



Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Facultad de Ingeniería

Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

“Evaluación de las propiedades y microestructura de un acero de medio manganeso con recocido intercrítico”

T E S I S

Que para obtener el grado de:

Maestra en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

Ing. Alba Mariel Valero Morales

Asesor:

Dr. José de Jesús Cruz Rivera



San Luis Potosí, S. L. P.

Septiembre 2023



FACULTAD DE
INGENIERÍA

20 de julio de 2023

**ING. ALBA MARIEL VALERO MORALES
P R E S E N T E.**

En atención a su solicitud de Temario, presentada por el **Dr. José de Jesús Cruz Rivera**, Asesor de la Tesis que desarrollará Usted con el objeto de obtener el Grado de **Maestra en Metalurgia e Ingeniería de Materiales**, me es grato comunicarle que en la sesión del H. Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 20 de julio del presente, fue aprobado el Temario propuesto:

TEMARIO:

"Evaluación de las propiedades y microestructura de un acero de medio manganeso con recocido intercrítico"

- Introducción.
1. Estado del arte de los aceros de medio manganeso y de los mecanismos de plasticidad inducida por maclaje y plasticidad inducida por transformación.
 2. Procedimiento experimental.
 3. Diseño e implementación del recocido intercrítico.
 4. Caracterización microestructural y evaluación de las propiedades del acero con recocido intercrítico.
 5. Análisis de la transformación del acero con recocido intercrítico durante la deformación.
- 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
DIRECCIÓN



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

"UASLP, más de un siglo educando con autonomía"

Resumen

Con base en las diversas investigaciones realizadas previamente por el grupo de investigación, se planteó estudiar un acero de medio manganeso (4.4% Mn) partiendo de una microestructura de laminación, se diseñaron seis recocidos intercríticos (R.I.) con dos temperaturas y tres tiempos de permanencia con la finalidad de promover el mecanismo de Plasticidad Inducida por Maclaje (TWIP) y/o la Plasticidad Inducida por Transformación (TRIP) para obtener alta resistencia a la tensión y alto porcentaje de elongación. El diseño del tratamiento intercrítico se realizó mediante el uso con diagramas simulados TTT, CCT, pseudobinario, porcentaje de fases, y de Energía de Falla de Apilamiento (EFA) con el fin de obtener una microestructura con ferrita y austenita enriquecida por los elementos de aleación (Mn y C).

Las propiedades mecánicas obtenidas en el acero con R.I. evidencian una alta elongación, una alta resistencia y un alto valor en el producto de resistencia máxima por elongación (mayor a 30000 MPa%) que ubican a 5 de las 6 condiciones de R.I. en aceros de la tercera generación. Además, se evaluó el grado de transformación martensítica en el acero deformado después del R.I. determinando que el grado de transformación dependió principalmente del enriquecimiento de C y Mn en la austenita.

Con base en los valores de elongación, dureza, resistencia máxima y el producto de resistencia por elongación, se considera la ocurrencia secuencial de los mecanismos TWIP y TRIP durante la deformación de la austenita.

Abstract

Based on the previous research made by the research group, it was proposed to study a medium manganese steel (4.4 %wt.) starting from a rolling microstructure. It was chosen two temperatures and three times for making the Intercritical Annealing (I.A.) looking for activating Transformation Induced Plasticity (TRIP) and Twinning Induced Plasticity (TWIP) to reach high values of ultimate tensile strength and total elongation. Intercritical Annealing design was carried out using simulated diagrams of TTT (Time-Temperature-Transformation), CCT (Continuous Cooling Transformation), pseudo-binary, phases percentages and Stacking Fault Energy (SFE) in order to obtain a microstructure with austenite (enriched by Mn and C) and ferrite.

The mechanical properties obtained in steel with I.A. showed high total elongation, high ultimate strength and product of ultimate tensile strength and total elongation higher than 30000M MPa%, this could situate this medium manganese steel within the third generation of Advanced High Strength Steel. Also, it was evaluated the extent of transformation in the steel with I.A. after deformation and it was determined that the grade of transformation, firstly, depended on enrichment by C and Mn into austenite.

Values of elongation, hardness, ultimate strength and product of ultimate tensile strength and total elongation, it is considered a sequential occurrence of TWIP and TRIP mechanisms during austenite deformation.

Dedicatoria

A mis papás, Pedro y Martha, gracias por todo el amor y apoyo. A mis hermanas, Isabel y Carmina, su confianza y amor de hermanas estará conmigo siempre, alegran mi vida. Los amo.

A mis amigas y amigos: Mariana, Paola, Jimena, Armando, Erik, Yves y Saúl que siempre han estado para motivarme y acompañarme en cualquier camino.

Arriba las chivas.

Agradecimientos

A la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, por proporcionarme la oportunidad de estudiar el posgrado.

Al CONAHCYT, por darme el apoyo económico para estudiar y desarrollar este trabajo de maestría.

Al CCIM de la Facultad de Ingeniería, UASLP, por brindarme accesibilidad para realizar las pruebas mecánicas de este trabajo.

Al Instituto Tecnológico de Morelia, por el apoyo en la realización de este trabajo y facilidad para acceder a las instalaciones y uso del equipo, en especial al Dr. Pedro Garnica González y sus alumnos, por el apoyo durante mis visitas; al Dr. Sergio Pacheco Cedeño, por su gran compromiso y ayuda en el proceso de laminación y diseño del recocido intercrítico, y por la vinculación proporcionada con la Universidad Michoacana para realizar parte de la experimentación donde recibí una buena atención por parte del Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde y su equipo.

Al Instituto de Metalurgia, por brindarme las instalaciones y estudios necesarios para realizar este proyecto. A su personal administrativo: C.P. Nayeli Madai Martínez Sánchez y María J.C. Guadalupe Moya Zertuche. A los técnicos: M.M.I.M. Rosa Lina Tovar Tovar y L.Q. Claudia Hernández Galván por apoyarme en la caracterización vía difracción de rayos X. A la M.I.M. Claudia Guadalupe Elías Alfaro por el apoyo brindado durante mis estudios y en la realización de pruebas de microdureza. A Alfredo Ruiz Prado por el apoyo en la preparación metalográfica de muestras. A Lorena Hernandez Hernandez, por su apoyo en microscopía y pruebas de microdureza. A Francisco Núñez y Jesús Flores Sandoval, por el apoyo en el corte y maquinado de muestras.

Al Dr. José de Jesús Cruz Rivera, por su apoyo incondicional, su asesoramiento y comprensión durante mis estudios de posgrado, siempre incitándome y motivándome a realizar las cosas correctamente. A los Doctores José Luis Hernández Rivera y Mitsuo Osvaldo Ramos Azpeitia, por su asesoramiento y consejos para realizar este trabajo.

A todos los compañeros y personal del Instituto de Metalurgia.

Contenido

Introducción.....	1
1 Estado del Arte de los Aceros de Medio Manganeso y de los Mecanismos de Plasticidad Inducida por Maclaje y Plasticidad Inducida por Transformación	2
1.1 Aceros Avanzados de Alta Resistencia (AHSS).....	2
1.2 Mecanismos de Plasticidad Inducida por Maclaje y Transformación	3
1.3 Microestructura	6
1.4 Efecto de los elementos aleantes	8
1.5 Temperatura Ms y la formación de la austenita	9
1.6 Discontinuidad en el efecto TRIP	12
1.7 Estabilidad de la austenita	14
1.7.1 Factores que afectan la estabilidad de la austenita	14
Justificación.....	15
Hipótesis.....	16
Objetivos	16
Objetivo general	16
Objetivos específicos	16
2 Procedimiento experimental	17
2.1 Fusión	18
2.2 Laminación.....	18
2.3 Preparación de muestras	19
2.4 Técnicas de caracterización.....	20
2.4.1 Difracción de Rayos X (DRX)	20
2.4.2 Microscopía óptica (MO) y Electrónica de Barrido (MEB).....	21
2.4.3 Pruebas de microdureza.....	22
2.4.4 Ensayos de tensión.	22
3 Diseño e implementación del Recocido Intercrítico	23
3.1 Recocido intercrítico.....	26
3.2 Acero en condición de laminación.....	27
3.2.1 Caracterización vía DRX	27

3.2.2	Resultados de microdureza	28
3.2.3	Caracterización vía MEB	29
3.2.4	Caracterización vía MO	29
3.2.5	Desarrollo de la microestructura durante la laminación	30
3.2.6	Evaluación de las propiedades mecánicas	30
4	Caracterización microestructural y evaluación de las propiedades del acero con recocido intercrítico	32
4.1	Resultados de la caracterización vía DRX	32
4.2	Evaluación de la microdureza	34
4.3	Resultados de la caracterización vía MEB	36
4.4	Caracterización vía MO	40
4.5	Desarrollo de la microestructura durante el R.I.	42
4.6	Evaluación de las propiedades mecánicas	44
5	Análisis de la transformación del acero con recocido intercrítico durante la deformación.....	47
5.1	Caracterización vía DRX	47
5.2	Resultados de las pruebas de microdureza	50
5.3	Resultados de la caracterización vía MEB	51
5.4	Desarrollo microestructural durante la deformación	54
5.5	Velocidad de endurecimiento por deformación	55
5.6	Análisis de la transformación del acero durante la deformación	58
5.7	Análisis Puntuales	60
	Conclusiones.....	67
	Referencias	69
	Anexo 1: Refinamiento de Rietveld	74

Índice de Figuras

Figura 1.1. Diagrama de la banana con la clasificación de AHSS [4].....	3
Figura 1.2. Mecanismo de endurecimiento en acero TRIP y TWIP [6].....	4
Figura 1.3. Diagrama de los mecanismos de plasticidad asociados a la energía de falla de apilamiento [11].....	5
Figura 1.4. Esquema de la deformación de austenita con mecanismo TWIP/TRIP [9].....	5
Figura 1.5. Esquema del recocido intercrítico en un acero de medio manganeso. Mn y C difunden en la austenita y Al/Si en la ferrita [11].....	6
Figura 1.6. Gráfica de la fracción de austenita en función del tiempo, de muestra laminada y muestras recocidas en la región intercrítica en diferentes tiempos [22].....	10
Figura 1.7. Evolución de la transformación martensítica en función del esfuerzo y temperatura [23]	11
Figura 1.8. Velocidad de endurecimiento por deformación y gráfico $\sigma-\varepsilon$ (a) endurecimiento por trabajo, (b) gráfico $\sigma-\varepsilon$ y (c) magnificación parcial del gráfico $\sigma-\varepsilon$ [15]	13
Figura 2.1. Esquema de las etapas de experimentación realizadas.	17
Figura 2.2. Lingote de acero medio manganeso.	18
Figura 2.3. Secuencia de laminación en caliente.	19
Figura 2.4. Corte de las láminas para ensayos de tensión (a) y (b) material maquinado de acuerdo con la norma ASTM E8 [1].	20
Figura 2.5. Muestras para DRX, MO, MEB y microdureza.	20
Figura 2.6. Medidas de las probetas sometidas a ensayos de tensión [28]	22
Figura 3.1. Diagrama CCT simulado vía JMat Pro para acero medio manganeso.	23
Figura 3.2. Diagrama TTT simulado vía JMat Pro para acero de medio manganeso.	24
Figura 3.3. Diagrama de fracción de fases simulado vía JMat Pro para acero medio Mn.	25
Figura 3.4. Diagrama pseudobinario simulado para un acero con 4.7% Mn [32]. .	25
Figura 3.5. Diagrama de EFA simulado vía JMat Pro para acero de medio manganeso con R.I. a 730 y 780°C.	26
Figura 3.6. Tratamiento intercrítico del acero medio manganeso.....	26
Figura 3.7. Decapado del material con ácido clorhídrico al 20%.....	27
Figura 3.8. Difractograma del acero medio manganeso en condiciones de laminación.....	28
Figura 3.9. Acero medio manganeso en condiciones de laminación.....	29
Figura 3.10. Acero medio manganeso en condiciones de laminación.....	30
Figura 3.11. Gráfica $\sigma-\varepsilon$ para el acero medio manganeso en condiciones de laminación.....	31

Figura 4.1. Difractograma de las probetas antes y después del recocido intercrítico a 730°C.	33
Figura 4.2. Difractograma de las probetas antes y después del recocido intercrítico a 780°C.	33
Figura 4.3. Fracción de fases presentes en muestras con R.I.	34
Figura 4.4. Gráfico del cambio de dureza en general en el acero medio manganeso.	35
Figura 4.5. Gráfico del cambio de dureza en el acero medio manganeso en la fase ferrítica.	35
Figura 4.6. Gráfico del cambio de dureza en el acero medio manganeso en el producto de reversión de la martensita.	35
Figura 4.7. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 30 minutos.	36
Figura 4.8. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 60 minutos.	37
Figura 4.9. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 120 minutos.	37
Figura 4.10. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 30 minutos.	38
Figura 4.11. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 60 minutos.	39
Figura 4.12. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 120 minutos.	39
Figura 4.13. Acero de medio manganeso con R.I. durante 120 minutos a (a) 730°C y (B) 780°C.	40
Figura 4.14. Acero de medio manganeso con R.I. a 730°C y 30 (A), 60 (B) y 120 (C) minutos y R.I. a 780° C y 30 (D), 60 (E) y 120 (F) minutos.	41
Figura 4.15. Esquema ilustrativo de la nucleación y crecimiento de la austenita durante el R.I.	43
Figura 4.16. Curvas σ - ϵ de las probetas con R. I. a 730°C y en condiciones de laminación.	45
Figura 4.17. Curvas σ - ϵ de las probetas con R. I. a 780°C y en condiciones de laminación.	45
Figura 5.1. Difractograma del acero de medio manganeso con R. I. a 730°C después del ensayo de tensión.	47
Figura 5.2. Difractograma del acero de medio manganeso con R. I. a 780°C después del ensayo de tensión.	48
Figura 5.3. Acercamiento al pico de la fase austenítica del difractograma del acero de medio manganeso con R. I. a 780°C y 30 minutos después del ensayo de tensión.	48
Figura 5.4. Fracción en volumen de la fase austenítica antes y después del R. I.	49
Figura 5.5. Dureza de la probeta con R. I. antes y después del ensayo de tensión.	50
Figura 5.6. Dureza del acero con R. I. en la fase ferrítica antes y después del ensayo de tensión.	51
Figura 5.7. Dureza del acero con R. I. antes y después del ensayo de tensión.	51
Figura 5.8. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 30 minutos.	52
Figura 5.9. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 60 minutos.	52
Figura 5.10. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 120 minutos.	52

<i>Figura 5.11. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 30 minutos.</i>	53
<i>Figura 5.12. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 60 minutos.</i>	53
<i>Figura 5.13. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 120 minutos.</i>	54
<i>Figura 5.14. Curva SHR y σ-ϵ para acero con R.I. a 730°C.</i>	56
<i>Figura 5.15. Curva SHR y σ-ϵ para acero con R.I. a 780°C.</i>	57
<i>Figura 5.16. Análisis puntual medido vía EDS de la zona ferrítica del acero con R.I. a 730°C, 60 minutos.</i>	61
<i>Figura 5.17. Análisis puntual medido vía EDS de la zona martensítica del acero con R.I. a 730°C, 60 minutos.</i>	61
<i>Figura 5.18. Análisis puntual medido vía EDS de la zona ferrítica del acero con R.I. a 780°C, 30 minutos.</i>	62
<i>Figura 5.19. Análisis puntual de la zona martensítica medido vía EDS del acero con R.I. a 780°C, 30 minutos.</i>	62
<i>Figura 5.20. Análisis puntuales medidos vía EDS de la zona austenítica del acero con R.I. a 730°C, 60 minutos.</i>	63
<i>Figura 5.21. Análisis puntuales medidos vía EDS de la zona austenítica del acero con R.I. a 780°C, 30 minutos.</i>	64

Índice de Tablas

<i>Tabla 2.1. Composición química del acero determinada vía OES.</i>	18
<i>Tabla 2.2. Dimensiones y deformación del acero antes y después de la laminación en caliente.</i>	19
<i>Tabla 2.3. Condiciones de operación para DRX.</i>	21
<i>Tabla 3.1. Fracción en volumen de las fases del acero medio manganeso en condiciones de laminación.</i>	27
<i>Tabla 3.2. Durezas en escala Vickers para el acero en condiciones de laminación.</i>	28
<i>Tabla 3.3. Propiedades del acero medio manganeso en condiciones de laminación.</i>	31
<i>Tabla 4.1. Cambio de la fracción de volumen para cada R.I.</i>	32
<i>Tabla 4.2. Resultados de pruebas de tensión del acero medio manganeso con R.I. a d 730°C.</i>	44
<i>Tabla 4.3. Resultados de pruebas de tensión del acero medio manganeso con R. I. a 780°C.</i>	45
<i>Tabla 5.1. Grado de transformación del acero de medio manganeso con R. I. posterior a ensayos de tensión</i>	49
<i>Tabla 5.2. Estabilidad de la austenita (parámetro k)</i>	57

<i>Tabla 5.3. Propiedades alcanzadas en aceros con mecanismo de plasticidad TWIP y/o TRIP en investigaciones similares.</i>	<i>58</i>
<i>Tabla 5.4. Composición química de las fases medido vía EDS en el acero con R.I. a 730° C y 60 minutos.....</i>	<i>61</i>
<i>Tabla 5.5. Composición química de las fases medida vía EDS en el acero con R.I. a 780° C y 30 minutos.....</i>	<i>62</i>
<i>Tabla 5.6. Composición química medida vía EDS, temperatura Ms y C calculados de la austenita con R.I. a 730°C, 60 minutos.</i>	<i>63</i>
<i>Tabla 5.7. Composición química medida vía EDS, temperatura Ms y C calculado de la austenita con R.I. a 730°C, 60 minutos.</i>	<i>64</i>
<i>Tabla 5.8. Propiedades del acero de medio manganeso en diferentes etapas de experimentación.</i>	<i>66</i>
<i>Tabla 9. Valor de los parámetros obtenidos en el refinamiento Rietveld.....</i>	<i>76</i>
<i>Tabla 10. Valor de los parámetros obtenidos en el refinamiento Rietveld.....</i>	<i>76</i>

Introducción

Durante los últimos años en el ámbito de investigación en materiales y con el propósito de mejorar las propiedades mecánicas y físicas en los materiales, se han desarrollado y estudiado distintos materiales con mecanismos dependientes de la naturaleza y procesamiento del material. Respecto a los aceros, se pueden encontrar distintas clasificaciones de aleaciones agrupadas en familias de primera, segunda y tercera generación. Los aceros se pueden subdividir de acuerdo con sus propiedades mecánicas, motivo por el que se evalúan, principalmente, su resistencia máxima y tenacidad, por lo cual se consideran los valores del último esfuerzo de tensión, esfuerzo de cedencia y porcentaje de elongación.

Los mecanismos de Plasticidad Inducida por Maclaje (TWIP) y Plasticidad Inducida por Transformación (TRIP) han sido estudiados por múltiples investigadores en el mundo y, dentro de la rama de los aceros, se encontró la forma de replicar dichos mecanismos de plasticidad a través de aceros con contenido de Mn, Al y Si (principalmente) con el objetivo de alcanzar valores de resistencia y elongación relativamente altos (800-1200 MPa y 30-60%, respectivamente) mediante el diseño de una microestructura multifásica fina y valores de energía de falla de apilamiento (EFA) específicos. En el presente trabajo, se presentan los antecedentes de los aceros de medio manganeso situándolos como candidatos en la clasificación de los aceros avanzados de alta resistencia, así como mencionar las características microestructurales y propiedades mecánicas que pueden desarrollar a partir de ser sometidos a un recocido intercrítico (R.I.), para presentar el efecto TWIP y/o TRIP durante su deformación.

Los mecanismos de plasticidad TRIP y TWIP se desarrollan a nivel microestructural en los granos de austenita la cual es enriquecida y estabilizada a temperatura ambiente por la difusión de C y Mn, principalmente. Estos mecanismos mejoran la capacidad de absorción de energía del material durante la deformación plástica a través de maclaje y transformación de austenita a martensita, mejorando considerablemente la relación de resistencia y elongación del material.

Se han realizado investigaciones similares buscando la activación de los mecanismos de plasticidad TWIP/TRIP variando el contenido de Mn en la aleación, uno de los principales enfoques del presente proyecto es el bajo contenido de Mn buscando alcanzar una buena relación de propiedades mecánicas y bajo costo por lo que se propuso un contenido de 4% Mn.

1 Estado del Arte de los Aceros de Medio Manganeso y de los Mecanismos de Plasticidad Inducida por Maclaje y Plasticidad Inducida por Transformación

1.1 Aceros Avanzados de Alta Resistencia (AHSS)

Los Aceros Avanzados de Alta Resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés) son aceros con una microestructura multifásica que contienen una o más fases distintas, por ejemplo, martensita, bainita, austenita y/o austenita retenida en cantidades suficientes para producir propiedades mecánicas mejoradas. Algunos tipos de AHSS tienen una mayor capacidad de endurecimiento por deformación, lo que da como resultado un equilibrio entre resistencia y ductilidad superior al de los aceros convencionales [1].

Los AHSS de primera generación se basan en una matriz de ferrita para una ductilidad mínima, con cantidades variables de otros componentes microestructurales como martensita, bainita y austenita retenida que proporcionan resistencia y ductilidad adicional. Sin embargo, pueden surgir desafíos de formabilidad local en algunas aplicaciones debido a las amplias diferencias de dureza entre los componentes microestructurales [2].

Los grados de AHSS de segunda generación tienen, esencialmente, una microestructura completamente austenítica y se basan en un mecanismo de deformación por maclaje para proporcionar resistencia y ductilidad; suelen ser aceros de mayor costo debido al complejo procesamiento para obtenerlo, además de ser altamente aleados lo que los hace tener elevados costos de producción [2]. El primer acero comercial con mecanismo TRIP fue desarrollado por *Nippon Steel Corporation* [3] en los 90's con una composición de Fe-0.4C-1.5Si-0.8Mn a través de un R. I. y un tratamiento bainítico isotérmico. Los aceros TRIP con microestructura multifásica basada en ferrita pertenecen a la primera generación de aceros avanzados de alta resistencia.

Los AHSS de tercera generación son aceros multifásicos diseñados para mejorar su conformabilidad. Por lo general, estos aceros se basan en obtener una microestructura con austenita retenida en una matriz de bainita y/o martensita y, potencialmente, con ferrita. Estas fases en proporciones y distribuciones específicas desarrollan una mejora en las propiedades mecánicas del acero [2].

Para ubicar los diferentes tipos de aceros en cada familia de AHSS se ha empleado

el uso del gráfico de la banana (ver Figura 1.1), la clasificación se basa en las propiedades mecánicas, principalmente parámetros de resistencia y formabilidad como la resistencia máxima a la tracción (UTS) y el alargamiento total (TE), basándose en el producto de las propiedades mencionadas ($UTS \times TE$) el gráfico sigue una función hiperbólica proporcionando una buena base para la clasificación de los AHSS. El desarrollo del grupo de AHSS de tercera generación puede identificarse claramente en el diagrama de la Figura 1.1 entre las regiones de AHSS de primera y segunda generación [4].

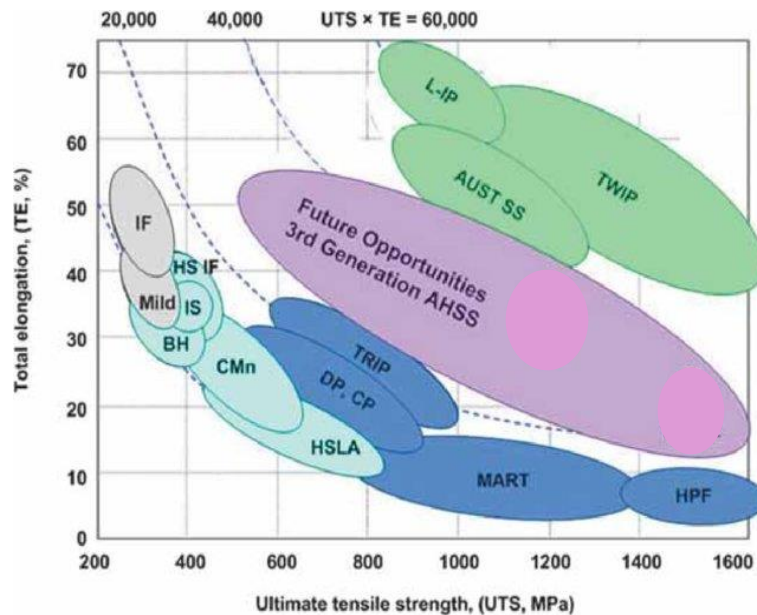


Figura 1.1. Diagrama de la banana con la clasificación de AHSS [4].

En general, los aceros de tercera generación exhiben una microestructura multifásica la cual debe tener un porcentaje en volumen de austenita (enriquecida y estable a temperatura ambiente) que proporciona el efecto TWIP y/o TRIP durante la deformación plástica, lo que resulta en una alta resistencia a la tracción y una buena ductilidad [3].

1.2 Mecanismos de Plasticidad Inducida por Maclaje y Transformación

En el efecto TWIP (ver Figura 1.2), las maclas de deformación actúan como obstáculos efectivos para el movimiento de las dislocaciones, reduciendo el camino libre medio de una dislocación aumentando la resistencia, es decir, las maclas

proporcionan un refinamiento continuo de la microestructura, lo que reduce de manera eficiente el camino libre medio de la dislocación [5]. El efecto TRIP, promueve la transformación de la austenita metaestable a martensita ϵ (HCP) o martensita α' (BCT) durante la deformación plástica, por lo que es posible retardar la localización de la deformación y facilitar la deformación homogénea. Los efectos TWIP y/o TRIP pueden actuar simultánea o individualmente y su ocurrencia está relacionado con la composición química, temperatura, estado de esfuerzo y de la energía de falla de apilamiento.

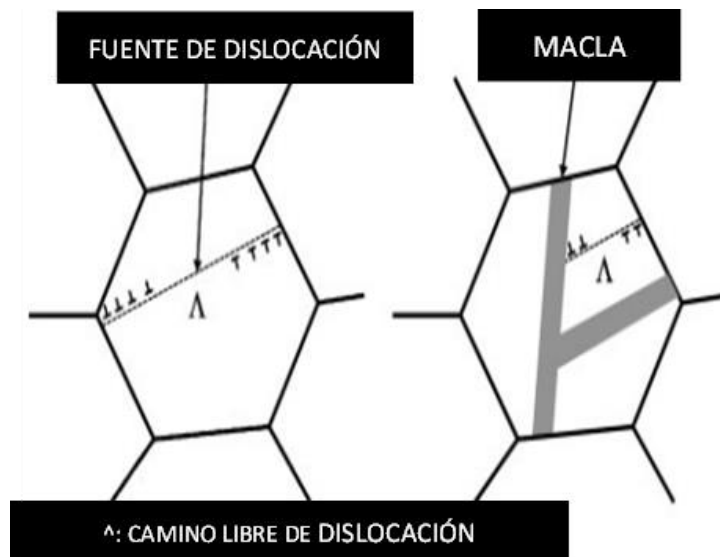


Figura 1.2. Mecanismo de endurecimiento en acero TRIP y TWIP [6]

La disociación de una dislocación perfecta en dos dislocaciones parciales tiende a la formación de fallas de apilamiento. Generalmente, una EFA baja ($<20 \text{ mJ/m}^2$) favorece el efecto TRIP, mientras que una alta EFA ($20\text{-}50 \text{ mJ/m}^2$) favorece al efecto TWIP [7]. Ambos mecanismos de deformación pueden ocurrir al mismo tiempo cuando la EFA está dentro de un valor entre 15 y 20 mJ/m^2 , en el área de transición de la Figura 1.3. Es decir, es factible generar un maclaje seguido de la formación de martensita generada por deformación de la austenita enriquecida.

La EFA es un parámetro importante, pero por sí mismo no puede predecir los mecanismos de plasticidad. Incluso en el acero TWIP, el maclaje sólo tiene lugar si se cumplen condiciones relacionadas con la orientación del grano, la dirección del esfuerzo aplicado, la cantidad de deformación, la EFA y la temperatura [8].

La Figura 1.4 muestra el efecto combinado TWIP/TRIP en los granos de austenita al estar sometidos a deformación. Inicialmente, se tienen granos de austenita estabilizada y sin deformación. Cuando el grano comienza a deformarse, se activa

la formación de maclas en los granos de austenita por el efecto TWIP. Una vez que termina la formación de maclas, comienza a nuclearse en las intersecciones de las maclas, la martensita ϵ . Después, el efecto TRIP toma lugar y la martensita ϵ se transforma a martensita α' [9]. La transformación martensítica durante la deformación es influenciada por el contenido de Mn en el acero, la transformación $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ típicamente ocurre en aceros con contenidos de Mn entre 15-30 % en peso mientras que la secuencia $\gamma \rightarrow \alpha'$ tiene mayor presencia en aceros de medio manganeso (5-12 % en peso de Mn) [10].

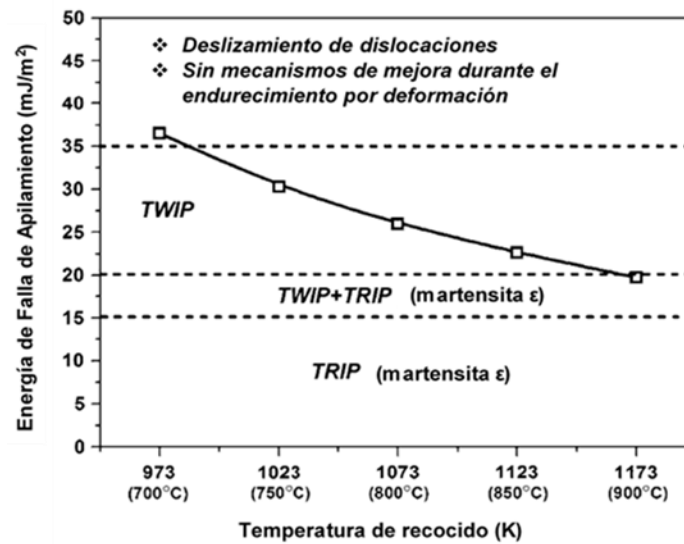


Figura 1.3. Diagrama de los mecanismos de plasticidad asociados a la energía de falla de apilamiento [11].

