub> temperature: methods, meaning and influence of "slow start" phenomenon', *Mater. Sci. Technol.*, 29, 883–888.
- [6]. MMIM A. López Martínez, E.J. Gutiérrez (2018)., "Cambios de fase en aceros con transformación inducida por plasticidad bajo condiciones que simulan líneas de recocido y Galvanizado continuo" tesis para obtener el grado de maestría en metalurgia.
- [7]. Poyraz, O., & Ögel, B. (2020). Recrystallization, grain growth and austenite formation in cold rolled steels during intercritical annealing. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(5), 1126311277. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.08.015>

- [8]. Mueller, J., Matlock, D., Speer, J., & De Moor, E. (2019). Accelerated Ferrite-to-Austenite Transformation During Intercritical Annealing of Medium-Manganese Steels Due to Cold-Rolling. *Metals*, 9(9), 926. <https://doi.org/10.3390/met9090926>
- [9]. Mishra, G., & Chandan, A. K. (2021). Effect of cold deformation extent and ART annealing duration on the microstructure and mechanical properties of a medium manganese steel. *Materials Chemistry and Physics*, 271, 124940. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124940>
- [10] Lu, J., Yu, H., Duan, X., & Song, C. (2020). Investigation of microstructural evolution and bainite transformation kinetics of multi-phase steel. *Materials Science and Engineering: A*, 774, 138868. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138868>
- [11] Li, Y., Ding, W., & Wang, B. (2019). Intercritical annealing pre-treatment used in a hot-dip galvanised TRIP steel. *Materials Science and Technology*, 35(11), 1372-1380. <https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1625171>
- [12] Ding, W., Hedström, P., & Li, Y. (2016b). Heat treatment, microstructure and mechanical properties of a C–Mn–Al–P hot dip galvanizing TRIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, 674, 151-157. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.119>
- [13] Xie, Z., Han, G., Yu, Y., Shang, C., & Misra, R. (2019). The determining role of intercritical annealing condition on retained austenite and mechanical properties of a low carbon steel: Experimental and theoretical analysis. *Materials Characterization*, 153, 208-214. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.05.010>
- [14] Yu, D., Chen, Y., Huang, L., & An, K. (2018). Tracing Phase Transformation and Lattice Evolution in a TRIP Sheet Steel under High-Temperature Annealing by Real-Time In Situ Neutron Diffraction. *Crystals*, 8(9), 360.

<https://doi.org/10.3390/cryst8090360>

- [15] ASTM E1019-11; (2011) Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques.
- [16] ASTM E415-17; (2017) Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry.
- [17] ASTM E407-07(2015) Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.
- [18] ASTM International, Designation: A 1033-04
- [18]. Ing. Ludwika Sagarminaga Calderón, Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda, (2021). “Efecto del tiempo y la temperatura de recocido intercrítico sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aceros avanzados de alta resistencia”. Tesis para obtener el grado de maestría en metalurgia.
- [19]. Liu, H., Li, F., Shi, W., Swaminathan, S., He, Y., Rohwerder, M., & Li, L. (2012a). Challenges in hot-dip galvanizing of high strength dual phase steel: Surface selective oxidation and mechanical property degradation. *Surface and Coatings Technology*, 206(16), 3428-3436. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.02.001>
- [20] Espitia, P. A. P., Sierra, R. E. A., Giraldo, C. P. S., Centeno, D. M. A., & Goldenstein, H. (2018). Determinación de los parámetros de austenización intercrítica para el desarrollo de aceros multifásicos mediante análisis dilatométrico. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 23(2). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620180002.0380>.
- [21] Reyna Rosaura Guadalupe Orsua Gaona, Dr. Enrique Díaz Barriga Castro, Dra. Esmeralda M. Saucedo Salazar (2019). “ Estudio de la Transformación de Fase en un Acero de Bajo Carbono mediante la Técnica de Calentamiento “*In-situ*” por Microscopia Electrónica de Transmisión”. Tesis para obtener el grado de ingeniería en materiales
- [22]. Ceniceros-Reyes, M., Marín-Hernández, K., Sierra, U., Saucedo-Salazar, E.,

