

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica

División de Estudios de Posgrado



Estudio de la precipitación durante el proceso de laminación en caliente de un acero de alta aleación y resistencia

Por

LAURA FATIMA ZUÑIGA PINEDA

Como requisito para obtener el grado de Doctor en Ingeniería de Materiales

Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L marzo 2026

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica
Subdirección de Estudios de Posgrado



Estudio de la precipitación durante el proceso de laminación en caliente de un acero de alta aleación y resistencia

Por

LAURA FATIMA ZUÑIGA PINEDA

Como requisito para obtener el grado de Doctor en Ingeniería de Materiales

Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, N. L, marzo 2026

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica
Posgrado

Los miembros del Comité de Evaluación de Tesis recomendamos que la tesis "Estudio de la precipitación durante el proceso de laminación en caliente de un acero de alta aleación y resistencia", realizada por la estudiante Laura Fátima Zúñiga Pineda, con número de matrícula 1983200, sea aceptada para su defensa como requisito parcial para obtener el grado de Doctorado en Ingeniería de Materiales.

El Comité de Evaluación de Tesis

Dra. Martha Patricia Guerrero Mata
Directora

Dr. Omar García Rincón
Co-director

Dra. Dora Irma Martínez Delgado
Revisora

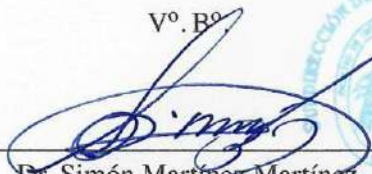
Dr. Juan Antonio Aguilar Garib
Revisor

Dra. Adriana Salas Zamarripa
Revisora

Dra. Sugeheidy Yaneth Carranza Bernal
Revisora

Dr. José María Cabrera Marrero
Revisor

Vº. Bº


Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

Institución 190001

Programa 122608

Acta núm. 313

Ciudad Universitaria, a 5 de marzo de 2026.

Dedicatoria

A quienes han estado conmigo en todo momento para apoyarme a seguir con este proyecto.

Gracias por contenerme en mis tiempos oscuros y de necesidad.

Para mi mamá y mis hermanos que han sido una luz en todo este proceso y durante toda mi vida.

Para mi papá que ahora no está conmigo en mi vida terrenal pero que sé que sigue guiándome en cada uno de los pasos que doy.

Gracias por acompañarme siempre.

Agradecimientos

Agradezco al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCyT) por el apoyo económico brindado y reconocer el importante trabajo que desempeñan en beneficio de la investigación en México.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León y a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, especialmente al posgrado en Ingeniería de los Materiales por haberme brindado la oportunidad de cumplir mis metas profesionales.

Agradezco a mi asesora, la Dra. Martha Patricia Guerrero Mata por su apoyo, su supervisión y por sus consejos durante el proceso de desarrollo de la tesis. Gracias por compartir su conocimiento para impulsar y complementar mi desarrollo académico y mi desarrollo como profesionista.

Al Dr. Omar García Rincón, por su apoyo, supervisión y seguimiento en mi estancia en la empresa Ternium, que permitió el desarrollo de esta investigación, así como también fortalecer mi formación profesional.

A la empresa Ternium por permitirme formar parte del grupo de jóvenes profesionales en desarrollo, gracias por permitirme trabajar con un grupo multidisciplinario que hicieron posible el logro de esta investigación.

Al profesorado del posgrado en Ingeniería de los Materiales por transmitir su conocimiento y consejos que me complementan como, persona, como alumna y como profesionista.

A todo el equipo de Ternium y Ternium Lab México, investigadores, técnicos de laboratorio, practicantes y cada persona que me apoyo durante el desarrollo de mi estudio doctoral. “El trayecto siempre es más fácil cuando se tiene la mejor compañía”.

A todos mis amigos y compañeros que han estado conmigo durante mi formación profesional y en el desarrollo de esta investigación. Amigos que se vuelven familia para siempre.

Resumen

Esta investigación se divide en capítulos de fundamento teórico, metodología experimental, resultados y discusión de resultados, los que establecen los hallazgos y las conclusiones alcanzadas.