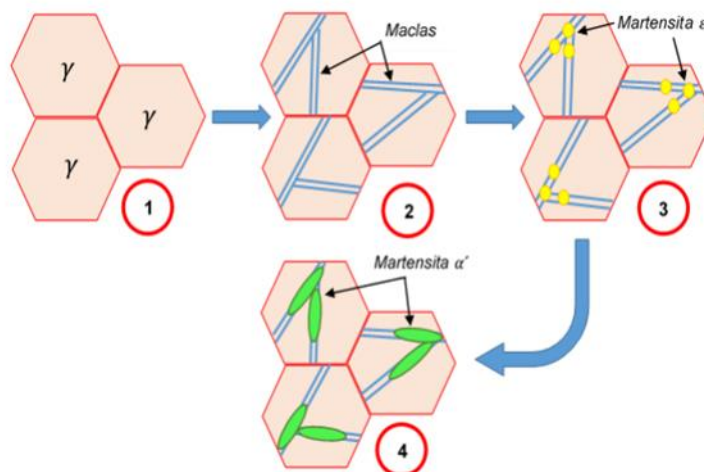


Figura 1.4. Esquema de la deformación de austenita con mecanismo TWIP/TRIP [9].

1.3 Microestructura

Los aceros multifásicos TRIP consisten en ferrita, austenita retenida y algunas veces presentan una pequeña cantidad de martensita y bainita [12]. Su buena relación resistencia y ductilidad es resultado de los granos de austenita retenida presentes en la microestructura [12]. Gorlenko *et al.* [13] establecieron que la cantidad de deformación requerida para la activación del mecanismo de plasticidad depende de la morfología de los granos, la cantidad de carbono y las fases vecinas de la austenita, ya que, el efecto TRIP implica la transformación de $\gamma_{\text{metaestable}}$ a martensita, ocurriendo en un rango suficientemente amplio de deformaciones por tracción, con un retraso simultáneo en la formación del encuellamiento.

Para obtener un acero con comportamiento TRIP es necesario realizar un recocido intercrítico, es decir, un calentamiento en la región bifásica de ferrita-austenita, durante el cual la austenita se enriquece por C y Mn por difusión. Finalmente, en el enfriamiento a temperatura ambiente la austenita enriquecida (que es suficientemente estable), permanece retenida en la microestructura, mientras que la que no es estable, se transforma a martensita [14]. Un R.I. que promueva la microestructura deseada, se refiere a un calentamiento entre la temperatura Ac_1 y Ac_3 , es decir, entre el inicio y la finalización de la formación de austenita durante un calentamiento continuo. En este tratamiento térmico, el Mn y C difunden hacia la fase γ enriqueciéndola y eventualmente haciéndola estable a temperatura ambiente, por lo tanto, es importante usar temperaturas en las cuales se evite la formación de cementita o carburos (ver Figura 1.5)

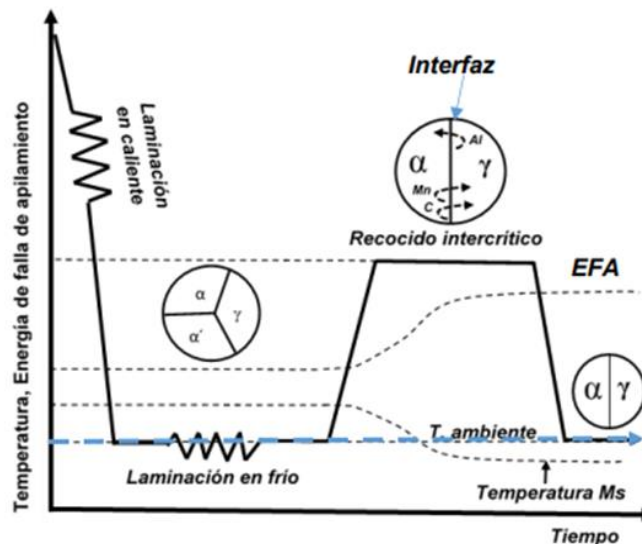


Figura 1.5. Esquema del recocido intercrítico en un acero de medio manganeso. Mn y C difunden en la austenita y Al/Si en la ferrita [11]

Generalmente, estos aceros son calentados en la región de la austenita para ser templado y obtener una microestructura con contenidos altos de martensita. Durante el recocido intercrítico, la martensita se transforma a austenita en un paso conocido como “transformación de la austenita revertida” (ART, por sus siglas en el idioma inglés). La austenita retenida se obtiene después de un enriquecimiento exitoso de C y Mn en la austenita revertida durante el proceso de R.I. La temperatura de descomposición de la austenita incrementa con el incremento del contenido de Mn, lo que sugiere que la estabilización térmica de la austenita sea mejorada con la adición de Mn [15].

Por otro lado, Jaques *et al.* [16] reportan que las propiedades mecánicas también son afectadas por las interacciones entre las fases, cuando la austenita esta dispersa en una matriz multifásica con mayor contenido de ferrita, la velocidad de transformación inducida por deformación tiene relación con la distribución de esfuerzos entre la austenita y las fases vecinas; por lo tanto, no sólo el enriquecimiento de la austenita es importante en el R. I. sino que también un manejo del volumen de las demás fases presentes.

El efecto del recocido intercrítico se describe a través de tres características principales [17]

- I. El enriquecimiento de la fase austenítica con el carbono además de la partición de ciertos elementos de aleación hacia la misma fase.
- II. La transformación al enfriarse ocurre bajo la condición de coexistencia de las fases austenita-ferrita y, por lo tanto, en presencia de límites de grano austenita-ferrita que facilitan significativamente la formación de ferrita a partir de austenita o la formación de austenita y ferrita a partir de la martensita.
- III. A cortos tiempos de recocido intercrítico, la austenita coexistiendo en la zona bifásica se caracteriza por una heterogeneidad en su composición química.

Para el diseño del tratamiento intercrítico se hace uso de diagramas simulados, por ejemplo, Pacheco *et al.* [18] mencionan que el diagrama Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT) es usado para diseñar los tratamientos térmicos del acero conociendo la fase que se producirá al mantener el material a determinada temperatura durante un tiempo específico. Después de un enfriamiento a temperatura ambiente, mediante el uso de un diagrama de enfriamiento continuo (CCT) es posible predecir si la o las fases se mantendrán estables o se transformarán. Dichos diagramas son propios para cada acero pues dependen de la composición química del material.

1.4 Efecto de los elementos aleantes

Una adecuada selección de la composición de los aceros es importante para asegurar la presencia de los mecanismos TWIP/TRIP, ya que de ella depende el grado de estabilización de la austenita, el control en la precipitación de cementita y la formación de perlita, además de promover la formación de las fases requeridas para la optimización de las propiedades mecánicas. A continuación, se detalla los efectos de diferentes elementos aleantes en los aceros de medio manganeso.

Carbono: es el estabilizador más económico para la austenita además de ser uno de los elementos más efectivos en mejorar la resistencia de la aleación pues cada 0.1%C incrementa la resistencia a la tensión alrededor de 100 MPa. El carbono, además, al enriquecer la fase austenítica reduce la temperatura de inicio de la transformación martensítica (Ms). Sin embargo, el C retarda la transformación de la bainita (no deseable para aceros TRIP) y puede causar problemas de soldabilidad por lo cual su contenido debe ser alrededor de 0.3% en peso [3].

Manganeso: El manganeso se conoce como un fuerte estabilizador de austenita que promueve una mayor templabilidad de ésta [17]. Incrementa la solubilidad del C en la austenita en equilibrio con cementita, dando como resultado la inhibición de la transformación perlítica, además de bajar la temperatura de precipitación de cementita. También reduce el coeficiente de actividad del carbono en la ferrita y austenita, además de incrementar la solubilidad del carbono en la ferrita. Concentraciones elevadas de Mn promueven la formación de bandas de segregación de Mn, sin embargo, una alta relación Si:Mn evita la formación de las bandas de segregación [19]

Silicio: Inhibe la formación de cementita dando como resultado el enriquecimiento en C de la austenita que finalmente promueve su estabilización a temperatura ambiente, además de incrementar la actividad de C en la ferrita promoviendo la partición de C a la fase austenítica[20]. El nivel mínimo necesario para inhibir la formación de cementita en este tipo de aceros es de alrededor del 0.8% en peso. Sin embargo, un alto contenido de silicio perjudica la calidad de la superficie y empobrece la capacidad de galvanización. Para evitar esto, el Si es parcialmente sustituido por Al [15].

Aluminio: La formación de nueva ferrita durante la descomposición de la austenita en el enfriamiento es un factor importante para la estabilización de la austenita

debido a la partición de C en γ previniendo la formación de bainita y extendiendo el intervalo de transformación martensítica, por lo cual el aluminio es utilizado como sustituto parcial del silicio, ya que evita la formación de la perlita promoviendo la transformación martensítica para la austenita restante durante el enfriamiento a velocidades bajas. También aumenta notablemente la solubilidad máxima de carbono en austenita, además de ampliar el intervalo de la zona intercrítica [17].

Los elementos formadores de ferrita, como el Si y el Al, reducen la actividad termodinámica del carbono en γ , mejoran la solubilidad y promueven un mayor contenido de carbono efectivo en la fase γ , además de evitar la segregación de fases que contienen carbono cercade los límites de la interfase [17]. La partición del carbono de las fases bcc a la austenita mejora en gran medida su estabilidad. Por lo tanto, el Si y el Al son elementos esenciales usados para restringir la precipitación de carburos y facilitar la partición del carbono [3].

Se ha reportado [17] que una fracción volumétrica de γ entre 20-30% en la microestructura, da la combinación optima de resistencia y ductilidad en aceros multifásicos TRIP/TWIP. Además se menciona que la perlita es dañina para estos aceros ya que contiene carbono reduciendo el contenido de C en la austenita, lo que decrementa la estabilidad y la fracción de ésta en la microestructura a temperatura ambiente [14].

1.5 Temperatura Ms y la formación de la austenita

La temperatura de templado es importante, ya que controla la cantidad de austenita retenida que tendrá la aleación, es por lo que se ha desarrollado una función para maximizar la cantidad de austenita retenida que se va a obtener. Este modelo considera una partición entera del carbono de la martensita a la austenita. Las fracciones de martensita y austenita a cierta temperatura son determinadas por la ecuación empírica de Koistinen-Marburguer [21]

$$f_{\alpha'} = 1 - \exp[-a \times (M_s - T)] \quad (1)$$

Donde $f_{\alpha'}$ es la fracción de austenita que se transforma a martensita, a es una constante empírica que puede ser tomada como 0.011 y M_s es función de la composición del acero. Es posible conocer las fracciones finales de las fases al sustituir M_s con la temperatura ambiente. A mayor temperatura de temple se

obtiene una mayor cantidad de austenita retenida mientras que la cantidad de carbono que puede ser transportado a la austenita tiene un decremento haciendo a la fase inestable lo que ocasiona que se transforme a martensita en un subsecuente enfriamiento. Además, manejar una temperatura de temple alta puede asegurar una mayor cantidad de austenita retenida, sin embargo, estudios demuestran que una máxima cantidad de austenita no significa optimización en las propiedades mecánicas [4]. La Figura 1.6 [22] muestra un gráfico de la fracción de fase presente en un acero con 10% de Mn (% en peso) y un R.I. a 680°C para diferentes tiempos de R.I., el autor establece que después de un tiempo específico (5 horas, aproximadamente) la cantidad de fase tiende a tener un comportamiento constante mostrando la existencia de un límite en la fracción de austenita formada durante el tratamiento intercrítico.

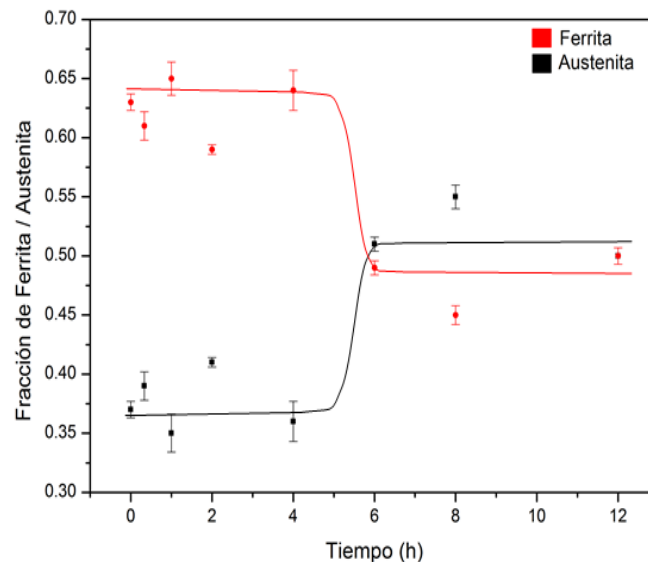


Figura 1.6. Gráfica de la fracción de austenita en función del tiempo, de muestra laminada y muestras recocidas en la región intercrítica en diferentes tiempos [22].

Por otra parte, la microestructura refinada obtenida por R.I. es el resultado del tratamiento de transformación revertida de austenita (ART, por sus siglas en el idioma inglés), el C y Mn difunden de la martensita a la austenita durante el paso isotérmico. Además, cantidades pequeñas de Mn segregan en la interfaz martensita/austenita promoviendo el crecimiento de la austenita. En resumen, la fracción y estabilidad de la austenita en aceros de medio Mn se adjudican a este tratamiento. La cantidad de austenita retenida aumenta con el incremento de la temperatura de R.I. mientras que, la difusión de C y Mn tienen un comportamiento opuesto provocando la desestabilización de la austenita. Por lo tanto, se debe

seleccionar una temperatura ligeramente más baja que aquella en la que la cantidad de austenita retenida sea la máxima fracción posible de alcanzar, consecuentemente, permite que la austenita revertida mantenga la densidad de dislocaciones obtenidas durante el laminado y permite el refinamiento de grano, ya que los embriones de austenita nuclean en los límites de los listones de martensita o en los límites de austenita priori [3].

Es importante mencionar las temperaturas críticas en la transformación martensítica, las cuales son:

M_s : Temperatura de inicio de transformación martensítica.

Por debajo de esta temperatura, la transformación de austenita a martensita sucede de forma espontánea.

M_s^σ : Temperatura a partir de la cual ocurre el efecto TRIP.

M_d : Temperatura máxima a la cual se inhibe el efecto TRIP.

En la Figura 1.7 [23] se puede observar el efecto del esfuerzo dependiendo de la temperatura. En la zona de la izquierda (temperatura por debajo de M_s) la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$ es espontánea. En la región entre M_s y M_s^σ la transformación inicia por pequeñas deformaciones plásticas, teniendo un comportamiento lineal hasta llegar al esfuerzo de fluencia del material, donde el comportamiento deja de ser lineal y comienza la región de la martensita asistida por deformación (S.A.M.). Finalmente, el efecto TRIP se encuentra en la zona entre M_s^σ y M_d , donde el esfuerzo aplicado es mayor al esfuerzo de cedencia de la austenita por lo que γ se deforma plásticamente dando lugar a nuevos sitios de nucleación para la martensita.

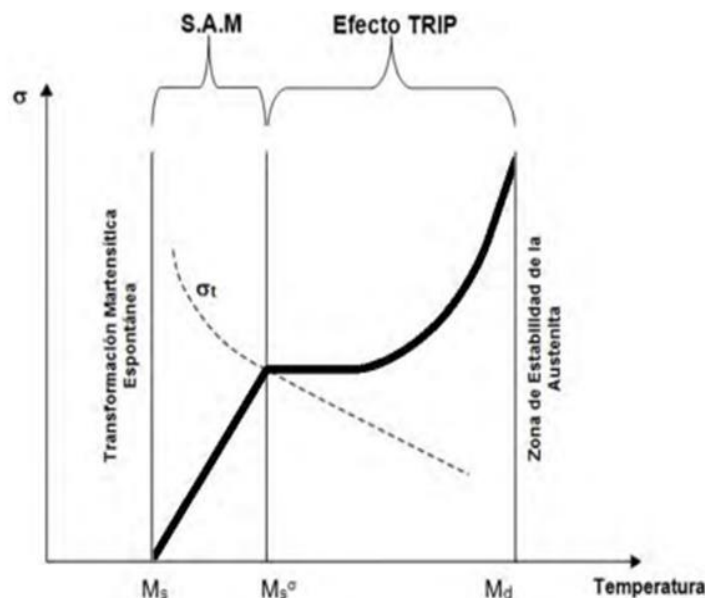


Figura 1.7. Evolución de la transformación martensítica en función del esfuerzo y temperatura [23]

Para la determinación de las temperaturas Ms y Md se han reportado ecuaciones que demuestran su dependencia de la composición química del acero [24]:

$$M_s(K) = 273 + 545.8 * e^{-1.632 * X_C} - 30.4 * X_{Mn} - 7.5 * X_{Si} + 30 * X_{Al} - 59.9 * X_P \quad (2)$$

$$M_d(^{\circ}C) = 7.6 - 28.0 * X_{C,\gamma_{ret}} + 79.2 * X_{Mn} + 13.3 * X_{Al} - 293.6 * X_P \quad (3)$$

Mientras que para determinar Ms^σ se utiliza el método experimental SS-TV-TT (*single specimen, temperature-variable, tensión-test*). Este método consiste en realizar pruebas de tensión variando la temperatura para cada probeta, el intervalo de temperatura de prueba se encuentra entre Ms y Md. La temperatura Ms^σ se determina cuando el cambio en la dirección de la curva en la zona de cedencia se vuelve suave.

Existen algunas expresiones para determinar las temperaturas críticas Ac₁ y Ac₃ para realizar simulación y obtener los diagramas necesarios para establecer la temperatura del recocido intercrítico [25]. Por ejemplo:

Trzasca (°C)

$$A_{c1} = 739 - 22.8C - 6.8Mn + 18.2Si + 11.7Cr - 15Ni - 6.4Mo - 5V - 28Cu \quad (4)$$

$$A_{c3} = 937.3 - 224.5\sqrt{C} - 17Mn + 34Si - 14Ni + 21.6Mo + 41.8V - 20Cu \quad (5)$$

Andrews (°C)

$$A_{e1} = 723 - 16.9Ni + 29.1Si + 6.38W - 10.7Mn + 16.9Cr + 290As \quad (6)$$

$$A_{e3} = 91 - 203\sqrt{C} - 44.7Si - 15.2Ni + 31.5Mo + 104V + 13.1W - 30Mn + 11Cr + 20Cu - 700P - 400Al - 120As - 400Ti \quad (7)$$

Grange (°F)

$$A_{e1} = 1333 - 25Mn + 40Si + 42Cr - 26Ni \quad (8)$$

$$A_{e3} = 1570 - 323C - 25Mn + 80Si - 3Cr - 32Ni \quad (9)$$

1.6 Discontinuidad en el efecto TRIP

De acuerdo con investigaciones reportadas en la literatura [15] los aceros con contenidos de manganeso entre 5-7% exhiben tres etapas en la evolución de la velocidad de endurecimiento por trabajo.

- En la primera etapa, el endurecimiento por trabajo rápidamente decrementa.

- En la segunda etapa el endurecimiento por trabajo incrementa y decrecienta mostrando serraciones en la curva.
- En la tercera etapa, hay una caída continua en el endurecimiento por trabajo.

La mayoría de los estudios publicados [15], relacionan la primera etapa a la deformación de la ferrita, la segunda etapa muestra un alto endurecimiento por trabajo debido a la ocurrencia del efecto TRIP y/o TWIP y la tercera etapa se relaciona a una posible deformación de la ferrita y la martensita, pues la transformación martensítica no ocurre en esta etapa.

Para entender la discontinuidad del efecto TRIP, ha sido reportado [13],[26] un análisis de la tercera región de la Figura 1.8. La deformación desde el punto de los picos A1 a B1 pueden ser divididos en dos etapas. En la primera etapa (A1-A2) la transformación martensítica se activa cuando cierto esfuerzo crítico es alcanzado y la transformación toma lugar continuamente en la austenita restante con estabilidad similar. En esta etapa, el endurecimiento por trabajo incrementa rápidamente por el efecto TWIP y TRIP y corresponde a la caída abrupta seguido por un incremento gradual y lento. La segunda etapa (A2-B1) consiste en acumulación de esfuerzos. En esta etapa, el endurecimiento por trabajo decrece y se recupera cuando el esfuerzo es adecuadamente alto (B1), iniciando una segunda ronda del efecto TWIP/TRIP, correspondiente a la etapa B1-B2. Considerando que el esfuerzo en el punto B1 es mayor al del punto A1, es muy probable que la austenita con un mayor grado de estabilidad sea transformada, tanto que un mayor esfuerzo es transferido a la ferrita de los alrededores, resultando en una mayor deformación.

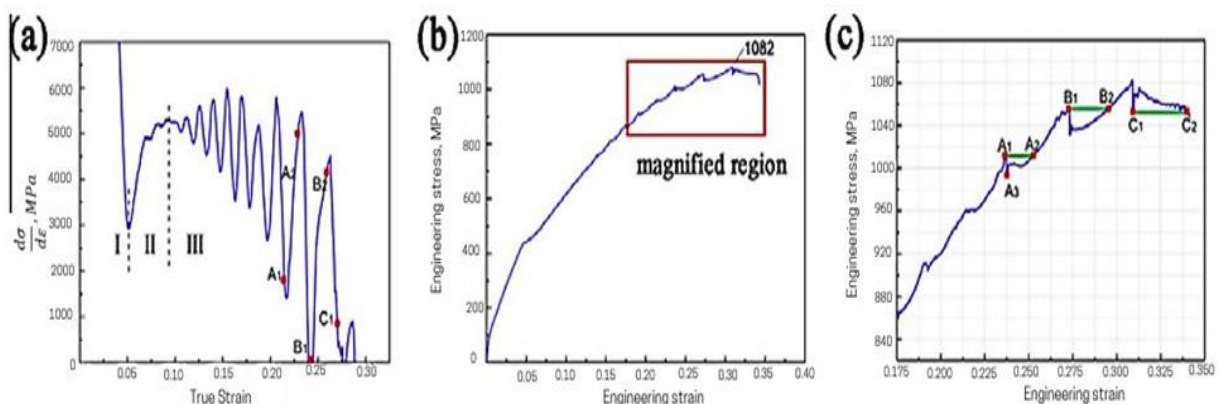


Figura 1.8. Velocidad de endurecimiento por deformación y gráfico $\sigma-\epsilon$ (a) endurecimiento por trabajo, (b) gráfico $\sigma-\epsilon$ y (c) magnificación parcial del gráfico $\sigma-\epsilon$ [15]

Comparando con otras microestructuras de acero TRIP de medio Mn, la discontinuidad del efecto TRIP se debe a dos factores [15]:

- I. La transformación martensítica conlleva a una expansión del volumen que causa deformación plástica en la ferrita y, consecuentemente, introduce una relajación y transferencia de esfuerzos locales concentrados.
- II. La austenita con diferentes grados de estabilidad mecánica es responsable de la discontinuidad del efecto TRIP cuando un esfuerzo crítico es alcanzado.

1.7 Estabilidad de la austenita

1.7.1 Factores que afectan la estabilidad de la austenita

Investigaciones anteriores sugieren la existencia de una estabilidad óptima en la austenita retenida. La estabilidad de la austenita contra la transformación de martensita inducida mecánicamente depende de la composición química (principalmente del contenido de C), tamaño de grano y morfología de la austenita. La austenita retenida laminar y granular es mucho más estable que la equiaxiada. La microestructura laminar, exhibe un comportamiento de endurecimiento por trabajo superior a mayores grados de deformación, mientras que la microestructura equiaxiada tiene una velocidad de transformación relativamente mayor.

La estabilidad de la austenita puede ser descrita por la ecuación 10 [15]:

$$f_{\gamma} = f_{\gamma 0} \exp(-k\varepsilon) \quad (10)$$

Donde $f_{\gamma 0}$, f_{γ} y k son la fracción inicial de austenita, la fracción de austenita a una deformación ε y la estabilidad mecánica de la austenita, respectivamente. Un mayor valor de k corresponde a una mayor fuerza impulsora para la transformación y menor estabilidad de la austenita.

El tamaño de grano de la austenita incrementa con el incremento de la temperatura de R.I. y es la principal razón de decremento de estabilidad de la austenita. Las concentraciones de C y Mn decrecen con el incremento de la temperatura de R.I., lo cual también baja la estabilidad de la austenita. El enriquecimiento de C y los elementos de aleación en la austenita, se estima a partir de ecuación 11 reportada por Van Dijk *et al.* [27]

$$a_{\gamma} = 0.3556 + 0.00453X_C + 0.000095X_{Mn} + 0.00056X_{Al} \quad (11)$$

Donde X_C , X_{Mn} y X_{Al} son las concentraciones de carbono, manganeso y aluminio en austenita, respectivamente, en porcentaje en peso, a_γ es el parámetro de red de la austenita, en nm, el cual puede ser calculado de la siguiente manera:

$$a_\gamma = \left(\frac{\lambda}{2\text{sen}\theta} \right) \times \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (12)$$

$$d_{hkl} = \lambda / 2\text{sen}\theta \quad (13)$$

Donde λ es la longitud de onda de rayos X, θ es el ángulo de difracción, d_{hkl} es el espaciado interplanar y h, k y l son los planos de difracción.

Por otro lado, una reducción del tamaño de grano de la austenita puede incrementar la estabilidad de la austenita por la supresión de la transformación martensítica [15]. Por lo tanto, se infiere que el tamaño de grano de la austenita es un factor crítico en la estabilidad de la austenita y la difusión de Mn a diferentes temperaturas de recocido intercrítico dando como resultado los diferentes grados de estabilidad de la austenita. Si el tiempo de R.I. se prolonga, Mn difunde uniformemente, mientras que con el incremento de la temperatura del R.I. el Mn no difunde uniformemente. En conclusión, el factor crítico que controla la estabilidad de la austenita es el tamaño de grano austenítico fino y la difusión de los elementos de aleación a la austenita [15].

Justificación

La creciente demanda de nuevos materiales con mejores propiedades mecánicas y reducción de peso ha impulsado el desarrollo de los aceros de medio manganeso a través del uso de Mn (4 a 10%), Al y Si (ambos de 0 a 3%) y C (menor a 0.4%) para obtener resistencias de alrededor de 800 a 1000 MPa y elongación de 30 a 60%. Debido al costo del Mn, se propone estudiar una composición de 4.4% en peso de Mn desarrollando, mediante un recocido intercrítico adecuado, una microestructura de ferrita y austenita enriquecida que promuevan los mecanismos de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) y plasticidad inducida por transformación (TRIP), para generar un producto de resistencia y elongación de un acero avanzado de la tercera generación.

Hipótesis

Diseñar un tratamiento de recocido intercrítico óptimo para un acero de medio manganeso (4.4% Mn) en condición de laminación a partir de la información de diagramas simulados TTT y CCT, para obtener una microestructura multifásica y energía de falla de apilamiento que puedan promover los mecanismos de plasticidad inducidos por maclaje y plasticidad inducida por transformación durante su deformación plástica con el fin de mejorar las propiedades mecánicas.

Objetivos

Objetivo general

Evaluar el impacto de las condiciones del recocido intercrítico de un acero medio Mn (4.4Mn-1.91Al-0.724Si-0.167C) sobre sus propiedades mecánicas, además determinar la existencia de los mecanismos TWIP y/o TRIP.

Objetivos específicos

- Determinar la temperatura y tiempo del R.I. mediante el uso de los diagramas simulados de TTT (Temperatura-Tiempo-Transformación), CCT (Enfriamiento continuo), pseudobinario y de energía de falla de apilamiento.
- Realizar el recocido intercrítico para la obtención de una microestructura multifásica donde pueda ser posible obtener los comportamientos TWIP y/o TRIP durante la deformación.
- Realizar la caracterización de fases presentes en la microestructura del acero de medio manganeso, así como evaluar la resistencia mecánica y dureza en condiciones de laminación, con recocido intercrítico y después de los ensayos de tensión.
- Determinar los mecanismos de endurecimiento alcanzados mediante el tratamiento intercrítico a través de la curva $d\sigma/d\varepsilon$ vs ε .

2 Procedimiento experimental

La experimentación que se llevó a cabo se indica en el diagrama de flujo de la Figura 2.1 partiendo desde la fusión del acero hasta la evaluación de los mecanismos de plasticidad inducidos por el maclaje y por la transformación.

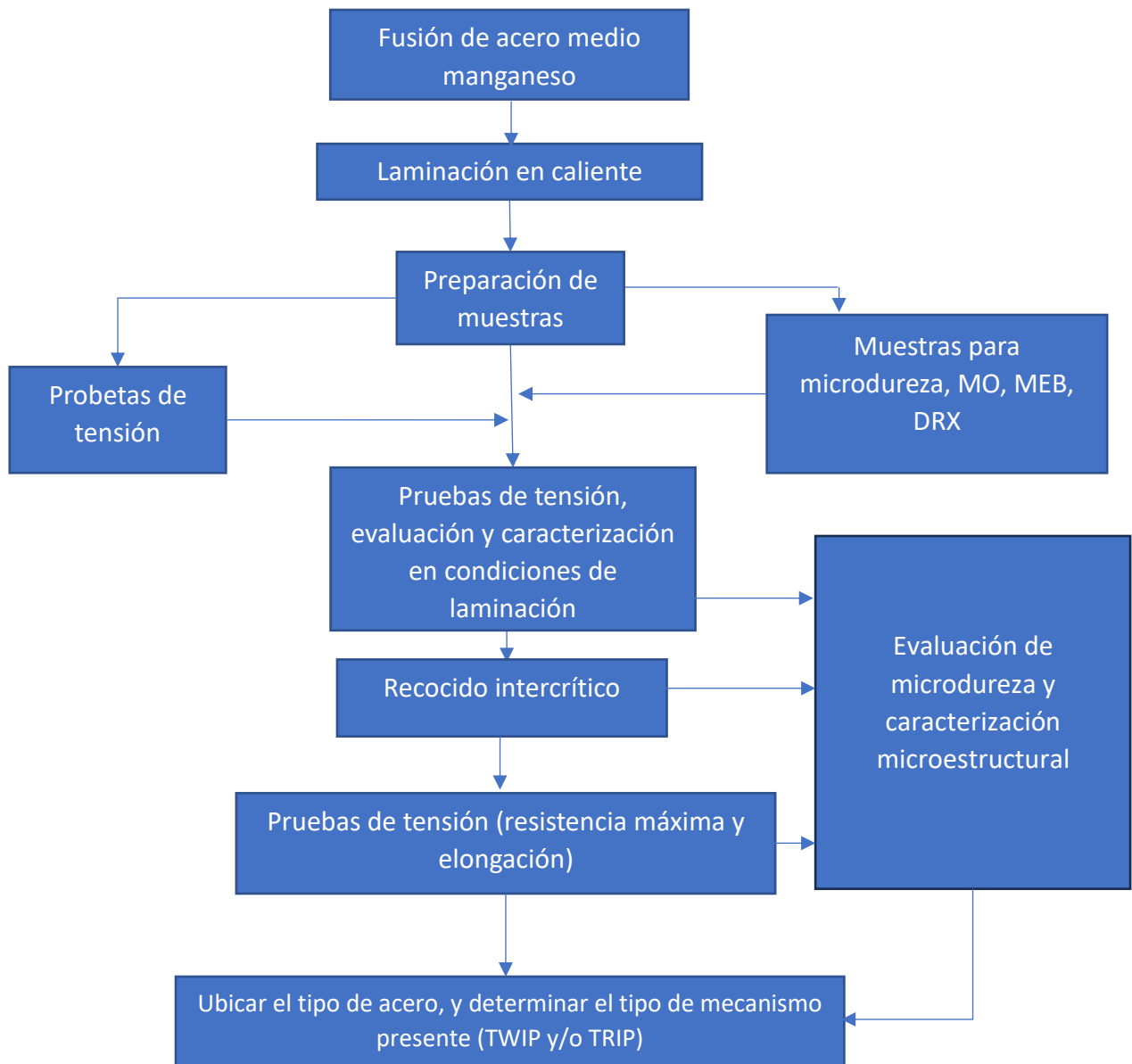


Figura 2.1. Esquema de las etapas de experimentación realizadas.