- Mendoza-Resendez, R., Luna, C., Hernández-Belmares, P., Rodríguez-Fernández, O., Fernández-Tavizón, S., Hernández-Hernández, E., & Barriga-Castro, E. D. (2022b). Reduction of graphene oxide by in-situ heating experiments in the transmission electron microscope. *Surfaces and Interfaces*, 35, 102448. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2022.102448>
- [23] ICDD. (s. f.). *Database Search* –. <https://www.icdd.com/pdfsearch/>
- [24] ASTM E384-17; (2017) Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.
- [25] ASTM, "E8 Standard Test Methods of Tension Testing of Metallic Materials," Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Vol. 3.01.
- [26] ASTM B598-98; (2017) Standard Practice for Determining Offset Yield Strength in Tension for Copper Alloys.
- [27] K. R. Tapas, B. Basudev, G. Chiradeep y S. Ajmani, (2018). «Advanced High Strength Steel: Processing and Applications,» Springer Nature, nº 1st edition.
- [28]. Caballero, S. (2001). Medios de enfriamiento para el temple. Habana: Ingeniería Mecánica 2. Reporte técnico.
- [29]. Askeland, D. R. (1998). Ciencia e Ingeniería de los Materiales (Vol. 3). México: International Thomson Editores.
- [30]. De Carvalho, Leandro & Andrade, Margareth & Lesley, Ronald & Souza, Fabricio & Padilha, Angelo. (2013). A Dilatometric Study of the Phase Transformations in 300 and 350 Maraging Steels During Continuous Heating Rates. *Materials Research*. 16. 740-744. 10.1590/S1516-14392013005000069
- [31]. Azizi-Alizamini, H., Militzer, M., & Poole, W. J. (2010). Austenite Formation in Plain Low-Carbon Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(6), 1544-1557. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0551-5>

- [32] G. Liu, J. Li, S. Zhang, J. Wang y Q. Meng,(2016) «Dilatometric study on the recrystallization and austenization behavior of cold rolled steel with different heating rates,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 666, pp. 309-316.
- [33]. García de Andrés, C. (2002). Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels. *Materials Characterization*, 48(1), 101-111. [https://doi.org/10.1016/s1044-5803\(02\)00259-0](https://doi.org/10.1016/s1044-5803(02)00259-0)
- [34] García de Andrés, C. (2002b). Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels. *Materials Characterization*, 48(1), 101-111. [https://doi.org/10.1016/s1044-5803\(02\)00259-0](https://doi.org/10.1016/s1044-5803(02)00259-0).
- [35] Liu, T., Long, M., Fan, H., Chen, D., Chen, H., Jiang, W., & He, W. (2018). Dilatometric determination of four critical temperatures and phase transition fraction for austenite decomposition in hypo-eutectoid steels using peak separation method. *Journal of Materials Research*, 33(8), 967-977. <https://doi.org/10.1557/jmr.2017.484>
- [36] Lee, S. J., & Lee, Y. K. (2005). Effect of austenite grain size on martensitic transformation of a low alloy steel. *Materials Science Forum*, 475-479(IV), 3169-3172. <https://doi.org/10.4028/0-87849-960-1.3169>
- [37] Dong, Ji and Liu, Chen Xi and Liu, Yong Chang and Li, Chong and Guo, Qian Ying and Li, Hui Jun, Influence of Austenite Grain Size on Martensite Start Temperature of Nb-V-Ti Microalloyed Ultra-High Strength Steel, 2016, 4, 848, 624--632, Functional and Functionally Structured Materials, Materials Science Forum, Trans Tech Publications Ltd,.4028/www.scientific.net/MSF.848.624
- [38] A. García-Junceda, C. Capdevila, F.G. Caballero, C. García de Andrés, Dependence of martensite start temperature on fine austenite grain size, *Scripta Materialia*, Volume 58, Issue 2, 2008, Pages 134-137, ISSN 1359-6462, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.09.017>.
- [39] Esin, V., Denand, B., Le Bihan, Q., Dehmas, M., Teixeira, J., Geandier, G., Denis, S., Sourmail, T., & Aeby-Gautier, E. (2014). In situ synchrotron X-ray

diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate. *Acta Materialia*, 80, 118-131. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.07.042>

- [40] Gutiérrez-Castañeda, E., Galicia-Ruiz, C., Hernández-Hernández, L., Torres-Castillo, A., De Lange, D. F., Salinas-Rodríguez, A., Deaquino-Lara, R., Saldaña-Garcés, R., Bedolla-Jacuinde, A., Reyes-Domínguez, I., & Aguilar-Carrillo, J. (2022). Development of Low-Alloyed Low-Carbon Multiphase Steels under Conditions Similar to Those Used in Continuous Annealing and Galvanizing Lines. *Metals*, 12(11), 1818. <https://doi.org/10.3390/met12111818>.
- [41] Chang, M., & Yu, H. (2013b). Kinetics of bainite-to-austenite transformation during continuous reheating in low carbon microalloyed steel. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 20(5), 427-432. <https://doi.org/10.1007/s12613-013-0746-z>.
- [42] Karimi, Y., Hossein Nedjad, S., Shirazi, H., Nili Ahmadabadi, M., Hamed Zargari, H., & Ito, K. (2018). Cold rolling and intercritical annealing of C-Mn steel sheets with different initial microstructures. *Materials Science and Engineering: A*, 736, 392-399. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.008>
- [43] López-Martínez, E., Vázquez-Gómez, O., Vergara-Hernández, H. J., & Campillo, B. (2015). Effect of initial microstructure on austenite formation kinetics in high-strength experimental microalloyed steels. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 22(12), 1304-1312. <https://doi.org/10.1007/s12613-015-1198-4>
- [44] Bangaru, N. R. V., & Sachdev, A. K. (1982). Influence of cooling rate on the microstructure and retained austenite in an intercritically annealed vanadium containing HSLA steel. *Metallurgical Transactions A*, 13(11), 1899-1906. <https://doi.org/10.1007/bf02645933>