El desarrollo de los grados de acero bajo los estándares del Instituto Americano del Petróleo (American Petroleum Institute, API) se basa en la obtención de acero microaleado y de alta resistencia que aseguren la calidad y funcionalización en el sector industrial. En donde a partir de adicionar elementos microaleantes y la modificación del proceso se busca promover los fenómenos de endurecimiento y ablandamiento para controlar la microestructura durante la deformación en caliente que permita obtener una microestructura con un grano austenítico de morfología equiaxiales para favorecer la transformación a los microconstituyentes que incrementan las propiedades de resistencia y formabilidad. Con pruebas experimentales de dilatometría, tratamientos térmicos, pruebas de compresión en caliente y la caracterización con microscopía óptica (MO) se determinó la influencia del calentamiento y del enfriamiento en la formación y descomposición de la austenita, la interacción que presentan los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento y la morfología del grano por efecto de la deformación. Por microscopía electrónica de barrido (MEB) se determinó la localización preferencial de la precipitación inducida por deformación y la precipitación resultante del tratamiento térmico, en donde se realizó el análisis químico semicuantitativo por espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS). Se efectuó la validación de la precipitación inducida por deformación y la localización preferencial con las técnicas de difracción de electrones retrodispersados (EBSD y microscopía de transmisión TEM).

Abstract

This research is divided into chapters on theoretical foundation, experimental methodology results, and discussion of results, with which the findings and conclusions reached will be established.

The development of API steel grades is based on obtaining high-alloy, high-strength steel that ensures metallurgical reliability in the industrial sector. Where, by adding micro-alloying elements and modifying the process, the aim is to promote hardening and softening phenomena to obtain a favorable grain morphology to transform the micro-constituents that increase the properties of strength and formability. The precipitation mechanism of steel during industrial thermomechanical work was determined using experimental tests of dilatometry, heat treatments, hot compression tests and characterization with optical microscopy (*OM*), scanning electron microscopy (*SEM*), energy dispersive X-ray spectroscopy (*EDS*), backscattered electron diffraction analysis (*EBSD*) and transmission microscopy (*TEM*).

This made it possible to determine the precipitation mechanism presented by high-alloy and high-strength steel during the hot rolling process.

Tabla de Contenido

Lista de figuras	V
Lista de tablas	X
Capítulo I	8
Introducción	8
1.1 Planteamiento del problema.	9
1.2 Justificación del proyecto de investigación.	9
1.3 Hipótesis de la investigación.	10
1.4 Presentación de objetivos de investigación.	10
1.4.1 Objetivo general.	10
1.4.2 Objetivos específicos.	10
Capítulo II	11
Antecedentes	11
2.1 Aceros HSLA (API): microestructura, especificaciones y procesamiento.	11
2.2 Aceros microaleados de alta resistencia.	14
2.3 Proceso termomecánico.	16
2.3.1 Elementos en adición en la composición química de un acero de alta resistencia.	19
2.3.2 Mecanismos metalúrgicos durante el trabajo en caliente.	20
2.3.2.1 Recuperación dinámica.	20
2.3.2.2 Recristalización dinámica durante el proceso de laminación en caliente.	21
2.3.3 Temperatura de no recristalización.	26
2.3.4 Impacto de los elementos de aleación en la composición química de un acero de alta resistencia.	29
2.3.5 Endurecimiento por precipitación en aceros microaleados.	32
2.3.5.1 Solubilidad de los elementos en adición en la composición química de un acero de alta resistencia.	35
2.3.5.1.1 Nitruros de niobio (NbN).	37
2.3.5.1.2 Carburos de niobio (NbC).	38
2.3.5.1.3 Carbonitruros.	38
2.3.6 Precipitación inducida durante el proceso de laminación en caliente.	40
2.4 Cinética de precipitación: tiempo temperatura y precipitación (PTT).	45
2.5 Interacción entre la recristalización y la precipitación durante el proceso termomecánico (RPTT).	49
2.6 Mecanismo de precipitación en un acero microaleado de alta resistencia.	53
2.6.1 Mecanismo de precipitación en austenita con distribución uniforme.	54
2.6.2 Mecanismo de precipitación en austenita con distribución localizada.	55
Capítulo III	58
Metodología experimental	58
3.1 Material experimental.	58
3.2 Caracterización inicial del acero experimental.	59
3.2.1 Análisis químico.	59
3.2.2 Evaluación microestructural.	60
3.3 Diseño de experimentos.	60
3.4 Preparación de probetas.	61
3.5 Determinación del tamaño de grano austenítico previo.	62
3.5.1 Tratamiento térmico para obtener tamaño de grano previo.	62
3.5.2 Revelado de la microestructura por ataque químico.	63