2.1 Fusión

La composición química del acero de medio Mn fue de Fe-4.4Mn-0.167C-1.91Al-0.724Si, en % en peso (Tabla 2.1). La fusión se realizó en un horno de inducción de en el laboratorio de fusión del Instituto Tecnológico de Morelia a partir de barras de acero 1018 decapadas para ser fundidas. Durante la fusión se agregaron calciosilicio y ferrosilicio para desoxidar el baño líquido, seguido por la adición de manganeso electrolítico (98.2% de Mn) y aluminio puro (99.98%) en forma de barra. El acero fundido se vació a una temperatura de 1600°C dentro de una lingotera de sección cuadrada fabricada con placa de acero. Posteriormente, el lingote de acero obtenido se cortó en dimensiones de 10.5x5x2 cm. (Ver Figura 2.2). La tabla 2.1 muestra la composición del acero medida por Espectrometría por Emisión Óptica (OES).



Figura 2.2. Lingote de acero medio manganeso.

Tabla 2.1. Composición química del acero determinada vía OES.

C	Mn	Si	Al	Fe
0.167	4.4	0.724	1.91	Balance

2.2 Laminación

El material fue laminado en caliente en un molino dúo reversible en el departamento de Metalurgia de la Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo. La laminación en caliente se efectuó austenitizando el acero a 1100°C durante 1 hora en un horno de resistencias para posteriormente reducir el espesor de la placa a lamina mediante 29 pasos de laminación en caliente divididos en tres secuencias de laminación (ver Figura 2.3) manteniendo la temperatura de la lámina encima de los 900°C. Posteriormente, la lámina fue cortada perpendicular a la dirección de

laminación en probetas para la caracterización microestructural y análisis mecánico. Las dimensiones iniciales y finales del acero se indican en la Tabla 2.2.

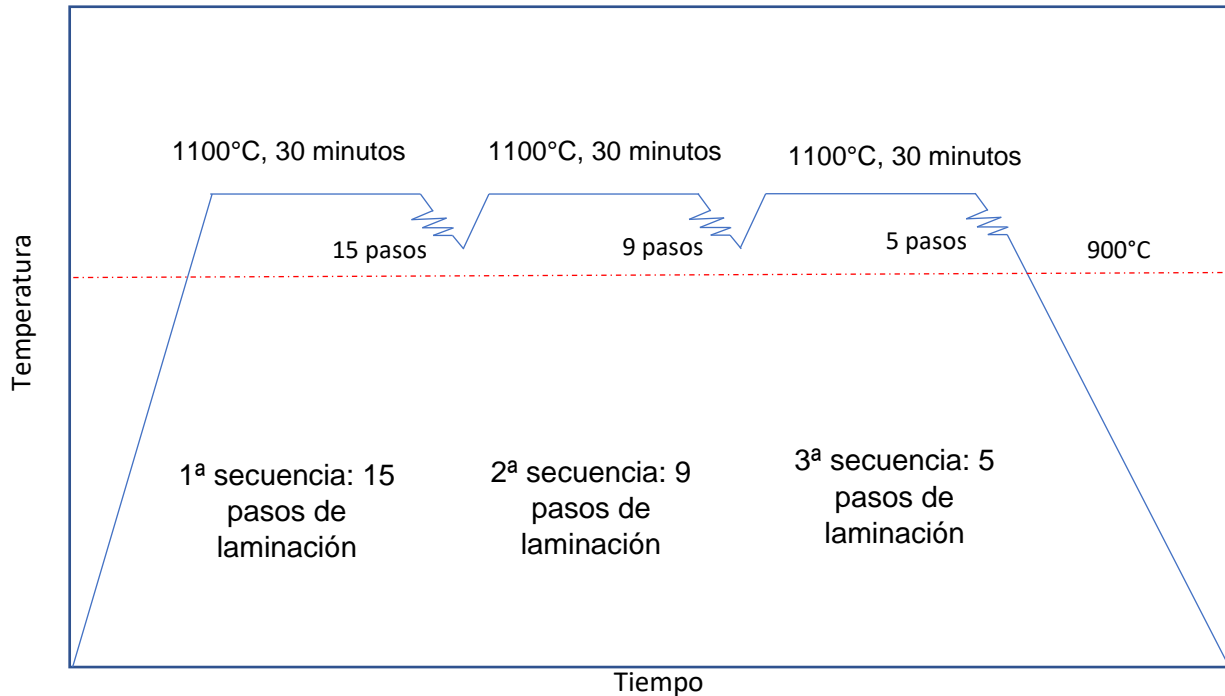


Figura 2.3. Secuencia de laminación en caliente.

Tabla 2.2. Dimensiones y deformación del acero antes y después de la laminación en caliente.

Dimensión	Inicial (cm)	Final (cm)
Largo	10.4	66.7
Ancho	4.9	5.1
Espesor	2.2	0.33

2.3 Preparación de muestras

La preparación de las muestras consistió en la obtención de 14 probetas para tensión de 10 cm de largo y 1 cm de ancho (ver Figura 2.4), maquinadas según lo establecido en la norma ASTM E8 [28], dos sin recocido intercrítico y 12 con recocido intercrítico, 7 muestras de 2x2 cm para la evaluación de la microdureza, caracterización vía difracción de rayos X (DRX), microscopía óptica (MO) y electrónica de barrido (MEB) (ver Figura 2.5).

Mediante las técnicas anteriormente mencionadas, se evaluó la dureza y la microestructura del material antes y después del R.I.; el tratamiento intercrítico para

el acero fue diseñado a partir de diagramas simulados los cuales se discutirán en las siguientes secciones.

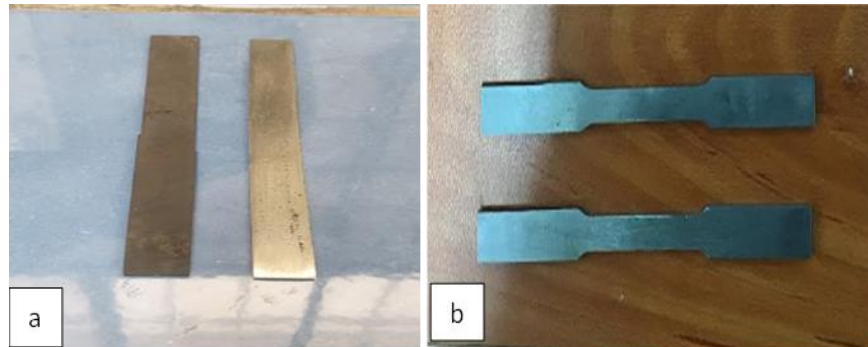


Figura 2.4. Corte de las láminas para ensayos de tensión (a) y (b) material maquinado de acuerdo con la norma ASTM E8 [1].



Figura 2.5. Muestras para DRX, MO, MEB y microdureza.

2.4 Técnicas de caracterización

2.4.1 Difracción de Rayos X (DRX)

La DRX se efectuó en un difractómetro marca **Bruker** modelo **Da Vinci** con las condiciones de operación establecidas en la Tabla 2.3. La caracterización estructural del material mediante DRX se realizó con el propósito de evaluar la cantidad de fases presentes según la norma ASTM E975 [29] en la cual se desarrolla la cuantificación de las fases a partir de valores teóricos y experimentales de la intensidad integrada de los picos de difracción (área bajo la curva) característicos de la fase ferrítica y austenítica. Cabe mencionar que los picos de difracción de la ferrita muestran valores muy cercanos a los de martensita ya que los picos se traslapan debido al bajo contenido de carbono en el acero haciendo que la tetragonalidad de la martensita no sea suficientemente marcada.

Se realizó el análisis de los datos de DRX comenzando con un refinamiento por el método de Rietveld [30] el cual da una solución al problema de superposición de picos basado en patrones de difracción de rayos X por el método de polvos permitiendo determinar parámetros cristalográficos. Las contribuciones que se le hace al patrón de difracción son tales como el fondo, la red cristalina y la simetría, la estructura cristalina, la microestructura, los factores instrumentales y otros. Para lo cual se corrió el estándar de hexaboruro de lantano para posteriormente tomar en cuenta el ruido del instrumento. Con el apoyo del software Maud® todos estos parámetros se pueden refinar mediante el método de mínimos cuadrados, hasta que el patrón calculado coincida con los datos recopilados experimentalmente. Una vez que se logra una coincidencia satisfactoria la estructura cristalina se considera refinada (ver Anexo 1) y se aplica lo establecido en la norma ASTM E975.

Tabla 2.3. Condiciones de operación para DRX.

Fuente	Cu K α = 0.154059 nm
Voltaje	40 V
Corriente	30 mA
Ángulo de Barrido	40° a 100°
Velocidad de barrido	0.03°/s
Incremento	0.02°
Tiempo de barrido	60 minutos

Empleando las siguientes relaciones [29] se determinó el porcentaje en volumen de cada fase a partir de los datos de DRX refinados vía Maud:

$$R_{\alpha}^{hkl} = (F^2 p L P e^{-2M}) / v^2 \quad (14)$$

$$V_{\alpha} = 1 \left[\left(1 + \frac{\sum I_{\gamma}^{hkl}}{\sum I_{\alpha}^{hkl}} \right) \left(\frac{\sum R_{\gamma}^{hkl}}{\sum R_{\alpha}^{hkl}} \right) \right] \quad (15)$$

2.4.2 Microscopía óptica (MO) y Electrónica de Barrido (MEB)

La microscopía óptica se llevó a cabo en un microscopio de marca **Olympus** modelo **GX51** para la determinación de las fases presentes, identificándolas como ferrita y martensita además de que se encontraron inclusiones de naturaleza endógena. Los contrastes en las fases permitieron clasificar la fase oscura como martensita y la fase clara como ferrita, sin embargo, la austenita no pudo ser caracterizada por medio de estas técnicas aunque se discutirá acerca de sus sitios de nucleación y

crecimiento en las siguientes secciones. Las muestras fueron preparadas metalográficamente y atacadas con nital al 10%.

Por otro lado, para la caracterización vía MEB se utilizó un microscopio de la marca **JEOL-6610LV** operado a 20 kV formando las micrografías mediante electrones secundarios ya que proporcionan información acerca de la morfología de la superficie de la muestra por lo que los contrastes de las fases tuvieron cambios siendo la fase oscura la ferrita y la fase clara los listones de martensita. Las muestras se prepararon metalográficamente con la misma metodología que en MO. Cabe mencionar que, las técnicas de microscopía fueron utilizadas en las condiciones de laminación, recocido intercrítico y posterior a la deformación vía tensión.

2.4.3 Pruebas de microdureza.

Los valores de dureza promedio fueron determinados mediante ensayos de microdureza utilizando un durómetro marca **Schimadzu** modelo **HMV-G** sobre la superficie de las muestras preparadas metalográficamente.

Mínimo 15 indentaciones se realizaron en las diferentes fases con una carga de 100 gramos durante 10 segundos cada una con el fin de conocer la dureza específica de la fase (ferrita o martensita). Además, se realizaron mínimo 15 indentaciones con una carga de 1 kg durante 10 segundos para determinar la dureza general promedio de la muestra donde la huella abarca las fases del material.

2.4.4 Ensayos de tensión.

Las pruebas de tensión se realizaron por duplicado para evaluar la resistencia máxima y el porcentaje de elongación del acero en función del tiempo del R.I. Las medidas de las probetas “pequeñas” fueron las establecidas por la norma ASTM E8 [28] y se indican en la Figura 2.6.

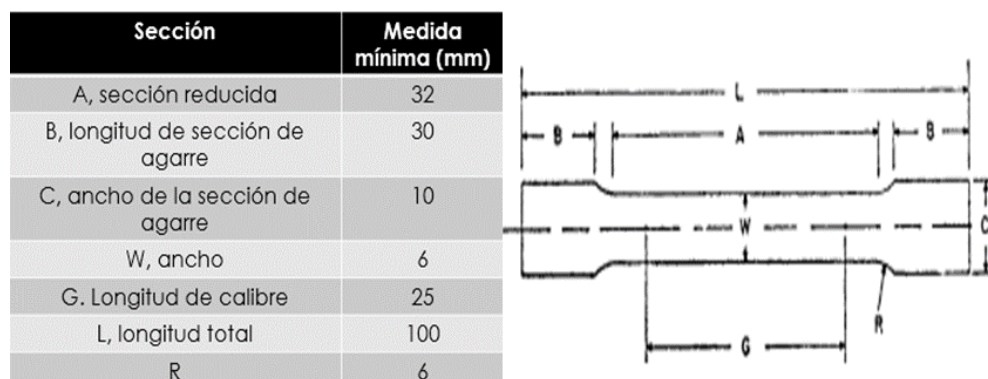


Figura 2.6. Medidas de las probetas sometidas a ensayos de tensión [28]

3 Diseño e implementación del Recocido Intercrítico

A partir de diagramas simulados con el software JMat Pro® de fracción en volumen de fases, CCT y TTT (ver las Figuras 3.1, 3.2 y 3.3), se determinaron las condiciones para el R.I. Como se mencionó en secciones anteriores, se busca obtener una microestructura que favorezca la presencia de un volumen de austenita enriquecida y evitar la existencia de carburos, por lo que se seleccionaron dos temperaturas y tres diferentes tiempos a partir de los cuales se evaluaron los mecanismos de plasticidad.

En la Figura 3.1 se establece la microestructura que tuvo el acero al término de la laminación, las curvas color verdes establecen el inicio y final de la transformación perlítica, por lo que se debe tener una velocidad de enfriamiento suficientemente grande para evitar su formación. A una velocidad de enfriamiento de 10°C/s o mayor se obtendrá una microestructura de ferrita y martensita, siendo la velocidad de enfriamiento que tuvo el material.

El diagrama TTT de la Figura 3.2, la nariz de la curva de la perlita está por debajo de los 700°C por lo que a temperaturas superiores se forma ferrita e inicia la disolución de la martensita a austenita revertida donde toma lugar el enriquecimiento de la fase austenítica.

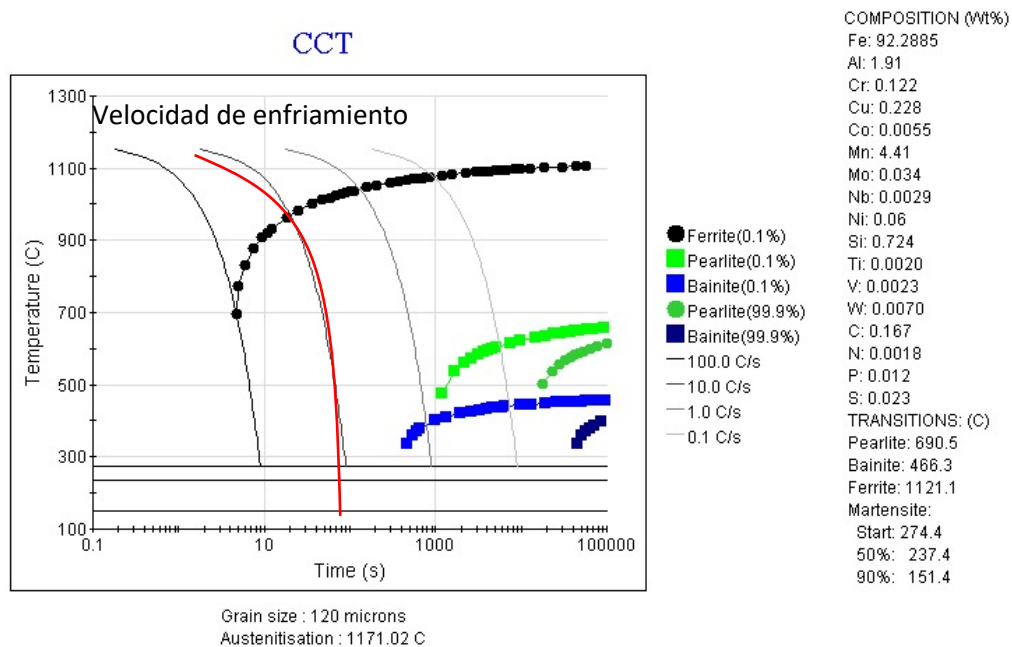


Figura 3.1. Diagrama CCT simulado vía JMat Pro para acero medio manganeso.

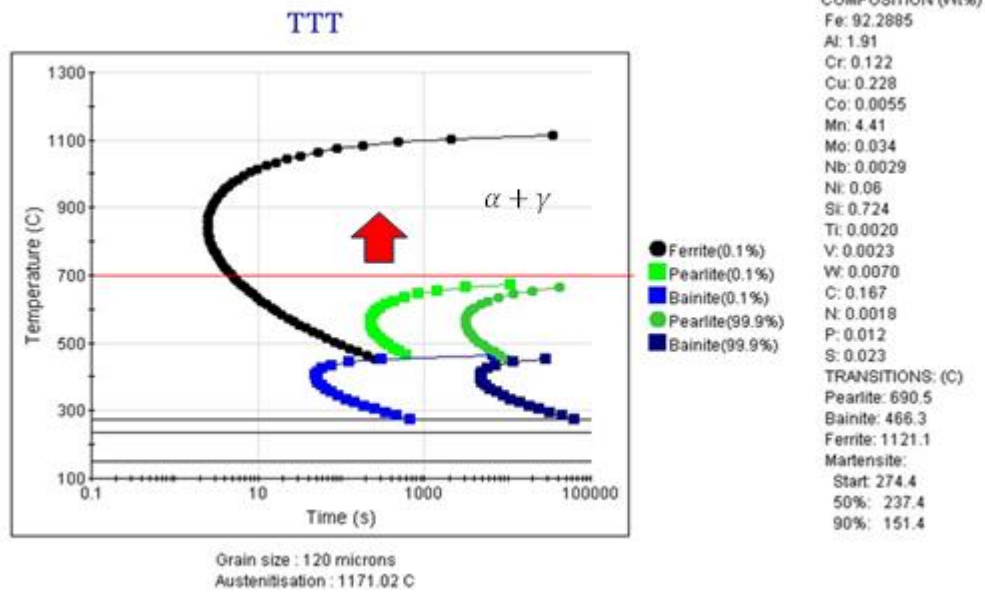


Figura 3.2. Diagrama TTT simulado vía JMat Pro para acero de medio manganeso.

En la Figura 3.3, en el diagrama de porcentaje de fases, a temperaturas mayores de alrededor de 600°C se evita la formación de perlita y en el rango de temperatura de 700°C se obtienen un porcentaje en volumen de austenita y ferrita de ~40% y 60%, respectivamente; Por otro lado, a 800°C se invierten estos valores para cada fase.

En la literatura [31], se reporta que un acero con composición Fe-11Mn-4Al-0.2C al que se le evaluó el tiempo y temperatura del R.I. concluyendo que la difusión del C y el Mn en la austenita decremanta con el aumento de temperatura e incrementa con el incremento del tiempo. A partir del diagrama pseudobinario para dos aceros con 4.7% de Mn simulado por Arlazarov [32] es posible establecer la zona intercrítica en un intervalo de 600 a 780°C (ver Figura 3.4). A partir de la información encontrada en las Figuras 3.1 a 3.4 se determinaron las temperaturas de R. I. de 730°C y 780°C a tiempos de 30, 60 y 120 minutos.

Mediante el uso de un gráfico simulado de EFA vía el software JMat Pro para el acero medio manganeso (Ver Figura 3.5), se observa que existirá un intervalo de EFA entre 15-20 mJ/m² cuyo valor ha sido reportado para favorecer la coexistencia de los dos mecanismos de plasticidad TWIP y TRIP [4]. Además, se evalúa el valor de la EFA con R. I. a 730°C y 780°C, las muestras con R. I. a 780°C estarán en el rango de coexistencia de mecanismos TWIP y TRIP mientras que, a 730°C, el mecanismo favorecido será principalmente el TWIP.

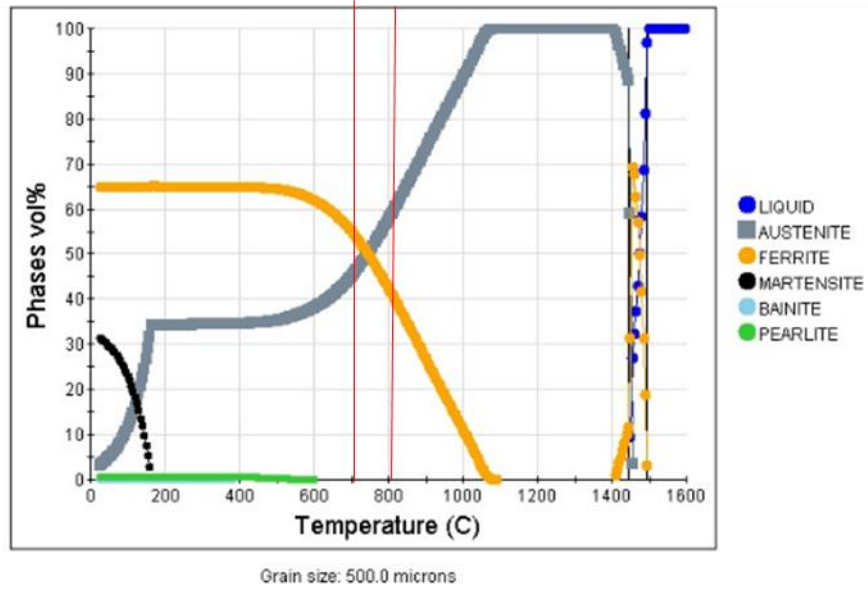


Figura 3.3. Diagrama de fracción de fases simulado vía JMat Pro para acero medio Mn.

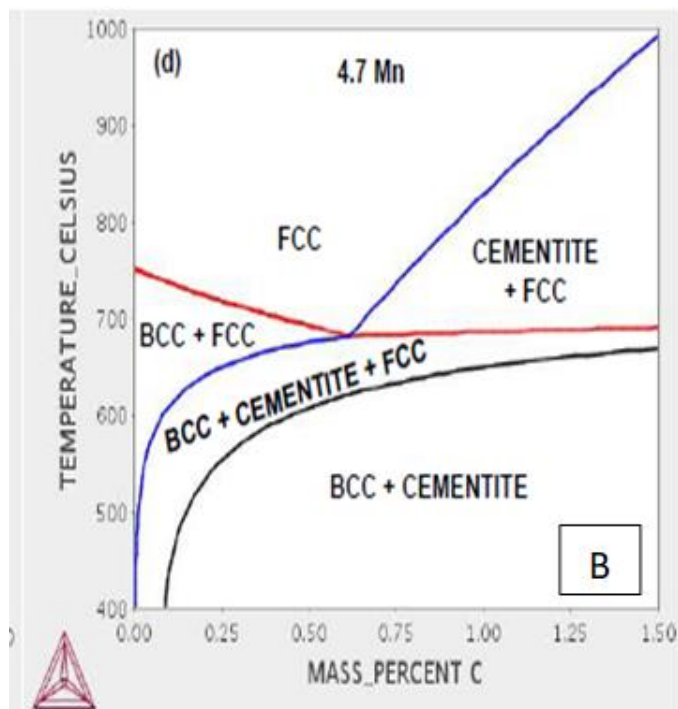


Figura 3.4. Diagrama pseudobinario simulado para un acero con 4.7% Mn [32].

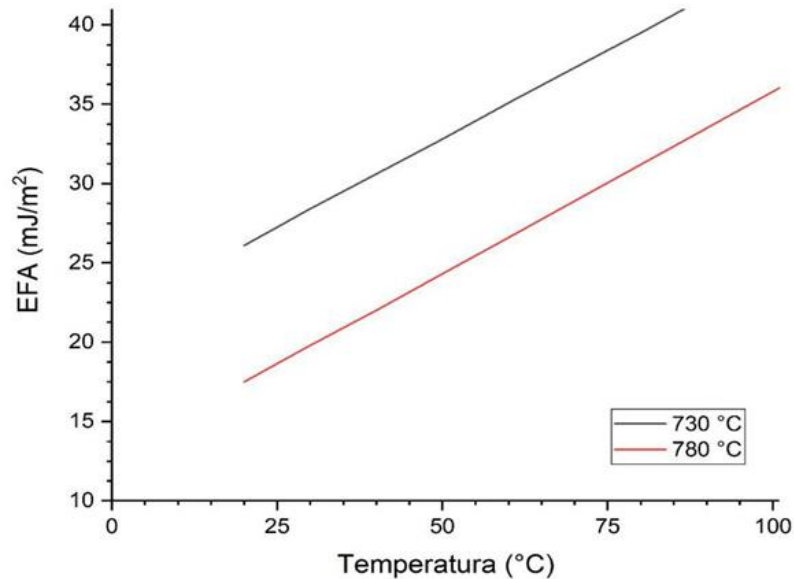


Figura 3.5. Diagrama de EFA simulado vía JMat Pro para acero de medio manganeso con R.I. a 730 y 780°C.

3.1 Recocido intercrítico

Los especímenes fueron cubiertos y sujetos en una lámina de acero inoxidable en paquetes de dos probetas de tensión y una probeta de DRX, MO, MEB y microdureza (ver Figura 3.6) para realizar el R. I. Al concluir los tiempos de residencia en el horno los atados se enfriaron en aceite de temple. Posterior al R. I. las muestras se limpiaron mediante un decapado con ácido clorhídrico al 20% para quitar el óxido acumulado (ver Figura 3.7). Las muestras para DRX, MO, MEB y microdureza fueron preparadas metalográficamente comenzando con el desbaste con lijas 200, 320, 400, 600, 800 y 1000, pulidas y atacadas con nital al 10% durante 15 segundos.



Figura 3.6. Tratamiento intercrítico del acero medio manganeso.



Figura 3.7. Decapado del material con ácido clorhídrico al 20%.

3.2 Acero en condición de laminación

3.2.1 Caracterización vía DRX

La Figura 3.8 muestra el difractograma de la muestra en condición de laminación. En dichos resultados, se observa la presencia de picos característicos de la austenita, aunque no tuvieron una intensidad relativamente alta. Por otro lado, la norma ASTM E975 [29] asume la existencia de dos fases (ferrita y austenita) por lo que la fracción de ferrita calculada incluye la cantidad de martensita presente, sin embargo, la cantidad de esta fase no se puede determinar por medio de este método.

La ecuación que se establece en la norma ASTM E975, toma en cuenta las intensidades integradas experimentales. Dichas intensidades integradas fueron determinadas con apoyo de software Origin® para calcular los porcentajes de fase (ver Referencia 1). La cantidad de fase determinada vía la norma ASTM E975 se presenta en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Fracción en volumen de las fases del acero medio manganeso en condiciones de laminación.

Volumen de fases en condiciones de laminación	
Ferrita/ Martensita	Austenita
0.9116	0.0884

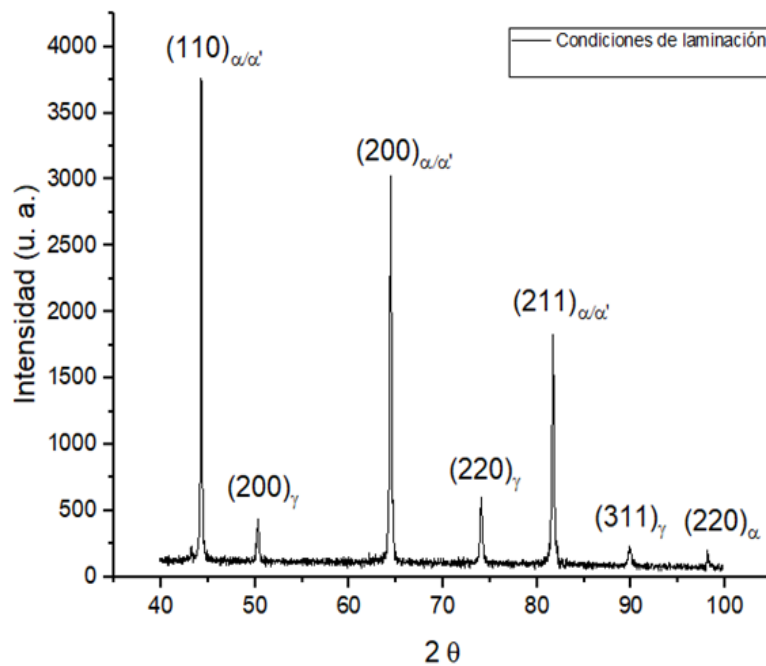


Figura 3.8. Difractograma del acero medio manganeso en condiciones de laminación.

3.2.2 Resultados de microdureza

Los resultados de la dureza del acero en condición de laminación se presentan en la Tabla 3.2 los cuales tuvieron un porcentaje de error relativo menor al 2%. Durante la caracterización se observó, en el campo de visión del microdurómetro, una fase oscura, que se consideró como martensita, la cual tuvo una dureza promedio de 292 HV. Por su parte, la fase blanca considerada como ferrita, tuvo una dureza promedio de 220 HV. El cambio en los valores de dureza se debe a que la fase martensítica es una fase dura, y la ferrítica es una fase blanda debido principalmente a la naturaleza de la formación de cada fase y a la solubilidad del carbono. La dureza promedio de la muestra en condición de laminación fue de 306 HV.

Tabla 3.2. Durezas en escala Vickers para el acero en condiciones de laminación.

Dureza	Fase
292HV	Martensita
220HV	Ferrita
306HV	General

3.2.3 Caracterización vía MEB

En la Figura 3.9 se presenta la micrografía del acero en la condición de laminación. A partir de dichos resultados se observa la presencia de ferrita con granos alargados (fase oscura) resultado de la laminación y bloques de martensita en listones (fase clara). Además, es posible observar algunas inclusiones de naturaleza endógena ya que se originaron dentro del acero líquido al reaccionar con algún elemento presente.