- [45]. Dong, R., Zhao, Q., Bi, X., Deng, X., Shen, W., Lu, Y., Gele, T., & Baoxing. (2021). Effect of cooling rates after annealing on the microstructure and properties of 1000 MPa grade automobile steel for cold forming. *Materials Research Express*, 8(11), 116508. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ac3588>
- [46] Zheng, Ru & Song, Ren & Fan, Wu & Wang, Wei & Guo, Ke & Wang, Zhong. (2016). Effect of Different Cooling Rates on Microstructure and Property of Continuous Annealing IF Steel. *Materials Science Forum*. 850. 631-635. [10.4028/www.scientific.net/MSF.850.631](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.850.631).
- [47] López, R. D., Maldonado, A., López, C. E., Guzmán, J. E., & García, M. A. (2019). Efecto del Tamaño de Grano Austenítico en el Comportamiento Mecánico para los Aceros AISI 1045 y 4140 Mediante Experimentación y Modelado. *PÁDI Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*, 7(Especial 2),
- [48] Park, J., Ko, W., Park, K. H., Kang, G. H., Im, H., Kwon, H. K., Hwang, N., & Park, H. (2022). Effect of Cooling Rate on Phase Transformation Behavior during Isothermal Annealing of SCr420 Steel. *Steel Research International*, 93(5), 2100711. <https://doi.org/10.1002/srin.202100711>
- [49] Lan, L. Y., Qiu, C. L., Zhao, D. W., Gao, X. H., & Du, L. X. (2011). Effect of austenite grain size on isothermal bainite transformation in low carbon microalloyed steel. *Materials Science and Technology*, 27(11), 1657-1663. <https://doi.org/10.1179/1743284710y.0000000026>
- [50] Chang, L. C., & Bhadeshia, H. K. D. H. (1996). Microstructure of lower bainite formed at large undercoolings below bainite start temperature. *Materials Science and Technology*, 12(3), 233-236. <https://doi.org/10.1179/mst.1996.12.3.233>

- [51] Ma, Bing. (2017). A Study of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultra-High Strength Microalloyed Steel Hot Band Coils for Automotive Applications.
- [51] Totten, G.E. (Ed.). (2006). Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies (1st ed.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/NOF0849384523>.
- [52] Hajizad, O., Kumar, A., Li, Z., Petrov, R. H., Sietsma, J., & Dollevoet, R. (2019). Influence of Microstructure on Mechanical Properties of Bainitic Steels in Railway Applications. *Metals*, 9(7), 778. <https://doi.org/10.3390/met9070778>
- [53] Morawiec, M., Ruiz-Jimenez, V., Garcia-Mateo, C., & Grajcar, A. (2020). Thermodynamic analysis and isothermal bainitic transformation kinetics in lean medium-Mn steels. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 142(5), 1709-1719. <https://doi.org/10.1007/s10973-020-10259-z>
- [54] Grajcar, A., Zalecki, W., Skrzypczyk, P., Kilarski, A., Kowalski, A., & Kołodziej, S. (2014). Dilatometric study of phase transformations in advanced high-strength bainitic steel. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 118(2), 739-748. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4054-2>
- [55]. Yar, M. A., Wang, Y., Zhou, X., & Soutis, C. (2018). Corrosion behaviour of an industrial shot-peened and coated automotive spring steel AISI 9254. *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 53(8), 564-573. <https://doi.org/10.1080/1478422x.2018.1511328>.
- [56] Abbaschian, R., & Reed-Hill, R. E. (2008). *Physical Metallurgy Principles* (4th ed.). Cengage Learning.
- [57] Tian, Junyu & Xu, Guang & Zhou, Mingxing & Hu, Haijiang. (2018). Refined Bainite Microstructure and Mechanical Properties of a High-Strength Low-Carbon Bainitic Steel Treated by Austempering Below and Above M S. *steel research international*. 89. 1700469. [10.1002/srin.201700469](https://doi.org/10.1002/srin.201700469).