3.5.3	Medición del tamaño de grano previo.	64
3.6	Simulación térmica.	65
3.6.1	Simulación con programa computacional - JMatPro.	65
3.6.2	Simulación con programa computacional - ThermoCalc.	66
3.7	Equipos utilizados para las pruebas experimentales.	67
3.7.1	Simulador termomecánico – Gleeble.	67
3.7.1.1	Análisis dilatométrico.	68
3.7.2	Dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D.	73
3.7.2.1	Ensayo de compresión em caliente con relajación de esfuerzos.	74
3.8	Caracterización de la precipitación inducida por deformación.	80
3.8.1	Caracterización de precipitación.	81
3.8.1.1	Caracterización de precipitación por difracción de electrones retrodispersados (EBSD).	81
3.8.1.2	Caracterización de precipitación por microscopía de transmisión (TEM).	82
Capítulo IV		84
Resultados y discusión		84
4.1	Obtención del tamaño de grano previo a la deformación (pag).	84
4.2	Estudio de la composición química por simulación por computadora.	89
4.2.1	Determinación de los compuestos estables a alta temperatura.	89
4.2.2	Constitución de los compuestos a alta temperatura.	90
4.2.3	Diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura por simulación.	94
4.2.4	Tamaño de precipitados a alta temperatura obtenido por simulación.	97
4.3	Resultados del estudio dilatométrico.	99
4.3.1	Temperaturas críticas de transformación experimentales.	99
4.3.2	Resultado de tratamiento térmico.	107
4.4	Resultados de los ensayos de compresión en caliente con relajación de esfuerzos	110
4.4.1	Curvas de fluencia del acero experimental.	110
4.4.2	Diagramas de cinética de precipitación (Precipitation, Time, Temperature, PTT)	112
4.5	Cálculo del esfuerzo máximo para seguir deformando (MFS).	118
4.5.1	Retraso de la recrystalización por efectos de la precipitación.	120
4.6	Análisis de la interacción de los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento.	127
4.6.1	Determinación del E_p / velocidad de deformación (s-1).	127
4.6.2	Determinación de Z: ϵ_p / Z .	128
4.7	Caracterización microestructural: precipitación.	129
4.7.1	Precipitación: caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB).	130
4.7.2	Precipitación: caracterización por difracción de electrones retordispersados (EBSD).	139
4.7.3	Precipitación: caracterización por microscopía de transmisión (TEM).	144
4.8	Determinación del mecanismo de precipitación en un acero de alta aleación y resistencia.	155
Capítulo V		158
Conclusiones		158
Recomendaciones		159
Referencias bibliográficas		160
ANEXOS		171