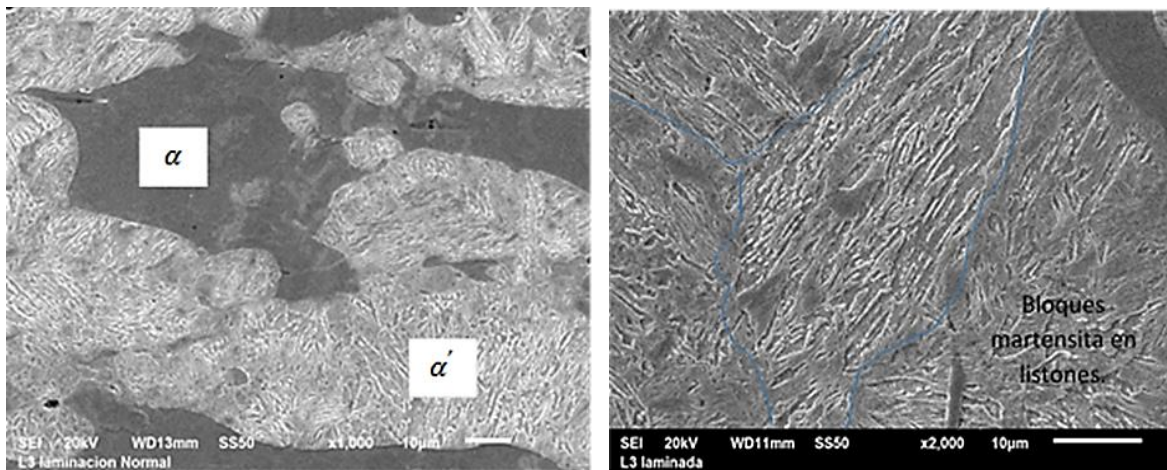


Figura 3.9. Acero medio manganeso en condiciones de laminación.

3.2.4 Caracterización vía MO

La microestructura del acero en condición de laminación se muestra en la Figura 3.10. Las fases tienen un cambio de contrastes en MO con respecto al contraste obtenido vía MEB, ya que en esta última técnica el contraste al ser realizado por electrones secundarios, el contraste se basa en el relieve de la muestra, por lo que vía MO la ferrita es la fase clara y la martensita la oscura. Además, se observa la orientación de los granos alargados en la dirección de laminación.

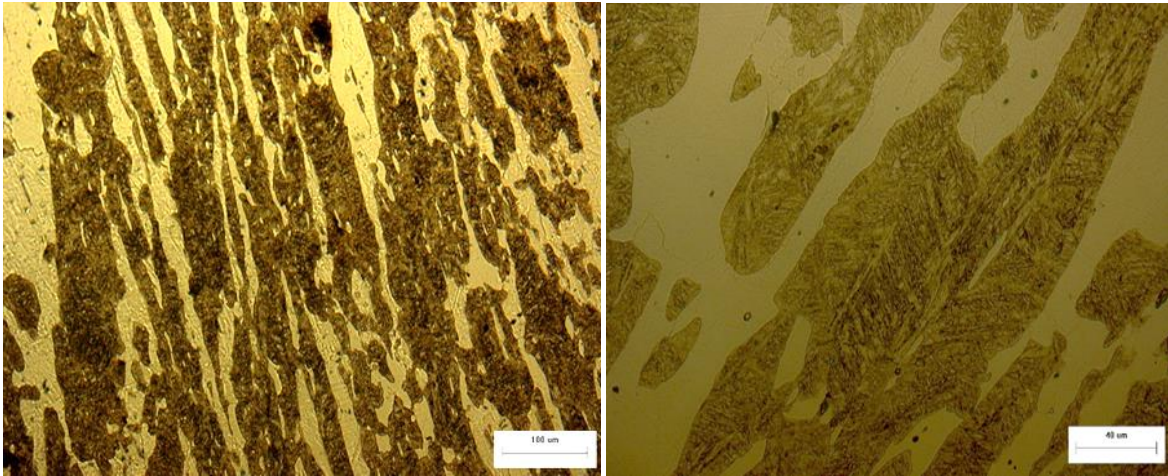
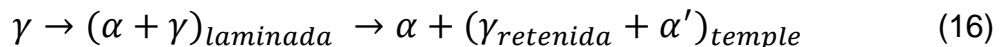


Figura 3.10. Acero medio manganeso en condiciones de laminación.

3.2.5 Desarrollo de la microestructura durante la laminación

Durante el proceso de laminación en caliente en el intervalo austenítico a 1100°C y subsecuente enfriamiento al aire con una velocidad de enfriamiento aproximada de 10° C/s, establecida a partir del diagrama CCT de la Figura 3.1 y con base en los resultados de DRX, MO y MEB se puede deducir que se obtuvo una microestructura final de ferrita, austenita retenida, y martensita a través de la secuencia descrita en la siguiente ecuación:



La austenita no tuvo un enriquecimiento adecuado para alcanzar la estabilidad a temperatura ambiente durante las etapas de laminación, por lo que la mayor parte de ella se transformó a martensita durante el enfriamiento. Además, la martensita formada es considerada como martensita de temple debido a la naturaleza de su formación.

3.2.6 Evaluación de las propiedades mecánicas

Los resultados de las propiedades mecánicas del acero en condiciones de laminación se presentan en la Figura 3.11 y en la Tabla 3.3. A partir de dichos resultados se observa que el acero presentó una alta resistencia (1440 MPa) y una elongación baja (del 12%) debido a su condición microestructural con una matriz mayormente martensítica y el bajo contenido de austenita la cual se formó durante la laminación, es decir, no tuvo un enriquecimiento adecuado para desarrollar los mecanismos de plasticidad.

La Tabla 3.3, muestra los valores para cedencia (σ_0), deformación (real) a la fractura (ϵ_f), medido en el punto de encuellamiento, resistencia máxima ($\sigma_{m\acute{a}x.}$), porcentaje de elongación total determinado a partir las mediciones efectuadas antes y después de aplicar la deformación, y producto de resistencia máxima por elongación (MPa%).

Los resultados del producto de resistencia por elongación obtenidos ubican al acero de medio manganeso en el rango de aceros de la primera generación ya que dicho valor es menor a 20 000 MPa%. Mediante el R.I. se busca enriquecer la fase austenítica para promover los mecanismos de plasticidad inducidos por maclaje y transformación y alcanzar valores más altos del producto de resistencia por elongación.

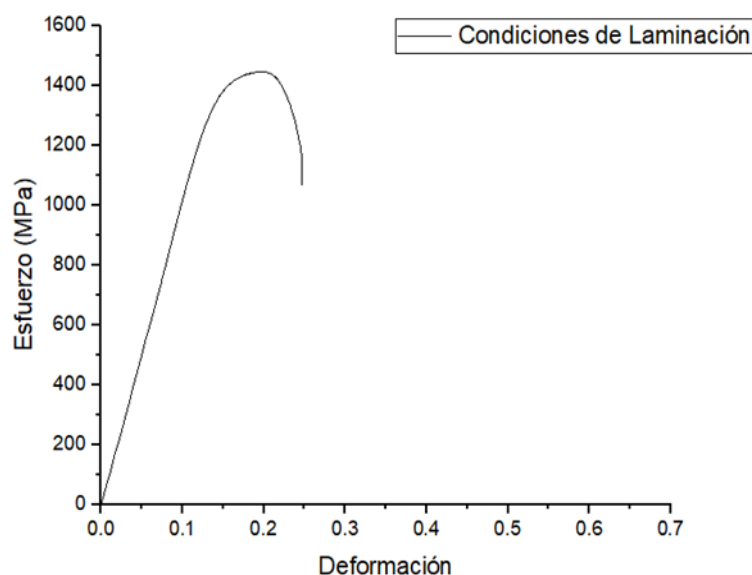


Figura 3.11. Gráfica σ - ϵ para el acero medio manganeso en condiciones de laminación.

Tabla 3.3. Propiedades del acero medio manganeso en condiciones de laminación.

σ_0 (MPa)	ϵ_f	$\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	% Elongación	MPa%
1153	0.19	1445 MPa	12	17340

4 Caracterización microestructural y evaluación de las propiedades del acero con recocido intercrítico

4.1 Resultados de la caracterización vía DRX

Los resultados de la DRX del acero en la condición de R.I. a 730 y 780 °C son presentados en las Figuras 4.1 y 4.2. A partir de dichos resultados se determinó la cantidad de fase haciendo el uso del refinamiento vía Maud y la norma ASTM E975. La Tabla 4.1 muestra la cantidad de austenita y su cambio a través de las distintas temperaturas y tiempos.

La cantidad inicial de austenita retenida en condición de laminación fue estimada en 8.8%. Durante el R.I. a 730°C y 30 minutos, tuvo un incremento a 15.34% y a 60 y 120 minutos, se registró un incremento a 33.60% y 37.46%, respectivamente; lo que indica un crecimiento del volumen de la fase con el tiempo. Por otro lado, en el R.I. a la temperatura de 780° C y 30 minutos se reportó una cantidad de austenita de 36.98%, mientras que a 60 y 120 minutos se registró un porcentaje de 23.56% y 19.23%, respectivamente, dejando un decremento en el volumen de la fase con el paso del tiempo de R.I. En la Figura 4.3 es posible notar la variación de las fases austeníticas, martensítica y ferrítica, a partir de dichos resultados se establece que a mayor tiempo de permanencia a la menor temperatura de R.I. (730°C) se obtuvieron cantidades mayores de austenita. Por otro lado, al aumentar la temperatura a 780°C, se redujo la cantidad de austenita por lo que se puede establecer que las condiciones óptimas para tener una microestructura con la mayor cantidad de austenita retenida fueron de 730°C y 60 minutos.

Tabla 4.1. Cambio de la fracción de volumen para cada R.I.

Fracción en volumen		
730 °C	γ	α/α'
30 minutos	0.153	0.846
60 minutos	0.336	0.663
120 minutos	0.374	0.625
780 °C	γ	α/α'
30 minutos	0.369	0.630
60 minutos	0.235	0.764
120 minutos	0.192	0.807

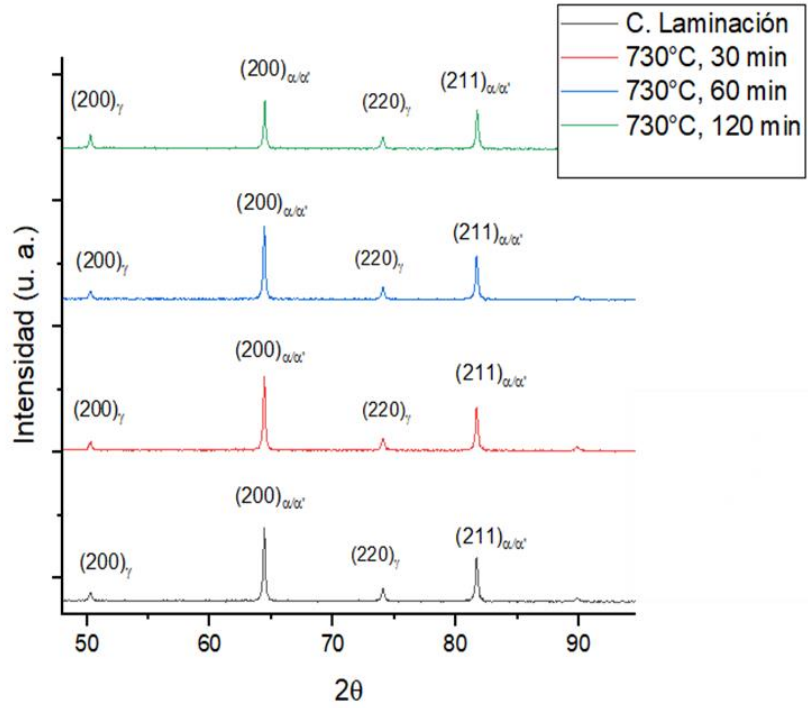


Figura 4.1. Difractograma de las probetas antes y después del recocido intercrítico a 730°C.

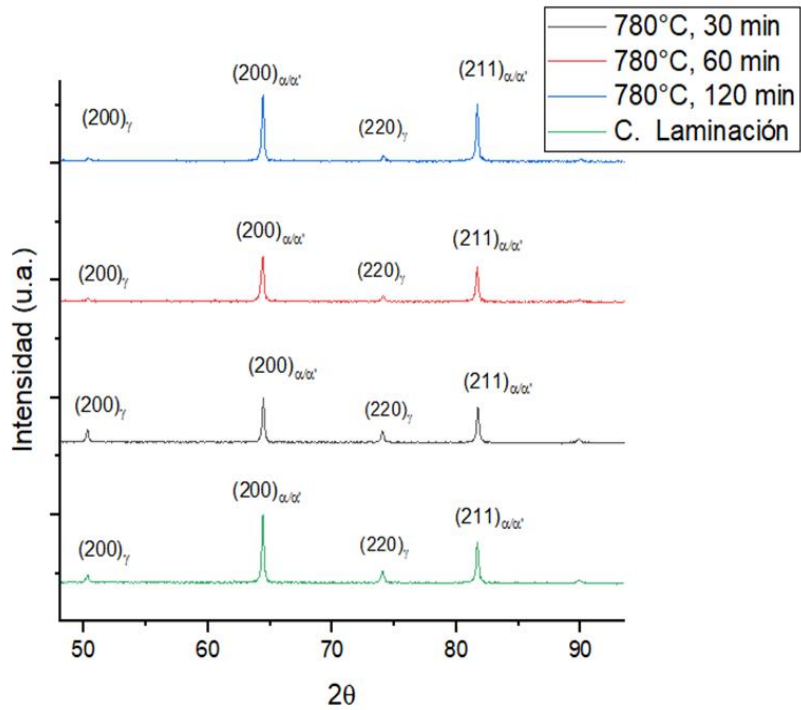


Figura 4.2. Difractograma de las probetas antes y después del recocido intercrítico a 780°C.

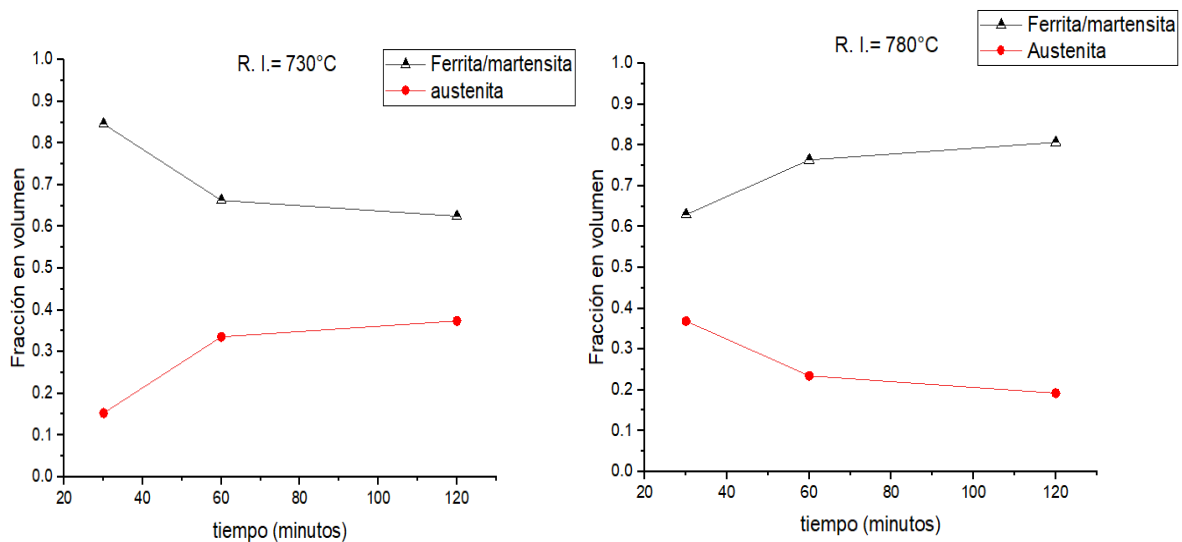


Figura 4.3. Fracción de fases presentes en muestras con R.I..

A partir de los datos recolectados por el refinamiento Rietveld y con uso del software Maud®, se obtuvieron los valores para el parámetro de red de la austenita bajo las diferentes condiciones de R.I. mostrando que a 730°C el parámetro se mantuvo en el un rango de 3.61 a 3.63 Å, mientras que las muestras con R.I. a 780° C, mantuvieron el parámetro de red de 3.61 Å para los tiempos de 30 y 60 minutos, no obstante, en la muestra de 120 minutos disminuyo el parámetro de red de austenita hasta 3.5 Å siendo la muestra con menor cantidad de austenita en las muestras con R.I. a 780° C.

4.2 Evaluación de la microdureza

Los resultados de microdureza en el acero con R.I. se presentan en las Figuras 4.4 a 4.6. Debido a que no se pudo ubicar con exactitud los granos de austenita, la dureza reportada es un promedio de las fases presentes alrededor de la martensita (producto de reversión) ya que es sitio preferencial para la nucleación de los granos de austenita debido a la concentración del carbono. Se uso la misma metodología para determinar la dureza que la usada en el acero en condición de laminación. Además, con base en los valores medidos se calculó un porcentaje de error menor al 2.5% para todas las pruebas realizadas.

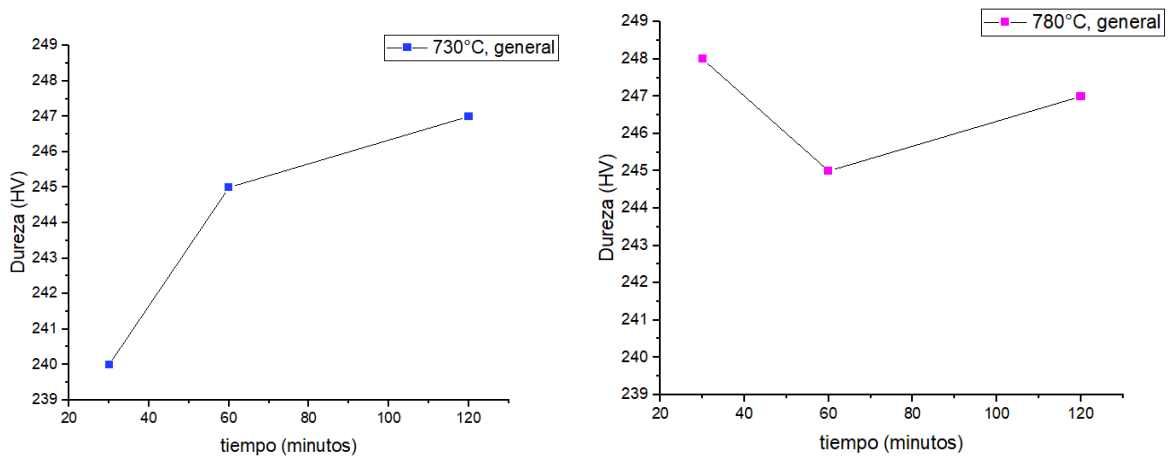


Figura 4.4. Gráfico del cambio de dureza en general en el acero medio manganeso.

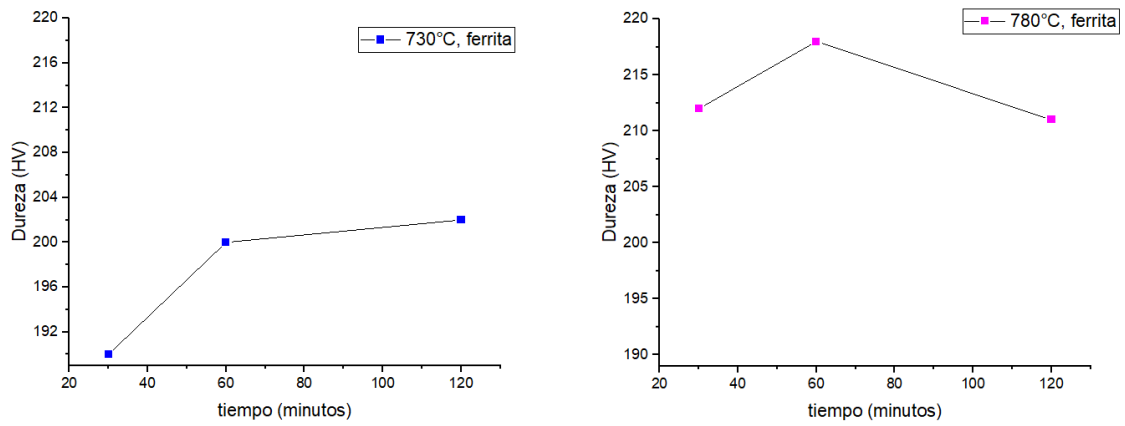


Figura 4.5. Gráfico del cambio de dureza en el acero medio manganeso en la fase ferrítica.

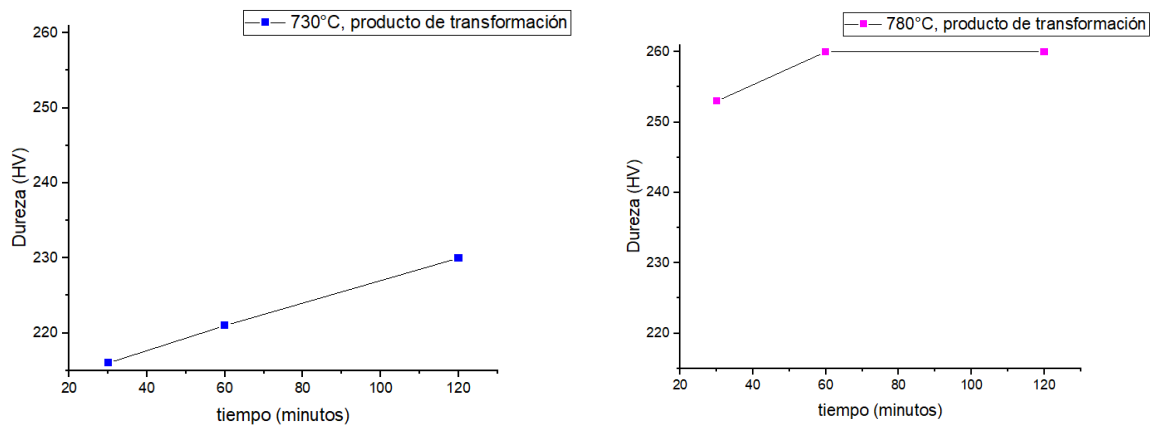


Figura 4.6. Gráfico del cambio de dureza en el acero medio manganeso en el producto de reversión de la martensita.

A partir de los resultados de dureza se observa que la ferrita presentó menor dureza que el producto de reversión de la martensita (mezcla de fases con contenidos de austenita y martensita), lo que se adjudica a la cantidad de C presente en las diferentes fases, además que se presupone una mayor concentración de Mn en la región de reversión de la martensita ya que, como se mencionó anteriormente, es un sitio preferencial para la nucleación y crecimiento de la austenita.

4.3 Resultados de la caracterización vía MEB

Los resultados de la caracterización del acero con R.I. vía MEB se muestran en las Figuras 4.7 a 4.13. A partir de dichos resultados se observa que las muestras con R.I. presentaron una microestructura de granos irregulares. Se observa la presencia de ferrita y martensita en listones; ésta última fase con contenidos de austenita retenida o revertida, resultado del recocido intercrítico.

En la muestra con R. I. a 730°C (ver Figuras 4.7 a 4.9) se puede observar la presencia de granos de ferrita y el producto de reversión de la martensita donde la austenita nucleó y creció debido a su alto contenido de carbono. Es posible observar que durante el R.I. a tiempos de permanencia cortos se presentó una reversión parcial de la martensita, donde los productos tienen menor crecimiento. Por otro lado, la austenita comienza a formarse gradualmente durante el calentamiento ya que durante el proceso está ocurriendo la difusión. Luego, durante tiempos de recocido intercrítico más largos, la reversión de la martensita continúa [33]

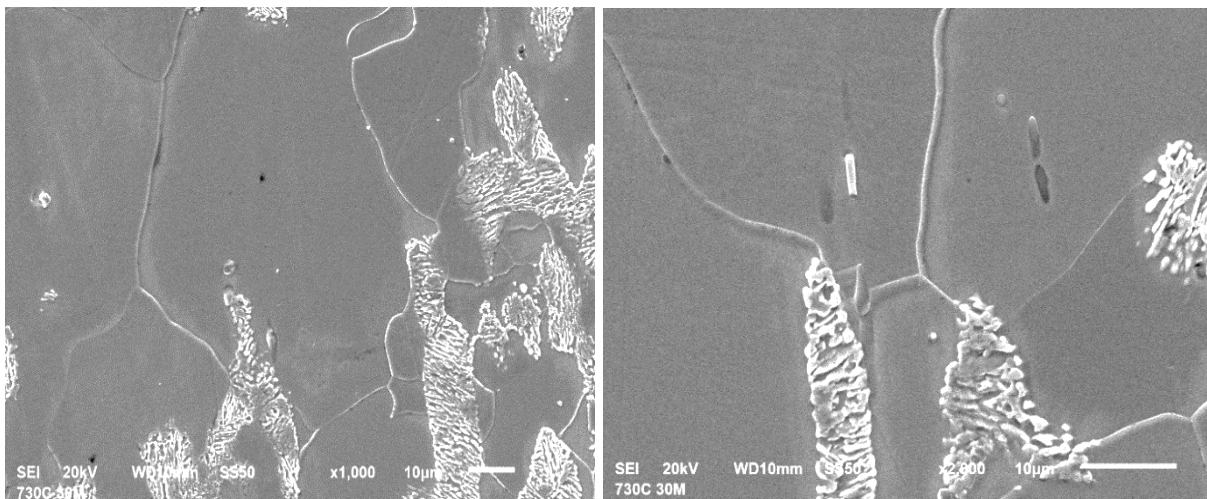


Figura 4.7. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 30 minutos.

La muestra con R. I. 730°C durante 120 minutos (Figura 4.9) muestra cómo evoluciona el crecimiento de los productos de reversión de la martensita, similar a la muestra de 60 minutos (ver Figura 4.8).

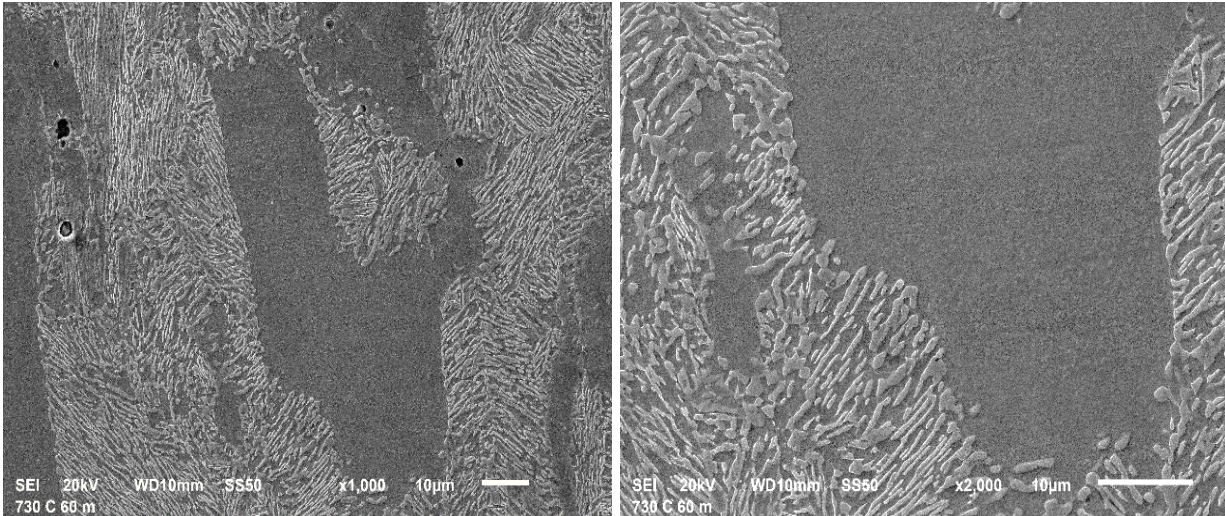


Figura 4.8. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 60 minutos.

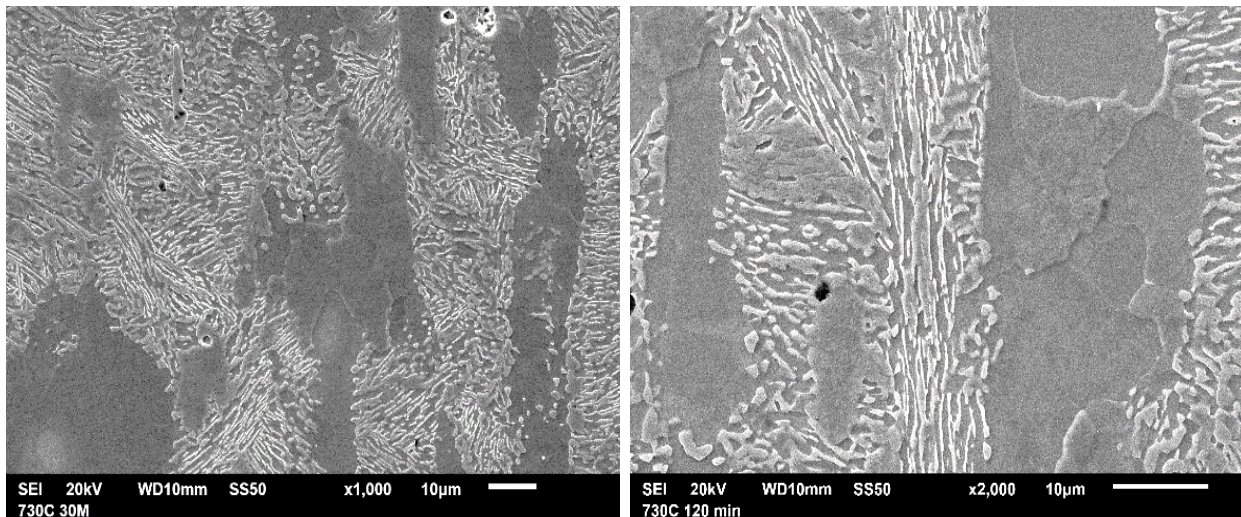


Figura 4.9. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 120 minutos.

J.J. Mueller *et al.* [34] mencionan que los aceros de medio Mn recocidos intercríticamente desde la condición de enfriamiento muestran una austenita retenida similar a una película que produce una microestructura que parece conservar la morfología de la martensita de la microestructura inicial.

Las probetas tratadas a 780°C (Figura 4.10 a 4.12) tuvieron la microestructura de ferrita y martensita en listones donde, se considera que ocurrió la nucleación y crecimiento de la fase austenítica. En las muestras con R.I. a 780°C, durante 30 minutos se considera que los productos de transformación tuvieron un mayor crecimiento que en las muestras con R. I. a 730°C durante 30 minutos (ver Figura 4.10). En ambas temperaturas la morfología de los productos de reversión de la martensita es laminar mientras que los granos de ferrita son poligonales. No existe un cambio marcado de estas morfologías con la temperatura, pero si con el tiempo, además, existe un cambio en el volumen de las fases y segregaciones vistas en los límites de grano que indican el comienzo de la transformación.

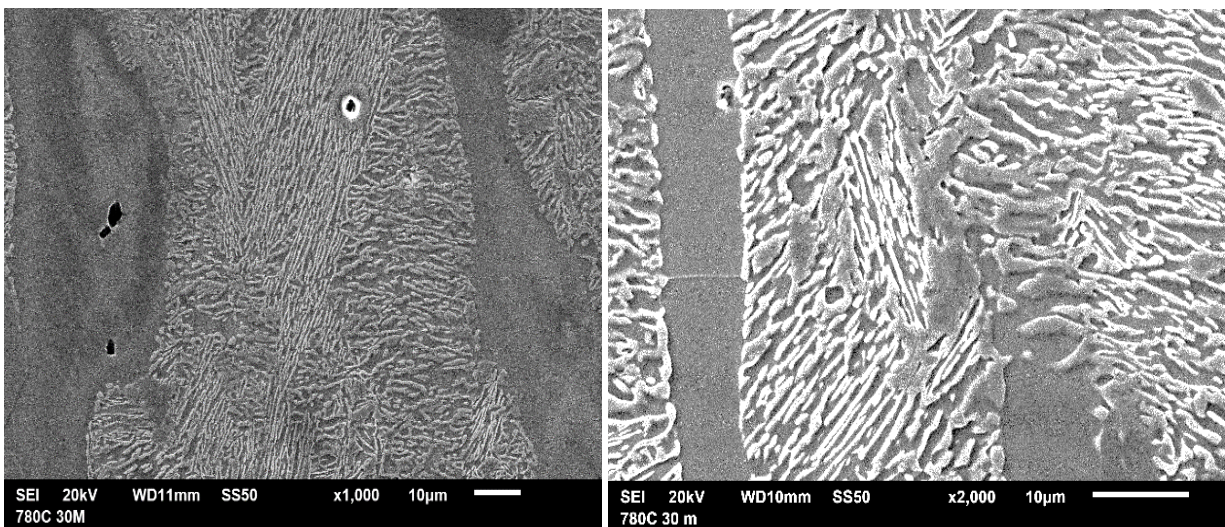


Figura 4.10. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 30 minutos.

Para las probetas de 780°C y 60 minutos de tratamiento intercrítico (Figura 4.11) se tuvo un menor volumen de los productos de transformación a comparación con la muestra de 730°C con el mismo tiempo, tal como se demostró vía DRX. Los productos de transformación siguen mostrando morfología laminar y en conjunto forman “islas” alargadas en la dirección de laminación.

Finalmente, la muestra de 780°C y 120 minutos (Figura 4.12) mostró la menor cantidad de austenita según los resultados de DRX previamente presentados. Cabe mencionar que el producto de reversión de la martensita comienza a adoptar una morfología poligonal como en la muestra de 730°C a 120 minutos y se muestran señaladas con un círculo en la Figura 4.13.

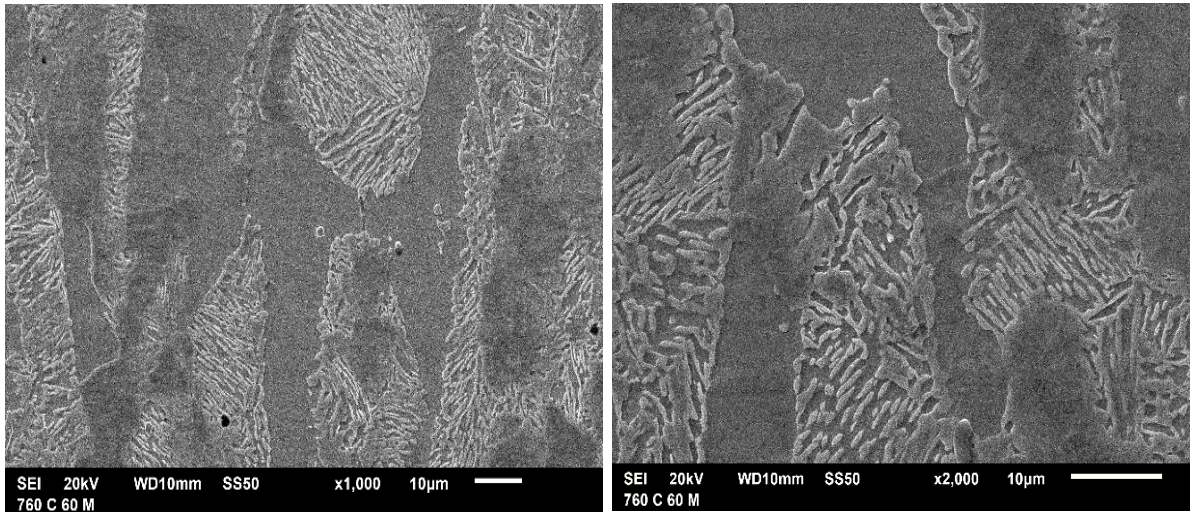


Figura 4.11. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 60 minutos.

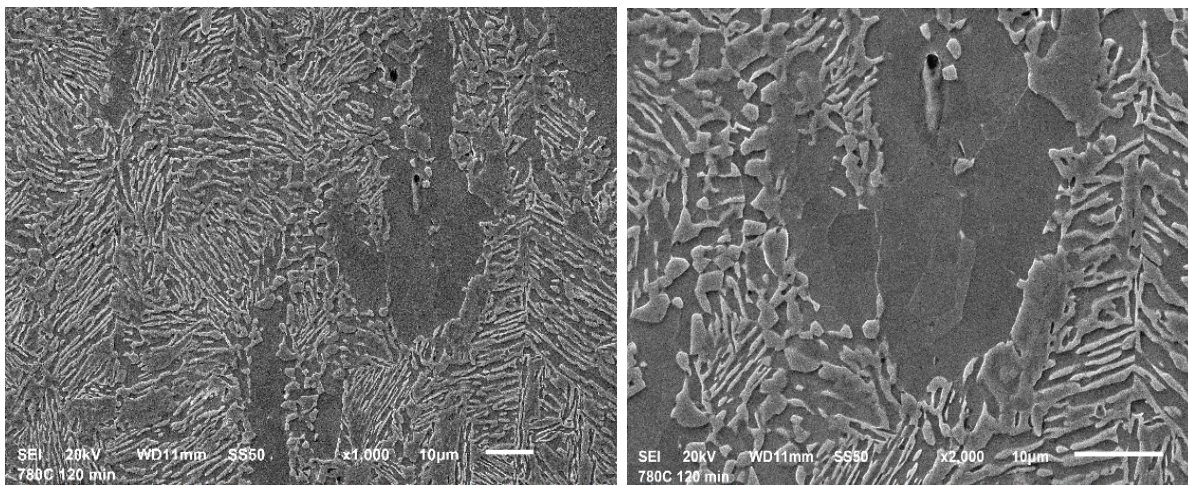


Figura 4.12. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 120 minutos.

En un estudio hecho por Aleksandra Kozłowska *et al.* [35] realizaron un recocido intercrítico a un acero con composición Fe-0.16C-4.7Mn-1.6Al-0.2Si (% en peso) y a partir de pruebas dilatométricas determinaron que la fracción de austenita formada en la muestra calentada a una velocidad más alta es mayor, en comparación con la muestra calentada a una velocidad de menor. Sin embargo, la austenita retenida no es químicamente homogénea debido a la corta duración del proceso de calentamiento y, por lo tanto, se reduce su estabilidad térmica.

Por otro lado, de acuerdo con Arlazarov *et al.* [36], la morfología de los granos de austenita cambia a poligonal cuando aumenta el tiempo de recocido. A partir de los resultados de la caracterización vía MEB del acero con R.I. en las muestras con

tiempos de 120 minutos para ambas temperaturas es posible observar pequeñas formas poligonales en los productos de transformación (ver la Figura 4.13).

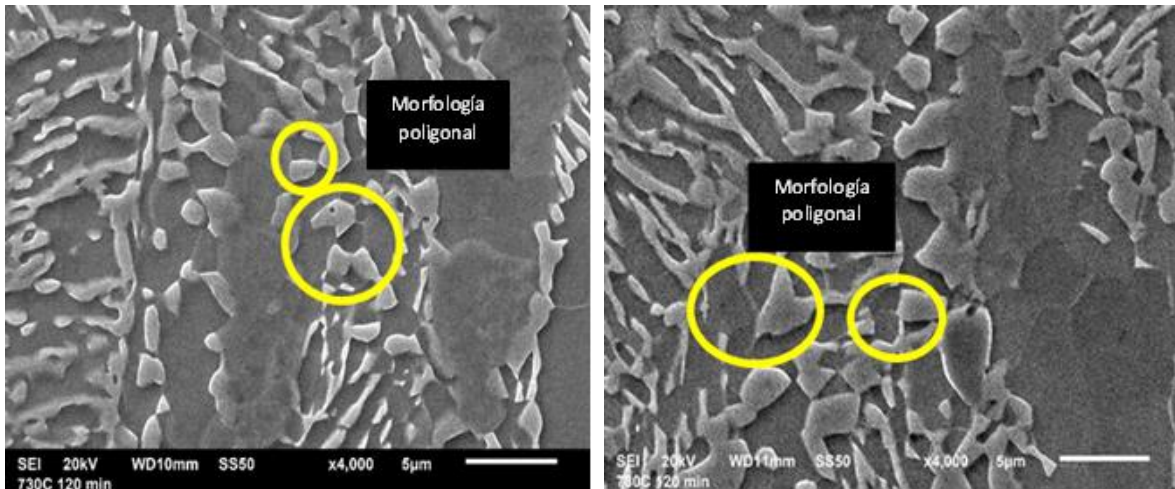


Figura 4.13. Acero de medio manganeso con R.I. durante 120 minutos a (a) 730°C y (B) 780°C.

4.4 Caracterización vía MO

La microestructura del acero con R.I. caracterizada vía microscopía óptica se muestra en las Figura 4.14 A, B y C. A partir de dichos resultados se puede apreciar la evolución microestructural de las muestras a través del tiempo partiendo de una microestructura de ferrita, martensita y austenita retenida; a 730°C existe un decremento de la fase ferrítica (fase clara) y un incremento de la fase de producto de reversión de la martensita (fase oscura).

Por otro lado, las muestras tratadas a 780°C muestran un aparente decremento de la fase de reversión de la martensita a través del tiempo (Ver Figura 4.14 D, E y F). Es visible que los granos siguen presentando un patrón alargado y con tendencia a presentar una morfología equiaxiada a tiempos largos de R.I.

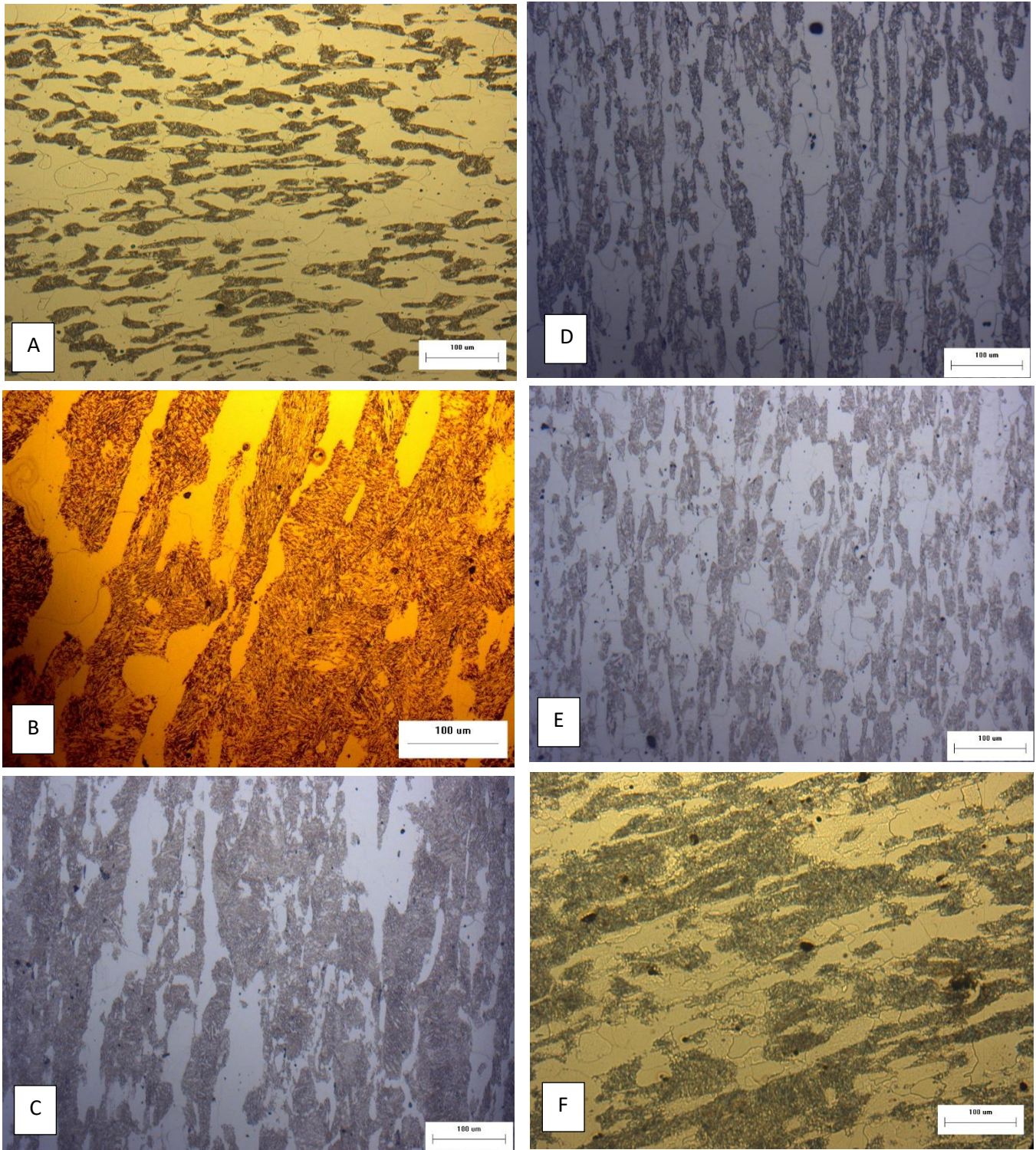
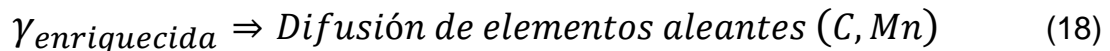
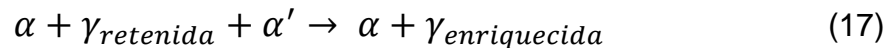


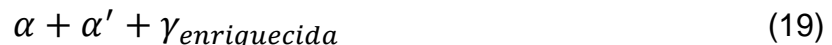
Figura 4.14. Acero de medio manganeso con R.I. a 730°C y 30 (A), 60 (B) y 120 (C) minutos y R.I. a 780° C y 30 (D), 60 (E) y 120 (F) minutos.

4.5 Desarrollo de la microestructura durante el R.I.

A partir de los resultados de DRX y las técnicas de microscopía, se establece que durante el R.I. el acero presentó la transformación de reversión martensítica descrita en la siguiente relación:



Después, al finalizar el enfriamiento desde la temperatura de R.I., la microestructura desarrollada es:



Durante el R.I., la microestructura se desarrolló a partir de la reversión de la martensita, los elementos aleantes C y Mn particionan, preferencialmente, hacia la fase austenítica mientras que el Al y Si estabilizan la fase ferrítica evitando la formación de carburos. En la Figura 4.15 se ilustra el mecanismo de nucleación y crecimiento.

Seawoong Lee *et al.* [37] investigaron un acero con 0.05C-6.15Mn-1.5Si (% en peso) obteniendo un tamaño de grano menor a una micra posterior al R. I. además de concluir que un tamaño de ese orden hace una contribución efectiva en la estabilización de la fase gamma. Por otro lado, Chang Wang *et al.* [38] reportan en un acero con Fe-0.2C-5Mn un crecimiento no mayor a 0.5 micras incluso después de 144 horas de R. I. A 650°C. En un acero con composición de 0.16C-4.7Mn-1.6Al-0.20Si, laminado en caliente y con R.I., Kozłowska *et al.* [35] reportan granos de austenita del orden de 50 nm vistos vía microscopía electrónica de transmisión. Además, Lee y Han [39] reportaron en un acero laminado en caliente y con composición de Fe-0.05C-9Mn un tamaño de austenita de 180 nm después del R.I.; los sitios de crecimiento de la austenita fueron entre los listones de martensita con tamaños del orden nanométrico por lo que no fue posible visualizarla vía MEB.

Comenzando con la microestructura de laminación en caliente de martensita, ferrita y austenita retenida, los sitios preferenciales de nucleación para γ y α se localizan entre los listones de martensita, los límites de grano de la ferrita y la interfaz α/γ (ver Figura 4.15A). Además, la austenita preserva la morfología de los listones de martensita de la microestructura inicial [34].

El crecimiento de los granos de austenita siguió la secuencia descrita en las ecuaciones 17 y 18, y su cinética de crecimiento fue muy lenta llegando a un tamaño de grano del orden de una micra, como se discutió anteriormente.

En la Figura 4.15B, se muestra el crecimiento de los granos de austenita y ferrita en los sitios preferenciales además de la partición de los elementos aleantes hacia cada una de las fases. La austenita que no se enriquece lo suficiente para ser estable a temperatura ambiente se transforma a martensita durante el enfriamiento para, finalmente, desarrollar la microestructura de ferrita, austenita enriquecida y martensita de temple (ver Figura 4.15C).

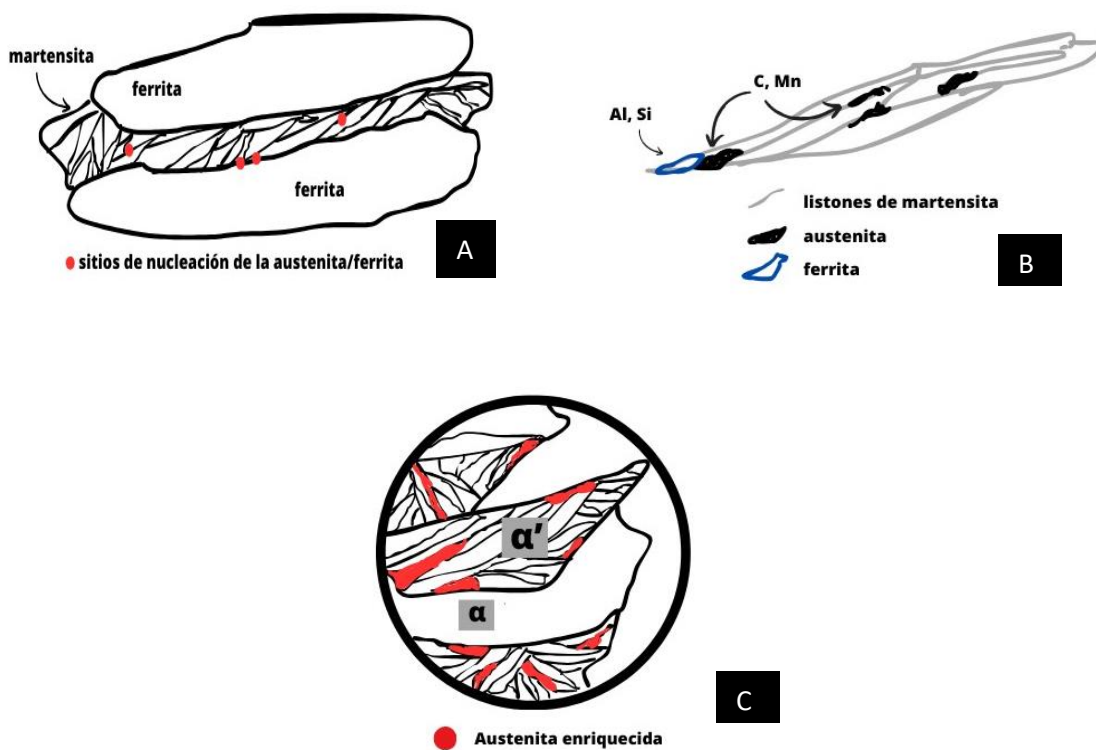


Figura 4.15. Esquema ilustrativo de la nucleación y crecimiento de la austenita durante el R.I.

A partir de los resultados obtenidos después del R.I. vía DRX, se observa que la cantidad de austenita retenida fue menor en la temperatura más alta. Yan Ma [40] se lo adjudica a dos razones: (1) Una mayor temperatura de R. I. promueve la formación y el crecimiento de austenita, lo que resulta en un aumento en la fracción de volumen de austenita. Sin embargo, cuanto mayor es la fracción volumétrica de austenita retenida, menor es la cantidad de carbono y manganeso en la fase austenítica, provocando una estabilidad baja. En consecuencia, más austenita podría transformarse en ferrita o martensita durante el enfriamiento posterior. (2) La alta densidad de dislocaciones creada durante la laminación permanecerá en la

austenita retenida a baja temperatura. Los átomos de carbono intersticiales pueden segregarse fácilmente en dislocaciones en la austenita retenida, porque actúan como conductos para la difusión de átomos de carbono lo que mejora la estabilidad de la austenita retenida, sin embargo, la densidad de dislocaciones disminuye a altas temperaturas de recocido, lo que conduce a la reducción de los canales de difusión.

4.6 Evaluación de las propiedades mecánicas

Se realizaron pruebas de tensión para evaluar la resistencia y elongación de las probetas del acero medio manganeso en función de la temperatura y tiempo de R.I. En las muestras tratadas a 730°C, se obtuvieron los gráficos y resultados de esfuerzo-deformación presentados en la Figura 4.16 y en la Tabla 4.3 Los resultados de resistencia con R.I. en comparación con los valores de la probeta en condición de laminación, mostraron una mejora en elongación alcanzando valores de resistencia máxima relativamente altos (800 y 998 MPa) con valores de elongación de hasta 52%. Mientras que las probetas con R.I. a 780°C, alcanzaron los valores presentados en la Tabla 4.4 y en la Figura 4.17 mostrando valores ligeramente más altos (972 a 1016 MPa) que las muestras con R. I. a 730°C sin embargo los valores de elongación fueron más bajos de 51 a 18%.

La Tablas Tablas 4.3 y 4.4, muestran los valores para cedencia (σ_0), deformación (real) a la fractura (ϵ_f) medido en el punto de encuellamiento, resistencia máxima ($\sigma_{m\acute{a}x.}$), porcentaje de elongación total determinado a partir las mediciones efectuadas antes y después de aplicar la deformación, y producto de resistencia máxima por elongación (MPa%).

Tabla 4.2. Resultados de pruebas de tensión del acero medio manganeso con R.I. a d 730°C

Probeta	σ_0 (MPa)	$\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	ϵ_f	% Elong.	MPa%
730°C, 30 min	627	998	0.33	47	46906
730°C, 60 min	616	822	0.41	52	41100
730°C, 120 min	590	780	0.47	50	39000

Tabla 4.3. Resultados de pruebas de tensión del acero medio manganeso con R. I. a 780°C.

Probeta	σ_0 (MPa)	$\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	ϵ_f	% Elong.	MPa%
780°C, 30 min	493	972	0.41	51	49572
780°C, 60 min	580	1016	0.33	30	30480
780°C, 120 min	430	974	0.31	18	17532

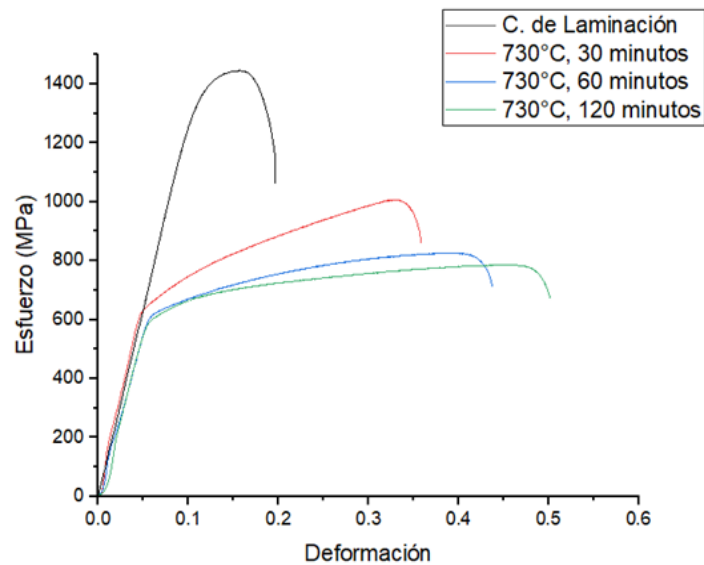


Figura 4.16. Curvas σ - ϵ de las probetas con R. I. a 730°C y en condiciones de laminación.

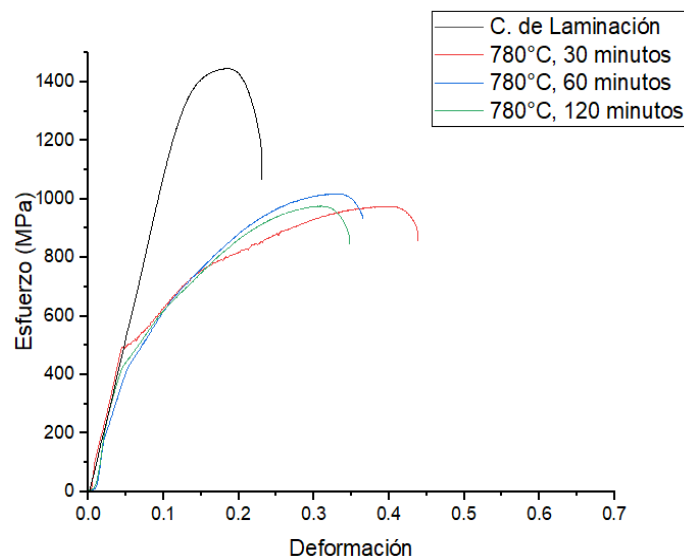


Figura 4.17. Curvas σ - ϵ de las probetas con R. I. a 780°C y en condiciones de laminación.

Analizando los datos de las Tablas 4.3 y 4.4 es posible concluir que el acero de medio manganeso con R. I. se sitúa en 5 de las 6 condiciones dentro de la familia de Aceros Avanzados de Alta Resistencia de 3ª generación, los cuales exhiben una combinación de resistencia y ductilidad relativamente altas. Estos aceros tienen una microestructura compleja que consiste en una austenita de grano nano/ultrafino y ferrita/martensita, con un contenido de Mn alrededor (3–10 %) y un alto nivel de austenita retenida (30 % en volumen) que mejora la ductilidad que da como resultado los mecanismos de plasticidad inducida por transformación (TRIP) o incluso de la plasticidad inducida por maclaje (TWIP) [41].

A pesar de tener una mayor cantidad de austenita en la temperatura de 730°C, las probetas de 780°C sometidas a ensayos de tensión muestran mayor resistencia, aunque menor elongación (ver Figura 4.15 y 4.16). Por otro lado, en las muestras con R.I. a 730° C, los valores de elongación fueron aumentando con el tiempo, lo que indica que los granos de austenita tuvieron un incremento de enriquecimiento de C y Mn con el tiempo mientras que, a 780° C, a mayor tiempo, la elongación decreció.

El material analizado en este proyecto alcanzó valores de hasta 49 000 MPa%, por lo que se discutirá en las siguientes secciones la estabilización de la fase austenítica pues a partir de ello se activan los mecanismos de plasticidad responsables de los valores en las propiedades mecánicas.

5 Análisis de la transformación del acero con recocido intercrítico durante la deformación

5.1 Caracterización vía DRX

Con el fin de evaluar el nivel de transformación y los mecanismos de plasticidad presentes en el acero, se cuantificó vía DRX la cantidad de la fase austenítica posterior a los ensayos de tensión. En la Figura 5.1 se muestra el difractograma de las muestras a 730°C a diferentes tiempos de R. I. después del ensayo de tensión. Se muestra un notable cambio en la intensidad de los picos de las fases presentes además de la remoción de algunos picos de la fase austenítica debido a su transformación a martensita por efecto de la deformación aplicada, sin embargo, se sigue observando la presencia de picos de la austenita, indicando una transformación parcial $\gamma \rightarrow \alpha'$.

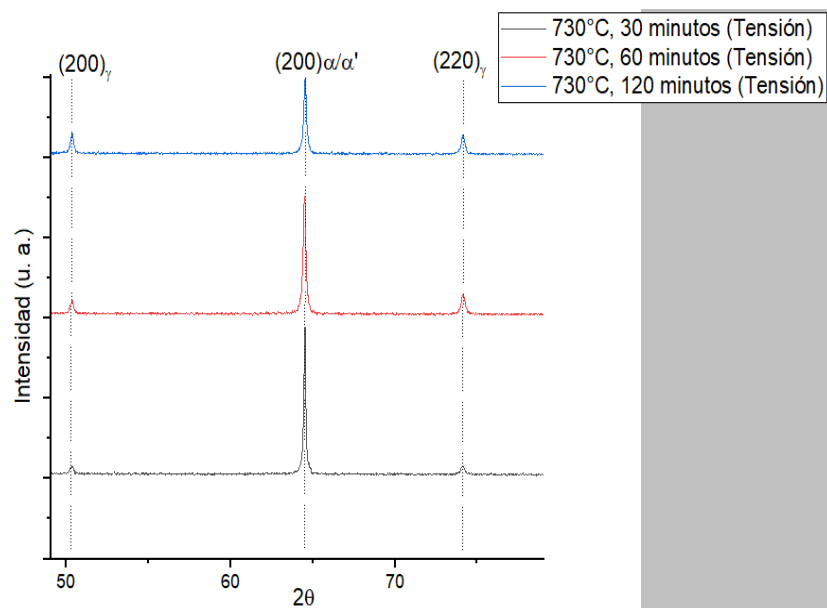


Figura 5.1. Difractograma del acero de medio manganeso con R. I. a 730°C después del ensayo de tensión.

Por otra parte, en la Figura 5.2 se muestra el difractograma de las muestras con R.I. a 780°C. En la muestra de 30 minutos sigue apareciendo un pico característico de la fase austenítica, sin embargo, sólo se aprecia con un acercamiento en el área específica (ver Figura 5.3). Mientras que en las muestras de 60 y 120 minutos los picos de la fase austenítica ya no se presentan, por lo cual se puede establecer que

existió una transformación total de la austenita a martensita por efecto de la deformación aplicada.

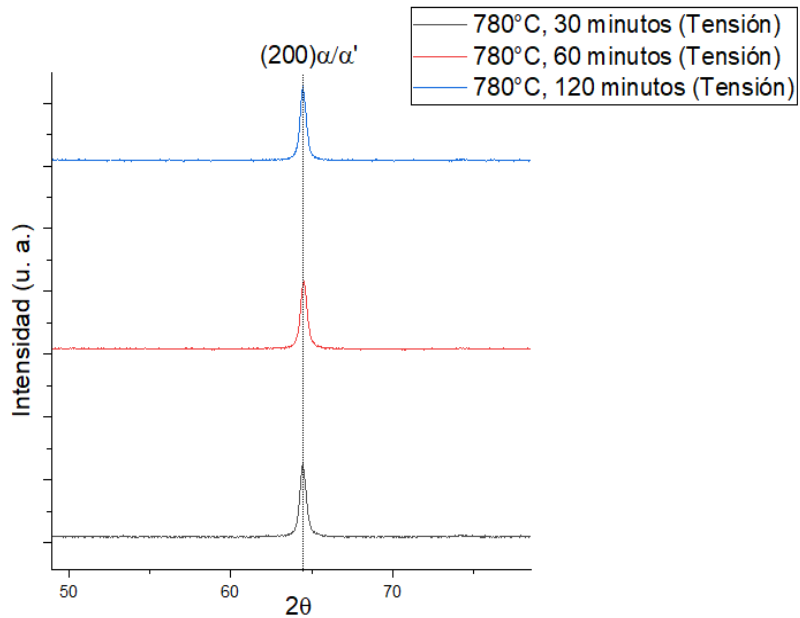


Figura 5.2. Difractograma del acero de medio manganeso con R. I. a 780°C después del ensayo de tensión.

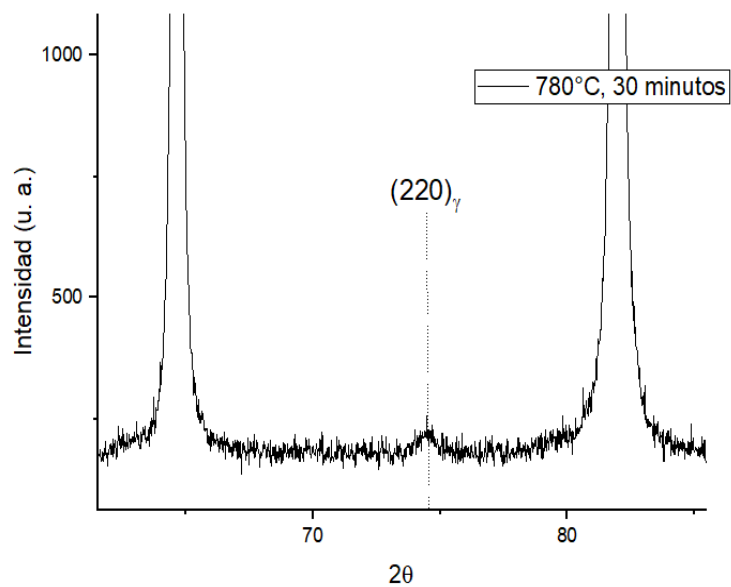


Figura 5.3. Acercamiento al pico de la fase austenítica del difractograma del acero de medio manganeso con R. I. a 780°C y 30 minutos después del ensayo de tensión.

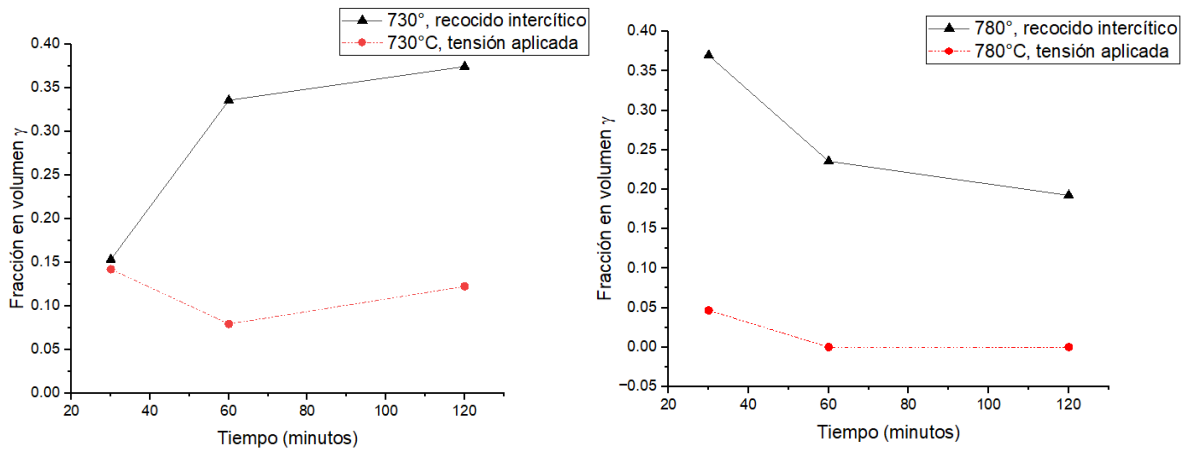


Figura 5.4. Fracción en volumen de la fase austenítica antes y después del R. I.

Con base en los valores recolectados es posible medir el grado de transformación que tuvo la austenita, a 730°C la transformación fue parcial teniendo un mayor valor en la muestra tratada intercríticamente durante 60 minutos y un menor grado en la muestra de media hora (ver Tabla 5.3).

Tabla 5.1. Grado de transformación del acero de medio manganeso con R. I. posterior a ensayos de tensión

R. I. (T/t)	X_0^γ	X_f^γ	% $\tau(\gamma \rightarrow \alpha')$
730°C, 30 minutos	0.153	0.142	7.2
730°C, 60 minutos	0.336	0.079	76.5
730°C, 120 minutos	0.374	0.122	67.4
780°C, 30 minutos	0.369	0.0465	87.4
780°C, 60 minutos	0.235	0	100
780°C, 120 minutos	0.192	0	100

Como se mencionó anteriormente, la transformación total o parcial del material es inducida por factores de estabilización de la fase austenítica. Las muestras con R.I. a 730°C tuvieron una transformación parcial, y con base en los resultados de las pruebas de tensión, donde las elongaciones alcanzadas fueron superiores a las reportadas para aceros TRIP, se presupone que el efecto TWIP fue el que domino en el incremento de las propiedades mecánicas; además, de acuerdo con los parámetros de R. I. discutidos en secciones anteriores, se obtendría una EFA de más de 20 mJ/m² por lo que el mecanismo favorecido es la plasticidad inducida por maclaje, por otro lado, en las muestras tratadas a 780°C, la EFA se encuentra en el

rango de 15-20 mJ/m² por lo que ambos mecanismos de plasticidad estarían presentes. Si bien estos valores no son completamente exactos debido a las fluctuaciones que pueden existir al momento de realizar el R. I., la mayoría de los resultados alcanzados durante el ensayo de tensión para ambas temperaturas demuestran la existencia de los mecanismos TWIP y TRIP a diferentes tiempos.

5.2 Resultados de las pruebas de microdureza

Se realizaron indentaciones para caracterizar las probetas posteriores al ensayo de tensión. La metodología usada fue la misma que en secciones anteriores.

En la Figura 5.5 se graficaron los resultados de la dureza antes y después del ensayo de tensión notando un incremento de la dureza en las muestras con R. I. a 730°C pues, ya que como se demuestra en los resultados de DRX, la cantidad de fase martensítica va en incremento. Por otro lado, la muestra 780°C, 30 minutos fue la que mostró mayor dureza tanto general como de la fase del producto de transformación de la austenita y conforme aumento el tiempo de R.I. las durezas fueron disminuyendo su valor.

En cuanto a la dureza de la ferrita tuvo un incremento comparado con las durezas en estado de R. I. debido a que tuvo un endurecimiento por deformación a diferencia de la austenita que se transformó a martensita y en consecuencia su dureza tuvo un aumento de valor (ver Figura 5.6 y 5.7).

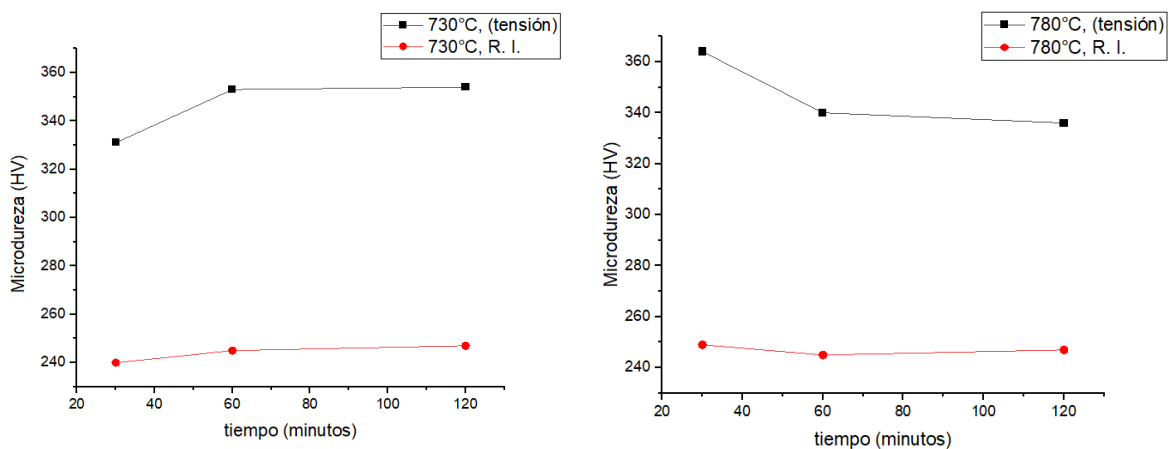


Figura 5.5. Dureza de la probeta con R. I. antes y después del ensayo de tensión.

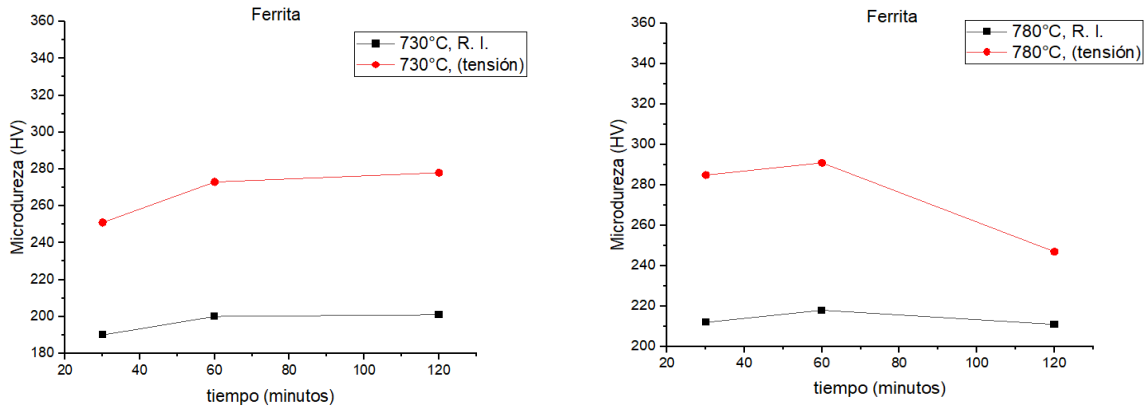


Figura 5.6. Dureza del acero con R. I. en la fase ferrítica antes y después del ensayo de tensión.

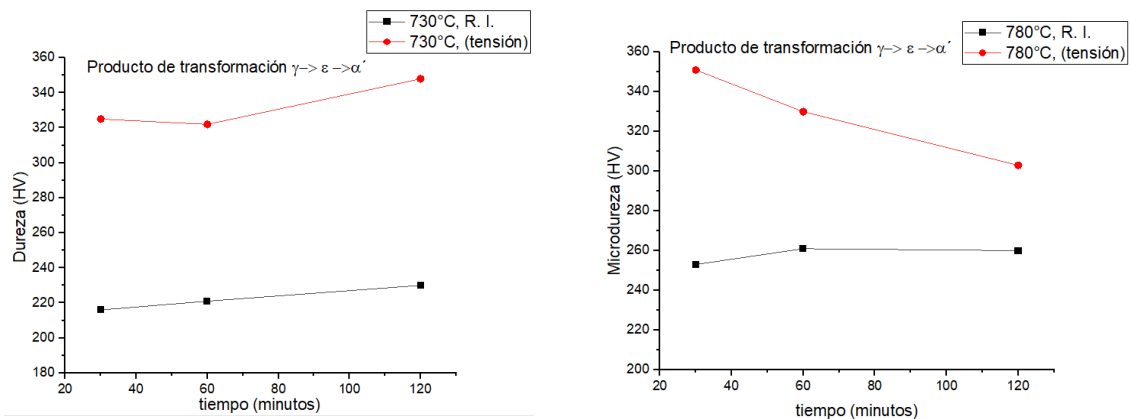


Figura 5.7. Dureza del acero con R. I. antes y después del ensayo de tensión.

5.3 Resultados de la caracterización vía MEB

El acero con R.I. deformado vía tensión se caracterizó vía MEB. La probeta con R.I. a 730°C durante 30 minutos muestra el menor grado de transformación (ver Figura 5.8) se aprecian los granos deformados en la dirección del esfuerzo de tensión. En la muestra con R. I. a 730°C con 60 y 120 minutos se muestra mayor cantidad de martensita (ver Figura 5.9 y 5.10), aunque la austenita no alcanzó la total transformación (según los resultados de DRX) ya que tuvo mayor estabilidad por el enriquecimiento de C y Mn obtenido durante el R.I. La zona clara se determinó como el producto de reversión de la martensita, austenita y bloques de martensita en listones mientras que la zona oscura es ferrita.

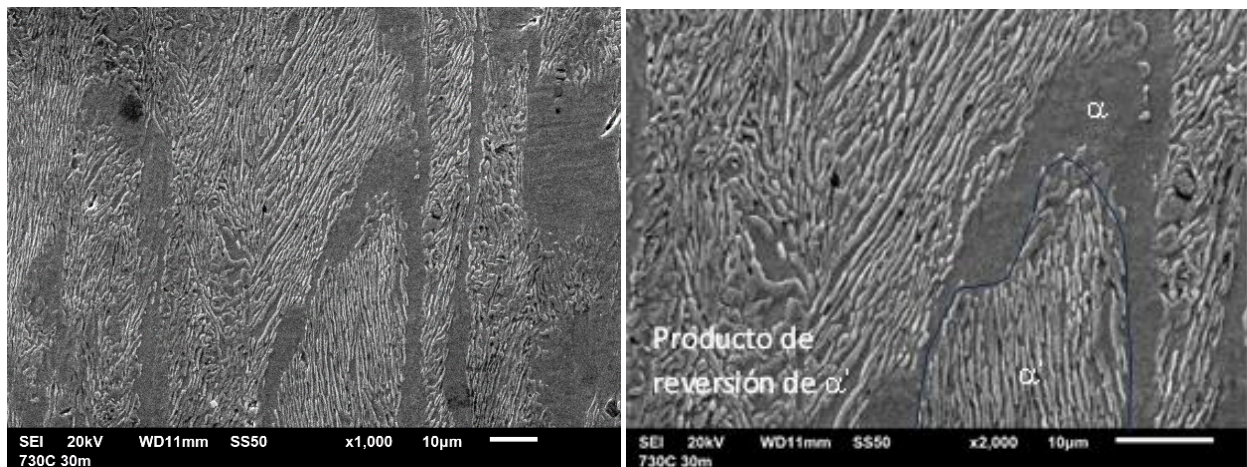


Figura 5.8. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 30 minutos.

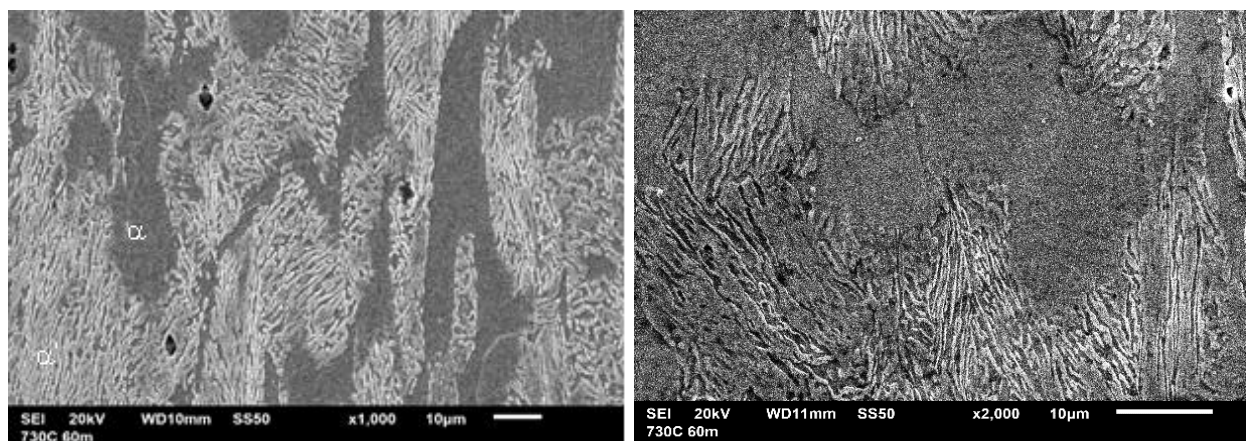


Figura 5.9. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 60 minutos.

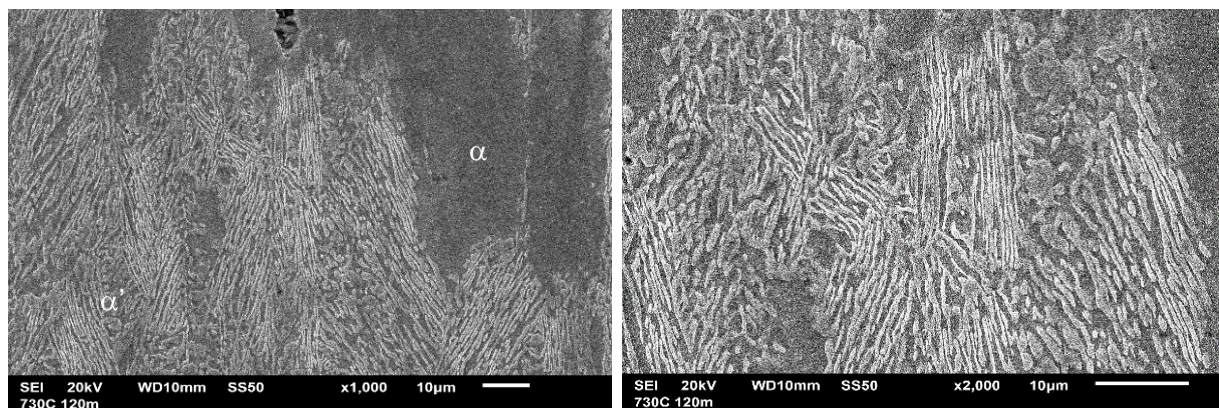


Figura 5.10. Acero de medio manganeso con R. I. a 730°C durante 120 minutos

Por otra parte, el acero con R.I. a 780°C deformado en tensión se muestra en las Figuras 5.11 a 5.13. La probeta con 30 minutos presento una transformación parcial (Figura 5.11) muestra los bloques de martensita alargados con presencia de ferrita. Por otra parte, las muestras con 60 y 120 minutos (Figuras 5.12 y 5.13) presentaron una transformación total, muestran bloques de martensita con una morfología de listones alargados dentro de la matriz ferrítica. Las morfologías poligonales que se presentaron en las muestras con R.I. con 120 minutos (ver Figura 4.18), posterior a la deformación, se presentaron en menor cantidad para las muestras con R.I. a 730°C mientras que en la muestra de 780°C no se presentaron debido a la transformación total alcanzada.

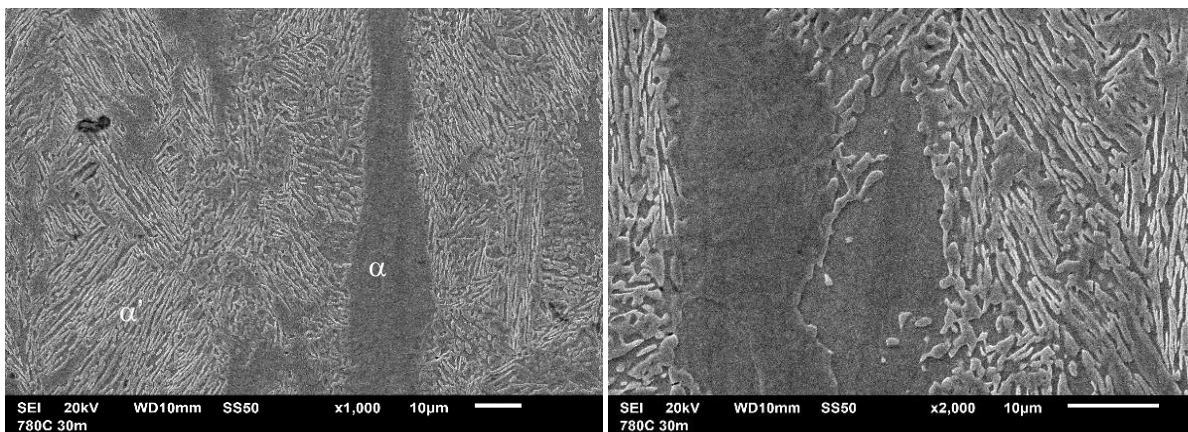


Figura 5.11. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 30 minutos.

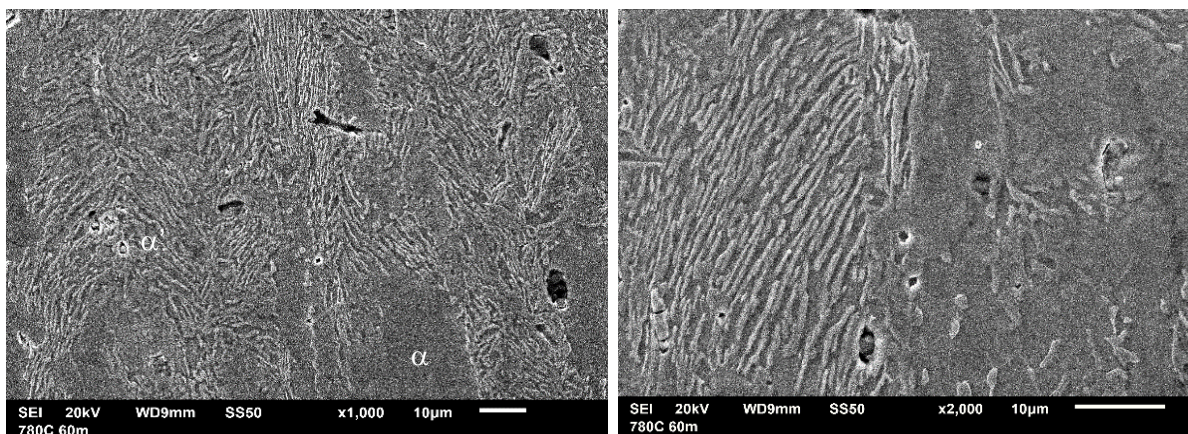


Figura 5.12. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 60 minutos.

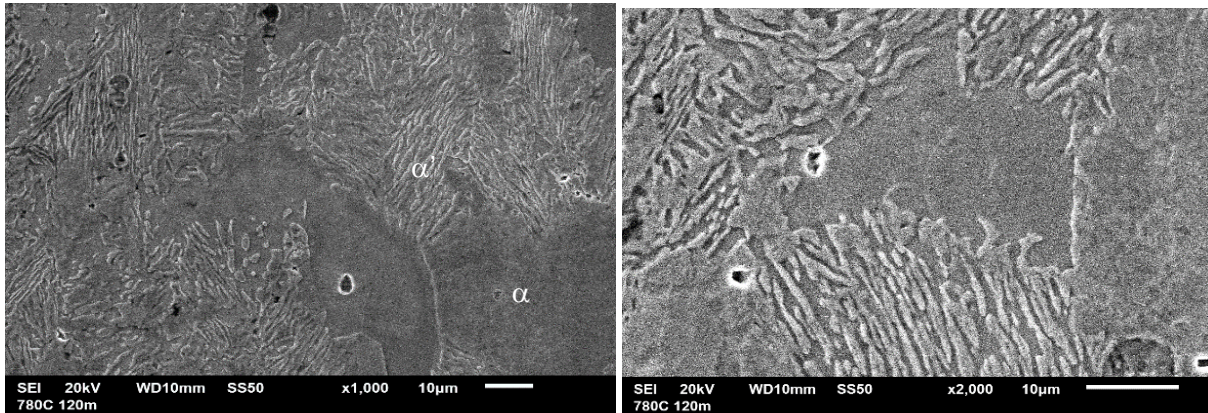
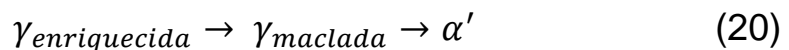


Figura 5.13. Acero de medio manganeso con R. I. a 780°C durante 120 minutos.

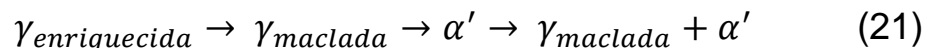
5.4 Desarrollo microestructural durante la deformación

Con base en los resultados de DRX y microdureza obtenidos en el acero con R.I. deformado en tensión se puede establecer las secuencias para describir los procesos de maclaje y transformación martensítica que tuvo lugar durante la deformación de los granos de austenita enriquecida, cabe mencionar que previo a la transformación martensítica, el maclaje toma lugar en los granos de austenita y en las intersecciones de las maclas comienza la nucleación y crecimiento de la martensita.

Para una transformación total:



Para la transformación parcial:



En el efecto TWIP, las maclas de deformación actúan como obstáculos efectivos para el movimiento de dislocación, reduciendo el camino libre medio de dislocación y endureciendo al material [7]. La EFA se relaciona en el proceso de maclaje, ya que al ser más alta la EFA se suprime la transformación presentada dando preferencia a la activación del maclaje para el endurecimiento del material [7], [42]. Mientras que el efecto TRIP, promueve la transformación de la austenita metaestable a martensita ϵ (HCP) o martensita α' (BCT) durante la deformación plástica, facilitando la deformación homogénea.

Sabzi *et al.* [43] realizaron una investigación con varias distribuciones de tamaño de grano y concluyen que la austenita podría transformarse directamente a α' ($\gamma \rightarrow \alpha'$) en la microestructura con menor distribución de tamaño de grano apareciendo principalmente en las intersecciones de maclas. Por el contrario, en

microestructuras con mayor distribución de tamaño de grano, la nucleación se produjo en las intersecciones de las plaquetas de martensita ε . Además, la coexistencia de estas rutas de transformación proporcionó un efecto de plasticidad inducida por transformación extendida que terminó en un mayor alargamiento hasta la fractura en el curso de la deformación.

5.5 Velocidad de endurecimiento por deformación

La Figuras 5.14 y 5.15 muestran las curvas de velocidad de endurecimiento por trabajo (*Strain Hardening Rate, SHR*) vs deformación y las curvas $\sigma - \varepsilon$ para las muestras con R.I. a 730°C y 780°C a diferentes tiempos. Es posible visualizar tres etapas en el comportamiento de SHR durante la deformación las cuales han sido analizadas por diferentes investigadores [11], [44]–[49]. La primera etapa se adjudica a la zona elástica donde existe un decremento en SHR debido a la deformación de la ferrita [44]. Durante la segunda etapa existen fluctuaciones derivadas de la estabilidad no homogénea de la austenita en la cual los mecanismos de plasticidad TWIP y/o TRIP están tomando lugar; durante esta etapa, los granos de martensita actúan como partículas duras e indeformables incrustadas en la matriz austenítica más blanda aumentando la densidad de dislocaciones en γ [45]. Cabe mencionar que el maclaje aumenta la velocidad de endurecimiento por trabajo ya que las maclas actúan como obstáculos para el movimiento de dislocaciones ocasionando un refinamiento microestructural dinámico [11]. Finalmente, la tercera etapa se caracteriza por tener un decremento a partir del punto de encuellamiento y hasta la ruptura señalando el final de los mecanismos de plasticidad TWIP/TRIP [46].

En las Figuras 5.14 y 5.15 es posible ver que la primer caída de las curvas SHR (Etapa I), para ambas muestras a una deformación de alrededor de 0.08, indicando el final de la zona plástica del acero; por otro lado, en la segunda etapa, las muestras con R.I. a 730°C muestran un comportamiento con fluctuaciones manteniendo un rango constante de máximos y mínimos en los valores de SHR hasta llegar al encuellamiento en un valor aproximado de $\varepsilon = 0.33$, por otro lado, las muestras con R.I. de 780°C, las fluctuaciones van en decremento hasta llegar a la caída de la curva en un valor de $\varepsilon = 0.31$. el comportamiento de las curvas SHR y $\sigma - \varepsilon$ varia con la temperatura. Con base a los resultados discutidos en secciones anteriores es posible deducir que ambos mecanismos, TWIP y TRIP, estuvieron presentes durante la deformación de las muestras, sin embargo, el grado de estabilidad de la austenita vario para cada probeta alcanzando valores distintos.

En la ecuación reportada por Sugimoto et al. [50], cuantifican la estabilidad de la austenita a partir de la siguiente relación:

$$f_A = f_{A0} \exp(-k\varepsilon) \quad (22)$$

Donde f_A es el contenido de austenita a una deformación ε , f_{A0} es la cantidad inicial de austenita y el valor k muestra el grado de estabilización de γ , el cual decrementa cuando hay un incremento en la estabilidad de la austenita. A partir de los datos de deformación y contenido de austenita al inicio y al final de la deformación en el acero de medio manganeso evaluado se obtuvieron los resultados reportados en la Tabla 5.2 tomando los resultados de DRX y ensayos de tensión del acero con R.I.

Como lo muestran los valores de k , en las muestras con R.I. a 730°C, el valor de k tiene menor magnitud en comparación con los valores de las muestras con R.I. a 780°C, indicando una estabilización mayor de la fase austenítica por lo que la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$ no alcanza su totalidad. En las muestras con R.I. a 780°C a tiempos de 60 y 120 minutos, el valor de k no fue calculado debido a que mostraron transformación martensítica total durante la deformación evidenciando la metaestabilidad de la austenita.

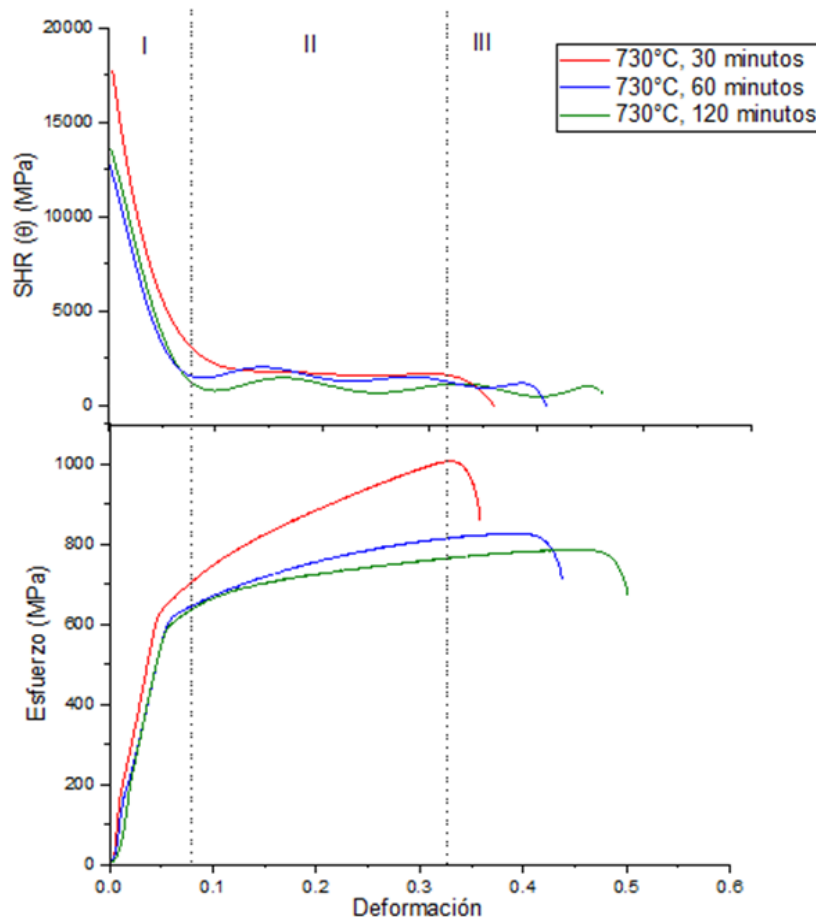


Figura 5.14. Curva SHR y σ - ε para acero con R.I. a 730°C.

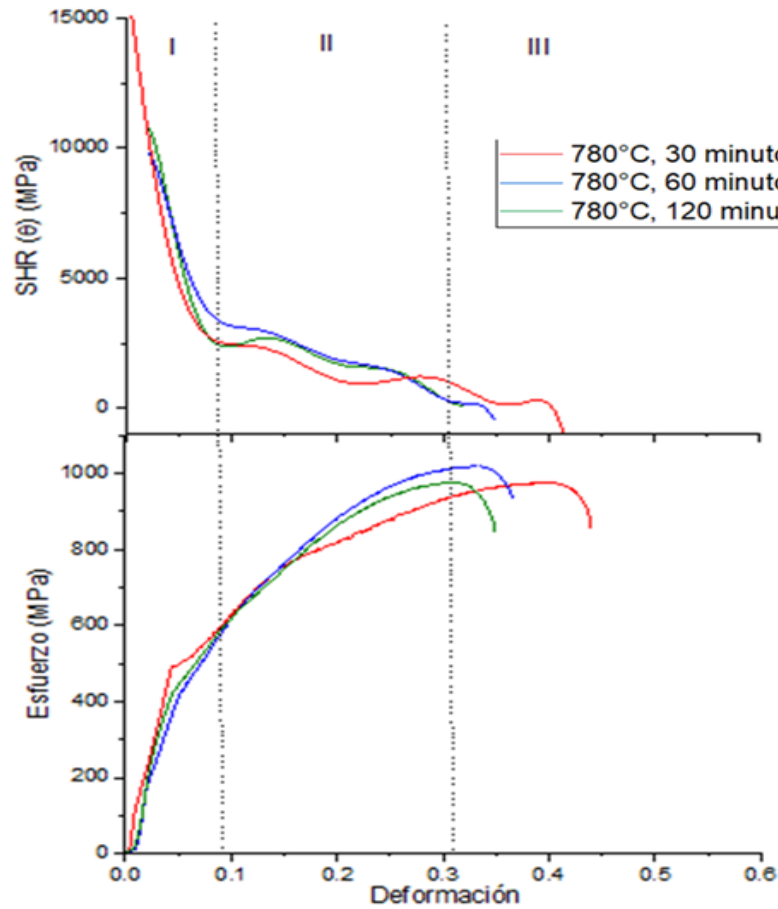


Figura 5.15. Curva SHR y σ - ϵ para acero con R.I. a 780°C.

Tabla 5.2. Estabilidad de la austenita (parámetro k)

Muestra	f_{A0}	f_A	ϵ	k
730°C, 30 min	0.15	0.142	0.33	0.166
730°C, 60 min	0.33	0.079	0.41	3.486
730°C, 120 min	0.37	0.122	0.47	2.360
780°C, 30 min	0.36	0.0465	0.41	4.99
780°C, 60 min	0.23	0	0.33	-
780°C, 120 min	0.19	0	0.31	-

5.6 Análisis de la transformación del acero durante la deformación

En la literatura han sido desarrolladas investigaciones similares variando la composición química del acero por lo que los parámetros de R. I. y las propiedades difieren a las presentadas en el actual trabajo y en la Tabla 5.3 se hace referencia a estos reportes donde se desarrollan los mecanismos TRIP y/o TRIP, cabe mencionar que en la referencia [44] además del R. I. se realizó un Tratamiento Isotérmico (T.I.) para promover la formación de bainita debido a los objetivos del investigador.

Tabla 5.3. Propiedades alcanzadas en aceros con mecanismo de plasticidad TWIP y/o TRIP en investigaciones similares.

Acero	Tratamiento térmico	Temperatura	Tiempo	γ_{ret}	$\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	% elong.	MPa%	$\gamma_{transf.}$	Ref.	C_{γ}
Fe-0.15C-7Mn-1.5Al-2Si-0.1Nb	R. I.	700°C	1 hora	0.46	1083	36	38988	1	[51]	<1(M)
Fe-0.15C-11Mn-1.5Al-2Si-0.15V-0.005B	R. I.	625°C	1 hora	0.53	1500	22	33000	1	[52]	<1(M)
Fe-0.14C-9Mn-1.39Al-2.0Si	R. I.	680°C	2 horas	0.41	1207	55	66385	0.15	[22]	>1(E)
Fe-0.215C-1.220Mn-2.160Si-0.019P-0.021S	R. I. T. I.	780°C (R. I.) 415 °C (T. I.)	5 min. (R. I.) 5 min. (T. I.)	0.15	890	33	29370	0.40	[53]	>1(E)
Presente estudio	R. I.	730°	30 min	0.15	998	47	46906	0.072	Presente estudio	>1(E)
Presente estudio	R. I.	730°	60 min	0.33	822	50	41100	0.76		>1(E)
Presente estudio	R. I.	730°	120 min	0.37	780	52	40560	0.67		>1(E)
Presente estudio	R. I.	780°	30 min	0.36	972	51	49572	0.87		<1(E)
Presente estudio	R. I.	780°	60 min	0.23	1016	30	30480	1		<1(M)
Presente estudio	R. I.	780°	120 min	0.19	974	18	17532	1		<1(M)

γ_{ret} : austenita retenida; $\gamma_{transf.}$: fracción de austenita transformada; C_{γ} : estimación de C en austenita; M: metaestable; E: estable

En los resultados de las investigaciones referidas en la Tabla 5.3 se encontró que un mayor tiempo de permanencia en el horno, la fracción de austenita retenida presenta un decremento debido a que pierde estabilidad y si bien, se forma una mayor cantidad de fase durante el calentamiento, en el enfriamiento se presenta la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$.

De acuerdo con los datos mostrados en la Tabla 5.3, es posible catalogar a los primeros 9 aceros en Aceros Avanzados de Alta Resistencia de 3ª generación por los valores del producto de resistencia máxima por porcentaje de elongación evidenciando que el recocido intercrítico es de total importancia para alcanzar los resultados reportados. Por otra parte, para obtener dichos valores, es necesaria una óptima estabilización de la austenita durante el R.I. para la activación de los mecanismos TRIP y/o TWIP durante la deformación.

Como se mencionó en secciones anteriores, la estabilización de la austenita puede ser cuantificada mediante la difusión y enriquecimiento de los elementos aleantes dentro de la misma. El contenido de C en la austenita (C_γ) es un indicador importante para la estabilización de γ ya que determina la fuerza impulsora química y la deformación para producir la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$ [54]. Ha sido reportado [54]–[56] que en aceros con mecanismos TRIP con bajos contenidos de C_γ (<0.5-0.6 % en peso) no contribuyen en la mejora de la elongación, ya que la austenita se transforma a martensita durante el enfriamiento debido a su baja estabilidad, y con un contenido de C_γ (>1.8 % en peso) la transformación martensítica se suprime provocando valores bajos en la elongación; es por ello que concluyen que un contenido entre 0.6-1.5% C en la austenita promueve la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$ durante la deformación mejorando las propiedades de resistencia y elongación en el material. Para fines prácticos, se considera que un enriquecimiento de C_γ menor a 1% en peso genera granos de γ metaestables (es decir, ocurrirá una transformación total $\gamma \rightarrow \alpha'$) y cuando el contenido de C_γ es mayor a 1% en peso la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$ que ocurre es parcial debido a la alta estabilidad mecánica de la austenita.

La información de la Tabla 5.3, indica los valores de $\gamma_{retenida}$ durante el R.I. y de $\gamma_{transf.}$ posterior a la deformación, en las investigaciones [51] y [52] se propone que un enriquecimiento de $C_\gamma < 1\%$ en peso genera una austenita metaestable obteniéndose una transformación total de $\gamma \rightarrow \alpha'$ (efecto TRIP). Por otra parte, sí el contenido de $C_\gamma > 1\%$ solo se alcanza una transformación martensítica parcial, ya que la austenita es estable mecánicamente y no se transforma totalmente durante la deformación.

A partir de lo anterior mencionado, se puede establecer que en las muestras con R.I. a 730°C existe la presencia de austenita “estable” (C_γ mayor a 1% en peso) debido a su parcial transformación; Por otro lado, las muestras con R.I. a 780°C

evidencian que la austenita fue metaestable (C_γ menor a 1% en peso) ya que presentó una completa transformación a martensita.

5.7 Análisis Puntuales

Se realizaron análisis puntuales vía MEB en las muestras que presentaron las mejores relaciones de elongación y resistencia máxima a la tensión, se seleccionaron las probetas con R.I. a 730°C y 60 minutos y 780°C y 30 minutos (sin deformación) para analizar puntualmente la composición química del acero (% en peso de Mn, Al, Si y Fe) en los granos de ferrita, martensita y austenita vía EDS-MEB. A partir de la ecuación 11, reportada por VanDijk [27] y habiendo determinado el parámetro de red de la austenita por el método de Rietveld, se calculó el contenido de C en la austenita:

$$a_\gamma = 0.3556 + 0.00453X_C + 0.000095X_{Mn} + 0.00056X_{Al} \quad (11)$$

Además, a partir de la información obtenida, se calculó la temperatura de inicio de la transformación martensítica (M_s) a partir de la ecuación 2, establecida por Mahieu *et al.* [24]:

$$M_s(K) = 273 + 545.8 * e^{-1.632 * X_C} - 30.4 * X_{Mn} - 7.5 * X_{Si} + 30 * X_{Al} - 59.9 * X_P \quad (2)$$

Se determinaron las regiones de ferrita, martensita de temple y austenita en función de la morfología, contraste y del contenido de Mn registrado en los análisis químicos de la siguiente manera:

- Las regiones con un contraste claro y un contenido de Mn menor a 4.4%, fueron establecidas como ferrita.
- Las regiones con una morfología de listones y un contenido de Mn entre el 4-5.5% Mn fueron establecidas como martensita de temple, proveniente de la austenita que no fue estabilizada durante el R.I.
- Las regiones con un contraste claro y contenido de Mn > 5.5% fueron establecidas como austenita.

Las Figuras 5.16 a 5.19 muestran los resultados de los análisis puntuales para las regiones ferríticas y martensíticas en ambas muestras seleccionadas. Se recopiló la información química localmente del acero evidenciando un gradiente de composición química de los elementos de aleación Fe, Al, Si, Mn y C (C_γ) (ver las Tablas 5.4 a 5.7).

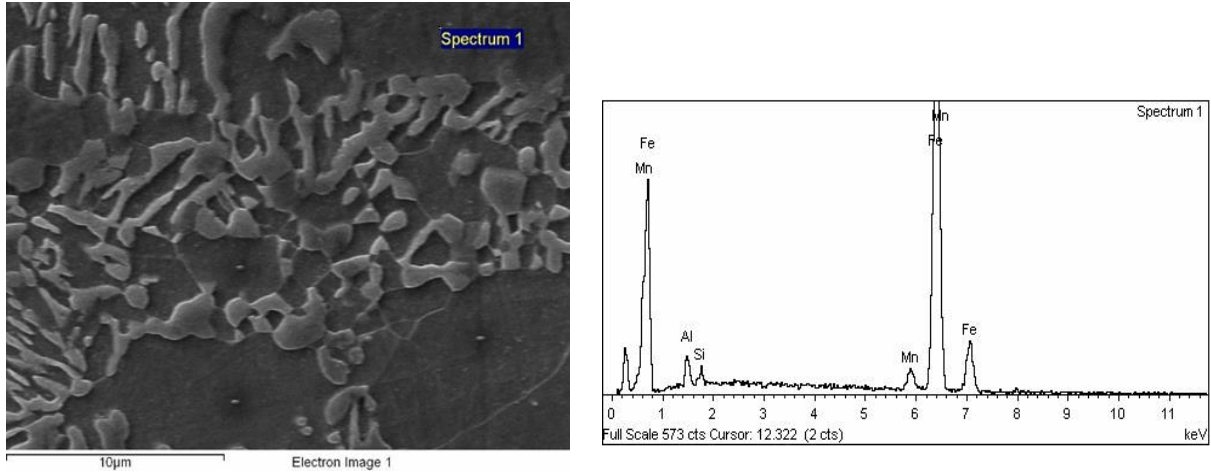


Figura 5.16. Análisis puntual medido vía EDS de la zona ferrítica del acero con R.I. a 730°C, 60 minutos.

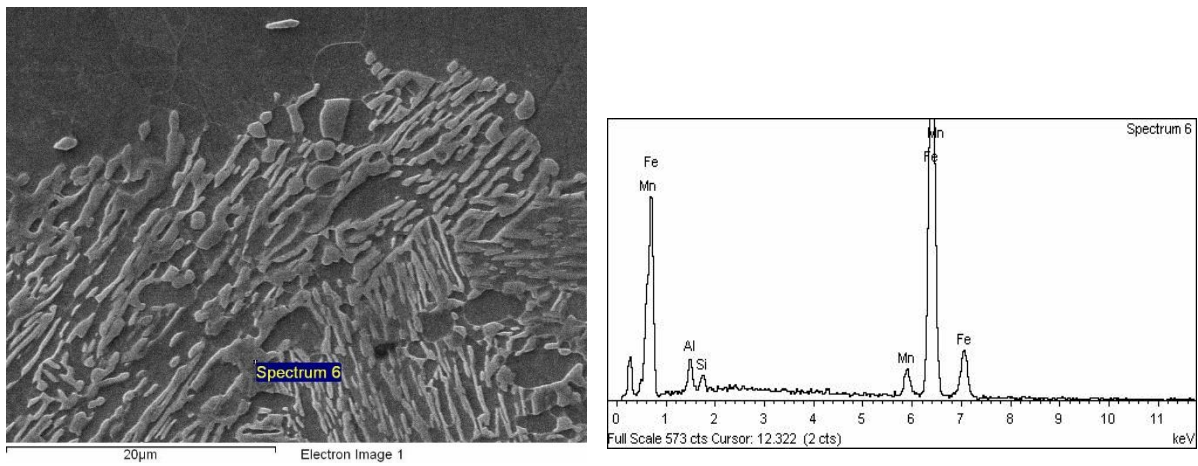


Figura 5.17. Análisis puntual medido vía EDS de la zona martensítica del acero con R.I. a 730°C, 60 minutos.

Tabla 5.4. Composición química de las fases medido vía EDS en el acero con R.I. a 730° C y 60 minutos.

Región	Mn	Al	Si	Fe
Ferrita	3.92	3.12	1.06	91.9
Martensita	4.90	2.88	1.39	90.84

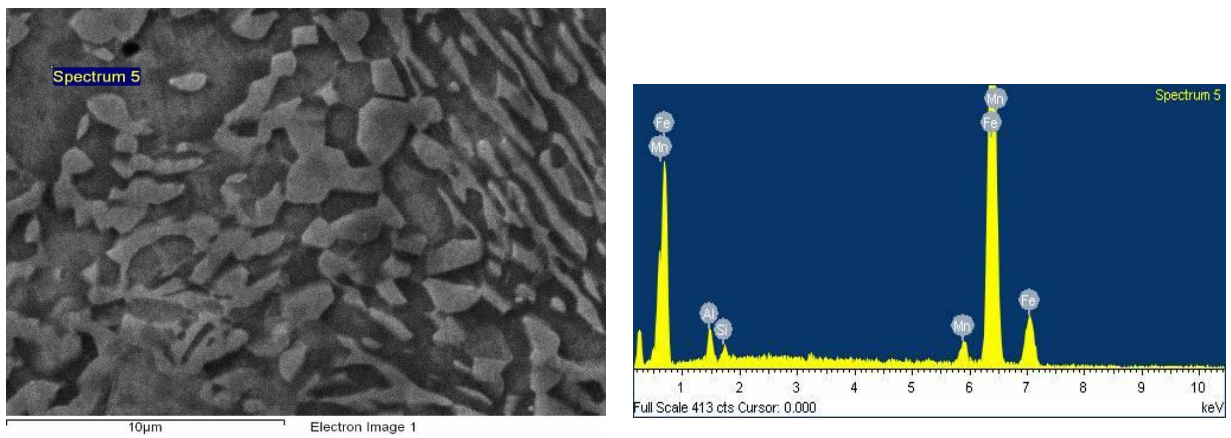


Figura 5.18. Análisis puntual medido vía EDS de la zona ferrítica del acero con R.I. a 780°C, 30 minutos.

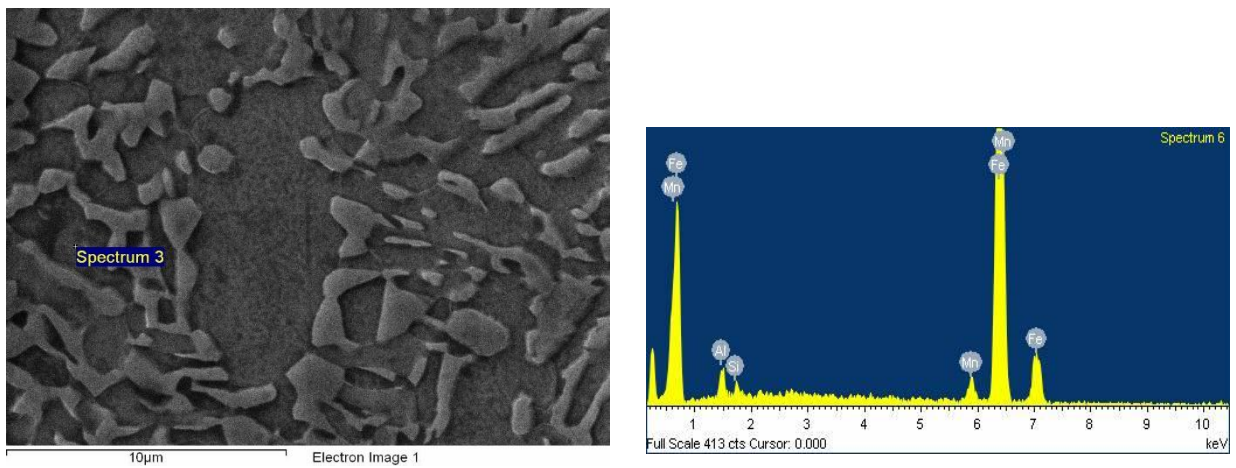
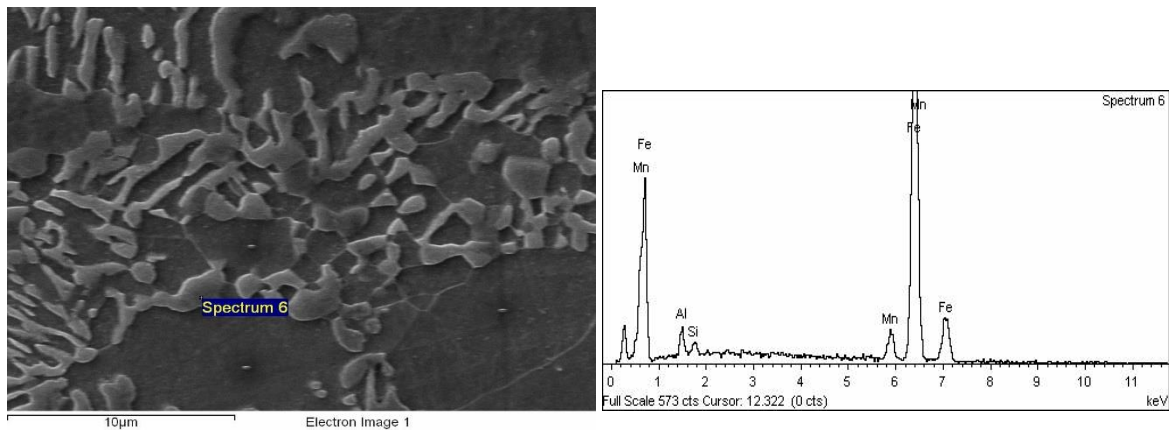


Figura 5.19. Análisis puntual de la zona martensítica medido vía EDS del acero con R.I. a 780°C, 30 minutos.

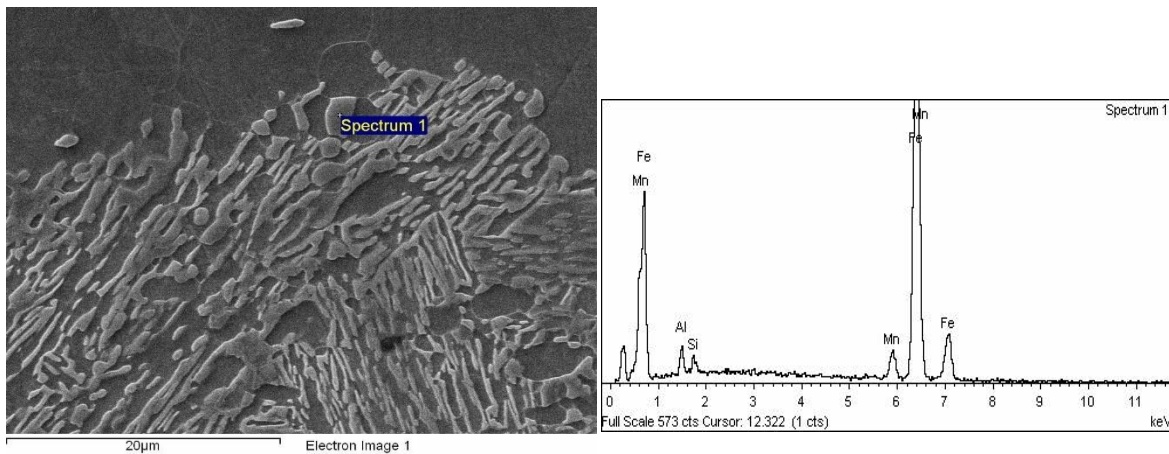
Tabla 5.5. Composición química de las fases medida vía EDS en el acero con R.I. a 780° C y 30 minutos.

Región	Mn	Al	Si	Fe
Ferrita	4.14	2.88	1.33	91.66
Martensita	4.58	3.17	0.87	91.38

Finalmente, las Figuras 5.20 y 5.21 y las Tablas 5.6 y 5.7 muestran los análisis químicos puntuales, medidos vía EDS, realizados en la zona austenítica de ambas muestras agregando el porcentaje de C calculado por medio de la ecuación 11 y la temperatura Ms calculada con la ecuación 2; cabe mencionar que la localización de la austenita fue determinada mediante los altos contenidos de Mn.



1

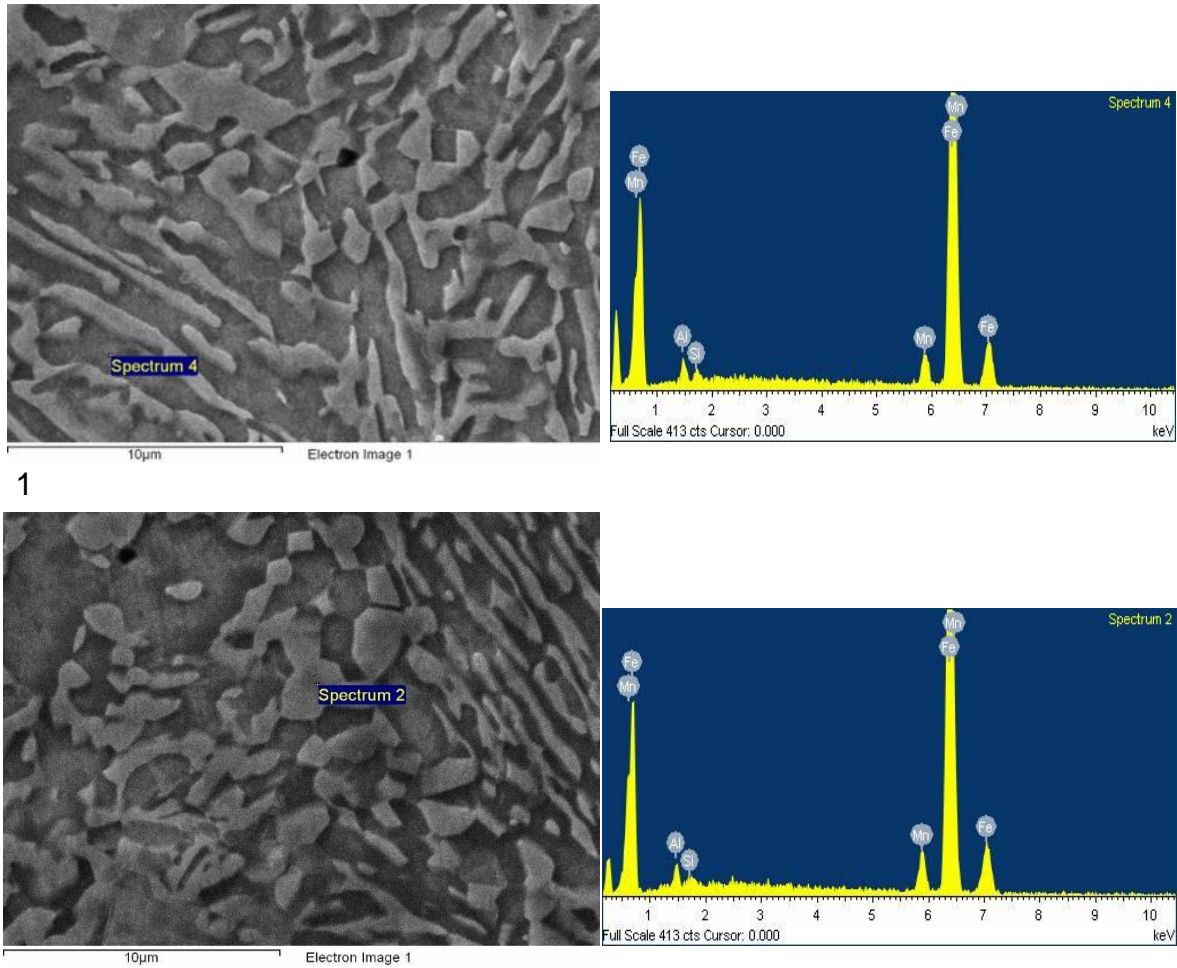


2

Figura 5.20. Análisis puntuales medidos vía EDS de la zona austenítica del acero con R.I. a 730°C, 60 minutos.

Tabla 5.6. Composición química medida vía EDS, temperatura Ms y C calculados de la austenita con R.I. a 730°C, 60 minutos.

Análisis	Mn	C	Al	Si	Fe	Ms (° C)
1	6.07	0.9477	2.82	1.04	90.07	9
2	5.72	0.9584	2.79	1.15	90.34	15



2
 Figura 5.21. Análisis puntuales *medidos vía EDS* de la zona austenítica del acero con R.I. a 780°C, 30 minutos.

Tabla 5.7. Composición química medida *vía EDS*, temperatura M_s y C calculado de la austenita con R.I. a 730°C, 60 minutos.

Análisis	Mn	C	Al	Si	Fe	M_s (° C)
1	6.69	0.7897	2.41	0.85	90.35	12
2	7.8	0.7231	2.76	0.57	89.47	9

Con base en los resultados obtenidos en los análisis químicos puntuales y con los resultados de tensión y el análisis de los resultados de DRX de Rietveld, es posible correlacionar el contenido de carbono en la austenita (C_γ) con la transformación martensítica parcial o total durante su deformación. En ambas muestras analizadas, el C_γ se situó en el rango de estabilidad óptima para desarrollar los mecanismos TWIP y/o TRIP reportado en la literatura [54]–[56] siendo la muestra con R.I. a 730° C y 60 minutos donde se calculó una mayor cantidad de C_γ (muy cercano a 1% en

peso), lo cual según las referencias presentara una mayor estabilidad durante la deformación, lo cual justifica la transformación parcial en las muestras durante la deformación. Por otra parte, en la muestra con R.I. a 780° C y 30 minutos, se determinó una cantidad menor de C_γ (menor a 1% en peso) por lo que de acuerdo con Reisner *et al.* [54], presentara una menor estabilidad durante la deformación, lo cual concuerda con los resultados de la transformación total martensítica durante la deformación, excepto en el menor tiempo de R.I.

Además, la temperatura M_s fue modificada por la difusión de los elementos en la austenita, pues el valor de la M_s del acero sin R.I. se estimó en 274° C (ver capítulo 3, Figura 3.1 y 3.2) y posterior al R.I. alcanza un valor menor al de la temperatura ambiente.

La Tabla 5.8 recopila la resistencia máxima, el porcentaje de elongación, el producto de resistencia por la elongación, el contenido de carbono en la austenita, la fracción transformada en la condición de: laminación, de R.I. y deformación después del R.I. Además, se presenta el incremento en las propiedades durante la deformación respecto a la condición de laminación.

A partir de dicha Tabla se observa que en la condición de laminación el valor de la dureza fue de 304 Vickers, con una elongación de 12%, un una resistencia máxima de 1445 MPa y un producto de resistencia máxima por la elongación aproximado a 17000 MPa%. El acero en condición de R.I., en ambas temperaturas, presento una dureza > 240 Vickers. Por su parte, el acero con un R.I. a 730° C y 60 min. al ser deformado obtuvo una dureza de 348 Vickers, una elongación del 51% y una resistencia máxima de 822 MPa, con un producto de resistencia por elongación > 41,000MPa%. Por otro lado, el acero con un R.I. a 780° C y 30 min. al ser deformado presentó una dureza de 364 Vickers, una elongación del 50% y una resistencia de 972 MPa con un producto de resistencia por elongación > 49,000 MPa%. Los altos productos de resistencia máxima por elongación situaron al acero con 4.4% de manganeso en un acero de la tercera generación.

Tomando como referencia la condición de laminación vs la de R.I., se observó un ligero incremento en la dureza (>40 unidades), un sustancial incremento en la elongación (>30%) y un sustancial incremento en el producto de resistencia por elongación (>23,000MPa%) que solo puede ser explicado por la ocurrencia de los mecanismos combinados de TWIP y TRIP durante la deformación.

Para la condición de R.I. a 730° C por 60 min., durante la deformación del acero se obtuvo una transformación martensítica parcial de la austenita debido al grado de enriquecimiento que indujo una condición estable (cercano a 1%C).

Por otro lado, para la condición con R.I. a 780° C por 30 min., durante la deformación del acero se presentó una transformación martensítica total, ya que el grado de enriquecimiento promovió una metaestabilidad de la austenita (<1%C).

Al comparar las propiedades desarrolladas en el acero con R.I. respecto a la condición de laminación, los incrementos determinados en: la dureza, la elongación y en los productos de resistencia por elongación se pueden describir a partir de que se generó una microestructura multifásica con una fracción de austenita enriquecida, cuyo tamaño de grano fue del orden de micras, con una metaestabilidad o estabilidad durante su deformación. Además, los altos valores de elongación obtenidos durante la deformación del acero en la condición de R.I. fueron promovidos mediante la ocurrencia de los mecanismos de plasticidad inducida por maclaje y plasticidad inducida por transformación en la austenita retenida. Es importante mencionar que el grado de transformación martensítica durante la deformación dependió, principalmente, del grado de enriquecimiento en C en la austenita.

Tabla 5.8. Propiedades del acero de medio manganeso en diferentes etapas de experimentación.

Propiedad	Condición de laminación	Recocido Inter crítico		Deformación		$\Delta_{def-lam}$	
		730/60	780/30	730/60	780/30	730/60	780/30
Muestra ($^{\circ}\text{C}/\text{t}$)							
Resistencia máxima (MPa)	1445	-	-	822	972	-	-
Elongación	12	-	-	52	51	40	39
Producto UTSxE (MPa%)	17340	-	-	41100	49572	23760	32232
Dureza (HV)	306	245	248	348	364	42	58
C_{γ} (% en peso)	<0.5	-	-	0.953	0.756	-	-
Fracción de γ_i	0.08	0.336	0.369	-	-	-	-
Fracción de γ_f	-	-	-	0.079	0.04	-	-

$\Delta_{def-lam}$: Δ deformación-laminación; γ_i/f : austenita inicial/final

Conclusiones

1. Para un acero de medio manganeso en condición de laminación en caliente, se diseñaron seis condiciones de R.I. a partir de diagramas simulados CCT, TTT, pseudobinario, de porcentaje de fases y de EFA para promover una microestructura de ferrita y austenita enriquecida y una energía de falla de apilamiento entre 15 y 20 mJ/m² adecuada para producir los mecanismos TWIP / TRIP durante su deformación por tensión.
2. El R.I. diseñado consto de dos temperaturas: 730 y 780°C con tiempos de 30, 60 y 120 minutos, mediante los cuales se logró obtener una microestructura de austenita de alrededor de 20 a 35%, ferrita y martensita. A partir de dicha condición microestructural se obtuvieron para el R.I. de 730°C resistencias máximas entre 780 a 998 MPa y un porcentaje de elongación entre 47 y 50% y para 780°C resistencias máximas entre los 972 a 1016 con elongaciones entre 18% al 51%, además, el producto de resistencias máximas por porcentaje de elongación ubicó al acero de medio manganeso dentro de la familia de aceros avanzados de tercera generación en 5 de las 6 condiciones de R.I.
3. Los resultados de DRX para las muestras con R.I. **a 730°C** deformadas en tensión evidencian que se presentó una transformación parcial de la austenita a martensita en todos los tiempos de R.I. debido a su estabilidad, mientras que, **a 780°C**, al ser deformadas las muestras, se observó que la transformación de la austenita fue total para tiempos mayores a 30 minutos debido a su metaestabilidad.
4. El análisis de la curva esfuerzo deformación evidencia que el acero con R.I. a 730 y 780° C presento un comportamiento TRIP durante la deformación, sin embargo, debido a los valores de elongación altos (mayores a **35%**) y resistencias entre los 800 y 1000 MPa se presupone que, adicionalmente, existió la ocurrencia del mecanismo TWIP previo al TRIP.
5. El enriquecimiento de C (0.7-0.95%) y de Mn (6-7.8%) en la austenita promovió el desarrollo de los mecanismos TWIP/TRIP, las muestras con R.I. a 730°C mostraron un comportamiento de granos γ con contenido de C de 0.95% debido a su parcial transformación martensítica, mientras que las muestras con R.I. a 780°C, con transformación total, mostraron un comportamiento de granos de γ con un contenido de C de 0.7%.
6. Con base en los análisis químicos efectuados sobre el contenido de C y Mn en la austenita, se considera que el enriquecimiento promovió el desarrollo de los mecanismos combinados de plasticidad inducida por maclaje y plasticidad inducida por transformación, ya que el porcentaje de elongación medido fue mayor al 30% reportado para aceros TRIP. Por lo cual, se considera que las muestras con R.I. a 730° C presentaron una mayor componente de TWIP, ya que el porcentaje de elongación fue mayor al 47%

con resistencias entre los 800 y 900 MPa y una parcial transformación. Por su parte, dos muestras con R.I. a 780° C por 30 y 60 minutos, presentaron una elongación entre 30 y 51%, con valores de resistencia entre los 900 y 1000 MPa y una total transformación martensítica, por lo cual se presupone presenta una mayor componente de TRIP y una ligera ocurrencia del TWIP.

Referencias

- [1] World Auto Steel, "World Auto Steel", abril de 2023. <https://www.worldautosteel.org/steel-basics/automotive-advanced-high-strength-steel-ahss-definitions/> (consultado el 23 de julio de 2023).
- [2] World Auto Steel, "World Auto Steel", abril de 2023. <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/3rd-generation-steels/> (consultado el 23 de julio de 2023).
- [3] L. Liu, B. He, y M. Huang, "The Role of Transformation-Induced Plasticity in the Development of Advanced High Strength Steels", *Advanced Engineering Material*, vol. 20, núm. 6, p. 1701083, jun. 2018, doi: 10.1002/adem.201701083.
- [4] M. Raid Fekreddine y M. Tisza, "Third generation of advanced high strength sheet steels for the automotive sector : A literature review", *Multidiszciplináris tudományok*, vol. 11, núm. 4, pp. 241–247, 2021, doi: 10.35925/j.multi.2021.4.28.
- [5] O. Bouaziz, S. Allain, y C. Scott, "Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels", *Scripta Materialia*, vol. 58, núm. 6, pp. 484–487, mar. 2008, doi: 10.1016/j.scriptamat.2007.10.050.
- [6] B. C. De Cooman, "High Mn TWIP steel and medium Mn steel", en *Automotive Steels*, Elsevier, 2017, pp. 317–385. doi: 10.1016/B978-0-08-100638-2.00011-0.
- [7] S. Wesselmecking, M. Haupt, Y. Ma, W. Song, G. Hirt, y W. Bleck, "Mechanism-controlled thermomechanical treatment of high manganese steels", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 828, p. 142-156. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.142056.
- [8] B. C. De Cooman, O. Kwon, y K.-G. Chin, "State-of-the-knowledge on TWIP steel", *Materials Science and Technology*, vol. 28, núm. 5, pp. 513–527, 2012, doi: 10.1179/1743284711Y.0000000095.
- [9] R. Rana, *Automotive Steels*. Elsevier, 2017. doi: 10.1016/C2015-0-00236-2.
- [10] W. Song, U. Prah, y W. Bleck, "Steel - AB Initio: Quantum Mechanics Guided Design of New Fe-Based Materials", en *Proceedings of the 3rd World Congress on Integrated Computational Materials Engineering (ICME 2015)*, Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2015, pp. 47–54. doi: 10.1002/9781119139508.ch6.
- [11] S. Lee y B. C. De Cooman, "Annealing Temperature Dependence of the Tensile Behavior of 10 pct Mn Multi-phase TWIP-TRIP Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, núm. 13, pp. 6039–6052, dic. 2014, doi: 10.1007/s11661-014-2540-6.
- [12] National Material, "What are TRIP Steels?", *NMC*, mayo de 2018. <https://www.nationalmaterial.com/what-are-trip-steels/> (consultado el 8 de noviembre de 2022).

- [13] D. A. Gorlenko, D. V. Konstantinov, M. A. Polyakova, y M. Dabala, "TRIP steels: the features of chemical composition and structure, prospects of application (overview)", *CIS Iron and Steel Review*, pp. 67–75, jun. 2022, doi: 10.17580/cisr.2022.01.13.
- [14] Z. Xiong, A. G. Kostryzhev, Y. Zhao, y E. V. Pereloma, "Microstructure Evolution during the Production of Dual Phase and Transformation Induced Plasticity Steels Using Modified Strip Casting Simulated in The Laboratory", *Metals*, vol. 9, núm. 4, p. 449, abr. 2019, doi: 10.3390/met9040449.
- [15] J. Zhao y Z. Jiang, *Rolling of Advanced High Strength Steels*. Boca Raton, FL : CRC Press, [2017]. doi: 10.1201/9781315120577.
- [16] P. J. Jacques, F. Delannay, y J. Ladrière, "On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation-induced plasticity multiphase steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, núm. 11, pp. 2759–2768, nov. 2001, doi: 10.1007/s11661-001-1027-4.
- [17] N. Fonstein, *Advanced High Strength Sheet Steels*. Cham: Springer International Publishing, 2015, Chcago, USA. pp: 297-320. doi: 10.1007/978-3-319-19165-2.
- [18] J. S. Pacheco Cedeño, J. J. Cruz Rivera, E. J. Gutierrez castañeda, y P. Garnica Gonzalez, "Use of TTT and CCT phase transformation diagrams for manufacturing route design of advanced high strength steels", *Dyna*, vol. 93, núm. 1, pp. 325–331, 2018, doi: 10.6036/8578.
- [19] S.-J. Kim, C. G. Lee, I. Choi, y S. Lee, "Effects of heat treatment and alloying elements on the microstructures and mechanical properties of 0.15 wt pct C transformation-induced plasticity-aided cold-rolled steel sheets", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, núm. 3, pp. 505–514, 2001, doi: 10.1007/s11661-001-0067-0.
- [20] B. Hu, H. Luo, F. Yang, y H. Dong, "Recent progress in medium-Mn steels made with new designing strategies, a review", *Journal of Materials, Science and Technology*, vol. 33, núm. 12, pp. 1457–1464, 2017, doi: 10.1016/j.jmst.2017.06.017.
- [21] D. P. Koistinen y R. E. Marburger, "A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels", *Acta Metallurgica*, vol. 7, núm. 1, pp. 59–60, ene. 1959, doi: 10.1016/0001-6160(59)90170-1.
- [22] E. Palma, "Desarrollo de un acero automotriz con efecto combinado de maclaje y transformación por deformación plástica" (Tesis de Maestría), Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, 2019.
- [23] G. B. Olson y M. Cohen, "A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations", *Journal of the Less Common Metals*, vol. 28, núm. 1, pp. 107–118, jul. 1972, doi: 10.1016/0022-5088(72)90173-7.
- [24] L. Samek, E. De Moor, J. Penning, y B. C. De Cooman, "Influence of alloying elements on the kinetics of strain-induced martensitic nucleation in low-alloy, multiphase high-strength

- steels”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37, núm. 1, pp. 109–124, ene. 2006, doi: 10.1007/s11661-006-0157-0.
- [25] A. Gorni, *Steel Forming Heat Treating Handbook*. Sao Vicente SP, 2019. pp: 1-9.
- [26] M. Madivala y W. Bleck, “Strain Rate Dependent Mechanical Properties of TWIP Steel”, *Journal of Materials*, vol. 71, núm. 4, pp. 1291–1302, abr. 2019, doi: 10.1007/s11837-018-3137-0.
- [27] N. Vandijk *et al.*, “Thermal stability of retained austenite in TRIP steels studied by synchrotron X-ray diffraction during cooling”, *Acta Materialia*, vol. 53, núm. 20, pp. 5439–5447, dic. 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2005.08.017.
- [28] American Society for Testing and Materials, “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (E8)”, *ASTM*. ASTM, West Conshohocken, 2013.
- [29] American Society for Testing and Materials, “Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation (E975)”. ASTM, West Conshohocken, 2013.
- [30] T. Runčevski y C. M. Brown, “The Rietveld Refinement Method: Half of a Century Anniversary”, *Crystal Growth and Design*, vol. 21, núm. 9, pp. 4821–4822, sep. 2021, doi: 10.1021/acs.cgd.1c00854.
- [31] M. Soliman y H. Palkowski, “Hot Rolling Practice of Multiphase Steels”, en *Rolling of Advanced High Strength Steels*, Boca Raton, FL, CRC Press, 2017, pp. 323–356. doi: 10.1201/9781315120577-8.
- [32] A. Arlazarov, “Evolution of microstructure and mechanical properties of medium Mn steels and their relationship”, (Tesis de Doctorado), Universidad de Lorraine, Nancy, Francia, 2015.
- [33] I. B. Timokhina, P. D. Hodgson, y E. V. Pereloma, “Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, núm. 8, pp. 2331–2341, ago. 2004, doi: 10.1007/s11661-006-0213-9.
- [34] J. J. Mueller *et al.*, “Austenite formation and cementite dissolution during intercritical annealing of a medium-manganese steel from a martensitic condition”, *Materials and Design*, vol. 203, p. 109598, may 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.109598.
- [35] A. Kozłowska, M. Morawiec, R. H. Petrov, y A. Grajcar, “Microstructure evolution of medium-manganese Al-alloyed steel manufactured by double-step intercritical annealing: Effects of heating and cooling rates”, *Materials Characterization*, vol. 199, p. 112816, may 2023, doi: 10.1016/j.matchar.2023.112816.
- [36] A. Arlazarov, M. Gouné, O. Bouaziz, A. Hazotte, G. Petitgand, y P. Barges, “Evolution of microstructure and mechanical properties of medium Mn steels during double annealing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 542, pp. 31–39, abr. 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.02.024.


- [37] S. Lee, S.-J. Lee, S. Santhosh Kumar, K. Lee, y B. C. De Cooman, "Localized Deformation in Multiphase, Ultra-Fine-Grained 6 Pct Mn Transformation-Induced Plasticity Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 42, núm. 12, pp. 3638–3651, dic. 2011, doi: 10.1007/s11661-011-0636-9.
- [38] C. Wang *et al.*, "Development of Ultrafine Lamellar Ferrite and Austenite Duplex Structure in 0.2C5Mn Steel during ART-annealing", *ISIJ International*, vol. 51, núm. 4, pp. 651–656, 2011, doi: 10.2355/isijinternational.51.651.
- [39] Y.-K. Lee y J. Han, "Current opinion in medium manganese steel", *Materials Science and Technology*, vol. 31, núm. 7, pp. 843–856, may 2015, doi: 10.1179/1743284714Y.0000000722.
- [40] Y. Ma, "Medium-manganese steels processed by austenite-reverted-transformation annealing for automotive applications", *Materials Science and Technology*, vol. 33, núm. 15, pp. 1713–1727, oct. 2017, doi: 10.1080/02670836.2017.1312208.
- [41] M. Raid Fekreddine y M. Tisza, "Third generation of advanced high strength sheet steels for the automotive sector : A literature review", *Multidiszciplináris tudományok*, vol. 11, núm. 4, pp. 241–247, 2021, doi: 10.35925/j.multi.2021.4.28.
- [42] H. Aydin, E. Essadiqi, I.-H. Jung, y S. Yue, "Development of 3rd generation AHSS with medium Mn content alloying compositions", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 564, pp. 501–508, mar. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.11.113.
- [43] H. E. Sabzi, A. Zarei-Hanzaki, H. R. Abedi, A. Mateo, y J. J. Roa, "The sequential twinning-transformation induced plasticity effects in a thermomechanically processed high Mn austenitic steel", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 725, pp. 242–249, may 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.03.102.
- [44] Z. Wang *et al.*, "Investigation of the relationship between the microstructural evolution mechanism and mechanical properties in hot rolled Fe-0.2C–6Mn–3Al steel", *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 23, pp. 1503–1514, mar. 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.01.076.
- [45] Kriangyut Phiu-on, "Deformation mechanisms and mechanical properties of hot rolled Fe-Mn-C-(Al)-(Si) austenitic steels", Universidad Técnica de Aquisgrán (RWTH Aachen University), Aquisgrán, 2008. Consultado: el 8 de julio de 2023. [En línea]. Disponible en: http://publications.rwth-aachen.de/record/50402/files/Phiu_on_Kriangyut.pdf
- [46] A. Lechartier *et al.*, "Influence of the Martensitic Transformation on the Microscale Plastic Strain Heterogeneities in a Duplex Stainless Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, núm. 1, pp. 20–25, ene. 2017, doi: 10.1007/s11661-016-3858-z.
- [47] L. Zhang *et al.*, "Austenite transformation and work hardening of medium manganese steel", *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 25, núm. 12, pp. 1265–1269, dic. 2018, doi: 10.1007/s42243-018-0176-2.

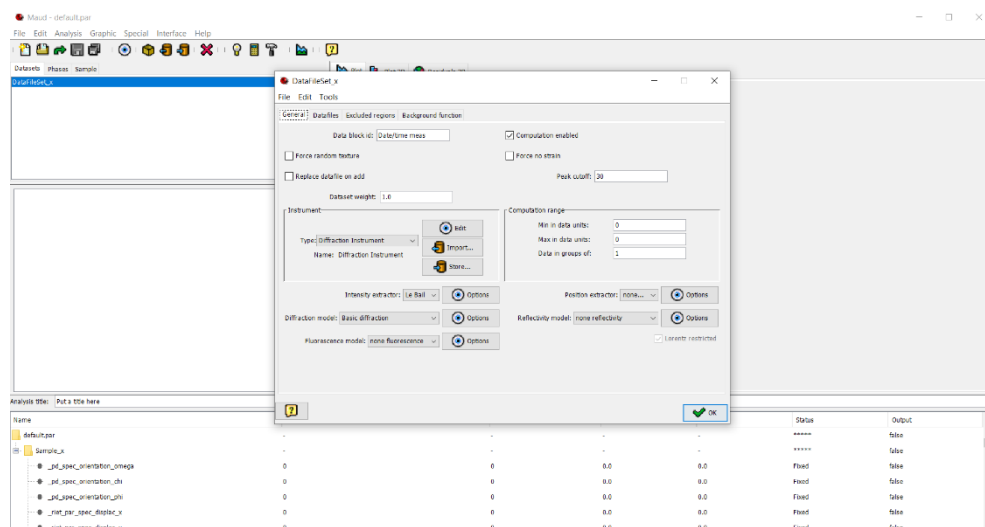
- [48] C. Liu, Q. Peng, Z. Xue, M. Deng, S. Wang, y C. Yang, "Microstructure-Tensile Properties Relationship and Austenite Stability of a Nb-Mo Micro-Alloyed Medium-Mn TRIP Steel", *Metals*, vol. 8, núm. 8, p. 615, ago. 2018, doi: 10.3390/met8080615.
- [49] R. Ding, Z. Dai, M. Huang, Z. Yang, C. Zhang, y H. Chen, "Effect of pre-existed austenite on austenite reversion and mechanical behavior of an Fe-0.2C-8Mn-2Al medium Mn steel", *Acta Materialia*, vol. 147, pp. 59–69, abr. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.01.009.
- [50] K.-I. Sugimoto, M. Kobayashi, y S.-I. Hashimoto, "Ductility and strain-induced transformation in a high-strength transformation-induced plasticity-aided dual-phase steel", *Metallurgical Transactions A*, vol. 23, núm. 11, pp. 3085–3091, nov. 1992, doi: 10.1007/BF02646127.
- [51] Perla Julieta Cerda Vázquez, "Evaluación del termo-procesamiento de un acero de medio manganeso microaleado con niobio, mediante simulación computacional y validación experimental" (Tesis de Doctorado), Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, 2022.
- [52] Ana Claudia Castillo González, "Desarrollo y simulación computacional de un acero modificado de tercera generación" (Tesis de Doctorado), Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, 2022.
- [53] José Sergio Pacheco Cedeño, "Estudio de la microestructura de un acero TRIP sometido a pruebas de desgaste de abrasión y adhesión" (Tesis de Doctorado), Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, 2022.
- [54] G. Reisner, E. A. Werner, P. Kerschbaummayr, I. Papst, y F. D. Fischer, "The modeling of retained austenite in low-alloyed TRIP steels", *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, vol. 49, núm. 9, pp. 62–65, sep. 1997, doi: 10.1007/BF02914354.
- [55] M. De Meyer, D. Vanderschueren, y B. C. De Cooman, "The Influence of the Substitution of Si by Al on the Properties of Cold Rolled C-Mn-Si TRIP Steels.", *ISIJ International*, vol. 39, núm. 8, pp. 813–822, 1999, doi: 10.2355/isijinternational.39.813.
- [56] I. B. Timokhina, P. D. Hodgson, y E. V. Pereloma, "Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, núm. 8, pp. 2331–2341, ago. 2004, doi: 10.1007/s11661-006-0213-9.

Anexo 1: Refinamiento de Rietveld

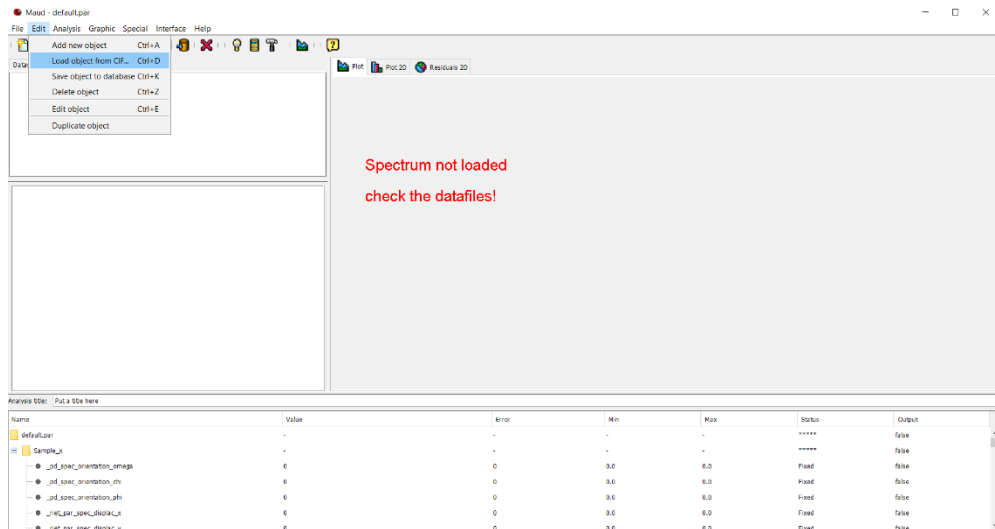
Para realizar la caracterización del acero vía Difracción de Rayos se usó el método de refinamiento Rietveld el cual implica el ajuste de un patrón de difracción completo experimental con perfiles y fondo calculados [1]. Los cálculos de Rietveld requieren minimizar la suma de las diferencias cuadráticas ponderadas entre las intensidades observadas y calculadas en cada paso en un patrón de polvo digital. El método Rietveld requiere el conocimiento de la estructura cristalina aproximada de todas las fases presentes en la muestra [2] por lo que se hace uso de archivos provenientes de bases de datos con la información de las estructuras a las cuales se quiere realizar el ajuste.

Con uso del software Maud® se recopilaron y refinaron los datos experimentales siguiendo la siguiente metodología:

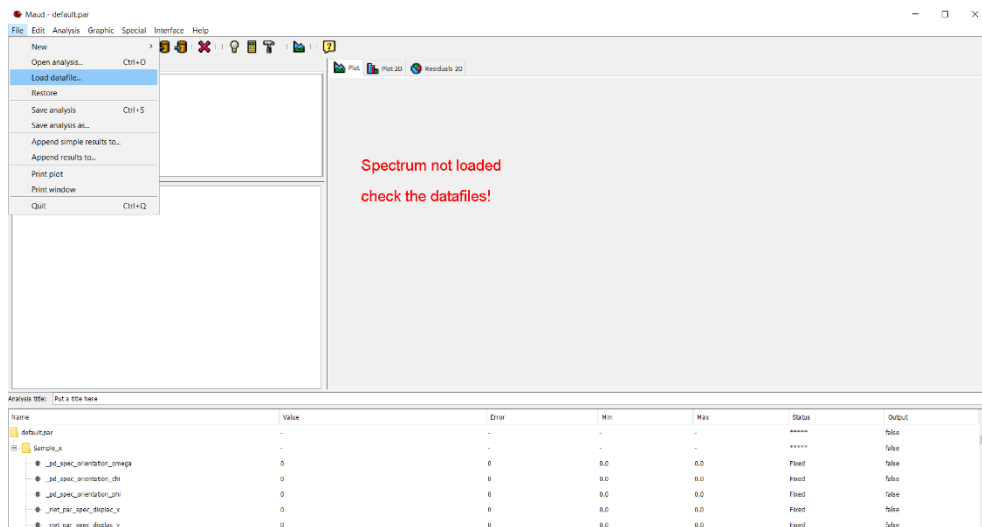
- Se debe tener los siguientes registros:
 - Archivo del refinamiento de la muestra estándar el cual debe realizarse en el mismo equipo de difracción que las muestras que se analizarán, para esto se usó una muestra estándar de La₆B. Cabe mencionar que el patrón de difracción de las muestras experimentales y la estándar deben realizarse dentro de la misma semana y el equipo de DRX debe estar bajo las mismas condiciones de operación.
 - Archivos de las muestras a refinar en formato .txt
 - Archivos de las posibles fases presentes en el material en formato .cif
- Con el programa Maud® se comienza cargando los archivos, para cargar la muestra estándar se selecciona la pestaña “*Datasets*” y carga el archivo pulsando el icono 



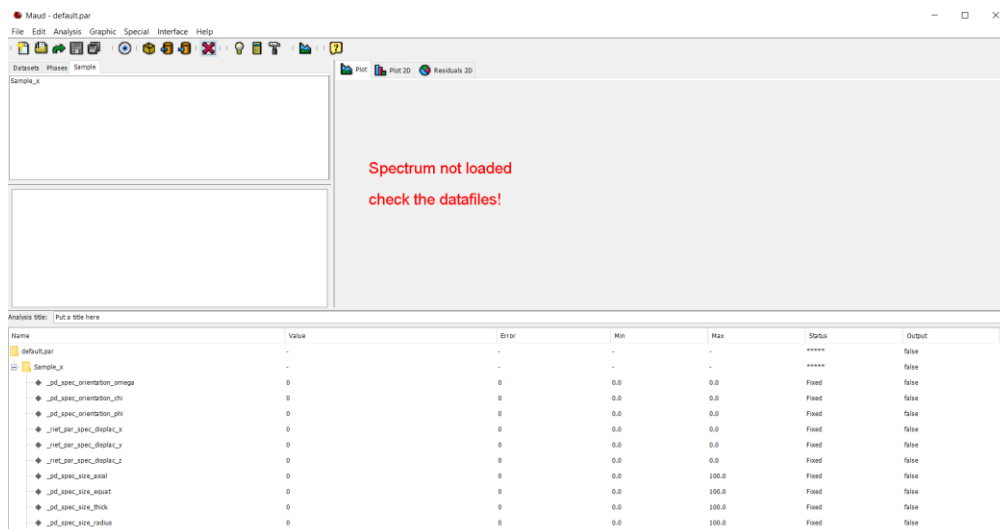
Posteriormente se selecciona la pestaña “*Phases*” y se cargan los archivos .cif de las posibles fases que se tienen presentes en la muestra analizada.



Después en la pestaña “Sample” se carga el difractograma de la muestra que se quiere refinar, el archivo debe ser .txt ó .xy para ser compatible con MAUD®.



Al tener cargados todos los archivos necesarios, se comienza con el procedimiento de refinamiento el cual se lleva a cabo en la ventana inferior al difractograma donde se encuentran todos los parámetros de refinamiento los cuales se deberán ajustar uno por uno cambiando su estatus de “fixed” a “Refined”.



Los parámetros que se refinaron fueron: background, parámetro de red y tamaño de cristal de cada una de las fases presentes, factor B_{iso} , estructura atómica, textura y volumen de fase.

Al termino de cada refinamiento se debe tener valores específicos que se muestran en la ventana lateral izquierda, en este recuadro se presenta la información relacionada al porcentaje de cada fase, pero los datos importantes para un buen refinamiento son los valores de σ , R_{wp} y R_b . Los valores de estos parámetros deben ser $\sigma < 2$, $R_{wp} < 10$, y $R_b < 10$; cabe destacar que, R_{wp} puede ser mayor a 10 siempre y cuando R_b si cumpla con la condición.

Las tablas 1 y 2 muestran parte de la información obtenida por este método la cual fue usada en las determinaciones realizadas sobre el acero de medio manganeso.

Tabla 9. Valor de los parámetros obtenidos en el refinamiento Rietveld.

Muestra (Temperatura/tiempo)	R_b	R_w	sigma	Parametro de red
730°C, 30 minutos	9.62	15.19	1.87	3.613733
730°C, 60 minutos	9.88	11.36	1.28	3.6204896
730°C, 120 minutos	9.35	14.72	1.72	2.8957028

Tabla 10. Valor de los parámetros obtenidos en el refinamiento Rietveld.

Muestra (Temperatura/tiempo)	R_b	R_w	sigma	Parametro de red
780°C, 30 minutos	9.45	14.82	1.73	3.6120844
780°C, 60 minutos	9.85	12.81	1.57	3.6116264
780°C, 120 minutos	9.52	12.46	1.53	3.4887671

Referencias

- [1] Dwi Asmi, Posman Manurung, I.M. Low, 6 - Manufacture of graded ceramic matrix composites by infiltration technique, Editor(s): I.M. Low, In Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Advances in Ceramic Matrix Composites (Second Edition), Woodhead Publishing, 2018, pp 121-153, ISBN 9780081021668, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102166-8.00006-2>.
- [2] Scott T. Misture, X-Ray Powder Diffraction, Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses, Elsevier, 2021, pp 549-559, ISBN 9780128222331, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00063->.