Lista de figuras

Figura 2. 1. Microestructuras características de un acero API 5XL en función de la composición química y el procesamiento.....	14
Figura 2. 2. Ilustración de la deformación aplicada a una barra de acero durante el proceso de laminación.	16
Figura 2. 3. Esquema del proceso de laminación en caliente. Ángulo de contacto (α). Espesor de entrada (h_0). Espesor de salida (h_f).	17
Figura 2. 4. Comparación del ciclo de normalizado y el proceso termomecánico [38].	18
Figura 2. 5. Esquema del proceso termomecánico y la microestructura cambiante debido al trabajo en caliente en el material [52].	21
Figura 2.6. Esquema del mecanismo de ablandamiento durante el proceso termomecánico de un acero. Imagen modificada de [52].	22
Figura 2. 7. Curva de fluencia en condiciones de conformado en caliente y a velocidad de deformación constante para el caso de restauración y recristalización dinámica [64].	24
Figura 2. 8. Representación de la formación del colla (<i>necklace</i>) por efectos de la nucleación en los límites de grano durante la recristalización de la microestructura. a) grano inicial. b) inicio de nucleación. c) progreso de nucleación. d) collares de recristalización [64].	25
Figura 2. 9. Esquema representativo del comportamiento de la microestructura ante la <i>Tnr</i>	27
Figura 2. 10. Impacto del tamaño de grano en las propiedades de un acero microaleado [100].	34
Figura 2. 11. Esquema representativo de los diferentes elementos y su capacidad para favorecer el endurecimiento por precipitación de un acero [99].	36
Figura 2. 12. Comportamiento de los carbonitruros de niobio y de titanio sobre las propiedades en un acero microaleado [101-105].	39
Figura 2. 13. Efecto de los precipitados de Ti, V, Nb en el refinamiento de grano en un acero microaleado [105]. ...	40
Figura 2. 14. a) Precipitados en forma de filas en una solución de niobio tratado. b) Efecto del niobio en la temperatura de transición de 20 J de aceros de laboratorio normalizados y laminados en caliente M (Modificado) [116].	41
Figura 2. 15. Imágenes de campo claro en STEM de los carbonitruros de niobio (NbC) y la interfase; A) a) tipo planar a 923 K por 10 s, (b) no planar a 1023K por 10s. La flecha indica el límite de grano. B) Imagen de alta magnificación STEM de campo claro de la p precipitación interfase (a) A 923k por 10s, (b) A 1023K por 10s. C) Dirección sobre la normal de las placas de precipitados en fila en ferrita trazadas en la figura del polo inverso [117]. (M) Modificado. ...	42
Figura 2. 16. A) Muestra templada y particionada a 40s: (a) Imagen de campo claro, (b) campo claro de la figura (a), mostrando la austenita retenida entrelazada. (c) Imagen central de campo oscuro de la austenita retenida, $g = (020)$, y (d) Patrón de difracción de área selecta de (b). B) Carburos de niobio precipitados en la matriz martensítica de la muestra templada- particionada por 40s: (a) Campo claro, (b) Campo oscuro con el patrón de difracción de área selecta insertado [118]. M (Modificado).	43
Figura 2. 17. Esquema representativo de diferentes condiciones en las que se presenta la precipitación en límite de grano y en la matriz en zona austenítica en un acero microaleado [118-126].	45
Figura 2. 18. Ejemplo de la curva representativa de un acero para estudio de la cinética de precipitación (curvas PTT) obtenidas con el simulador JMatPro ® V14 [133].	47
Figura 2. 19. Esquema representativo del análisis de la curva de relajación obtenida por la prueba de compresión en caliente [58,63].	48
Figura 2. 20. Factores que influyen en la construcción de las curvas de cinética de precipitación.	49
Figura 2. 21. Influencia de los elementos en solución sólida en el retraso de la recristalización dinámica.	50
Figura 2. 22. Efecto del control del proceso de laminación en caliente en la microestructura de un acero microaleado con bajo contenido de carbono [101,42].	52
Figura 2. 23. Mecanismo de precipitación con distribución uniforme en austenita en la microestructura de un acero microaleado Nb [148].	55
Figura 2. 24. Mecanismo de precipitación con distribución localizada en austenita en la microestructura de un acero microaleado Nb [148].	57

Figura 3. 1. Desglose experimental de la investigación.....	58
Figura 3. 2. a) Corte de barra de transferencia obtenida del proceso industrial para probetas experimentales. b) Etapa del proceso de donde se obtuvo el acero experimental.....	59
Figura 3. 3. a) Micrografía e b) Imagen de SEM de la muestra de barra de transferencia obtenida del proceso industrial atacada con Nital a un 3%.....	60
Figura 3. 4. Desglose experimental para análisis y pruebas para determinar el mecanismo de precipitación del acero experimental.....	61
Figura 3. 5. Representación de, a) Barra de transferencia. b) Dimensiones de probetas de dilatometría y compresión.....	62
Figura 3. 6. Esquema de tratamiento térmico para la obtención de tamaño de grano austenítico previo.....	63
Figura 3. 7. Procedimiento para la preparación del reactivo para el revelado del grano austenítico previo del acero experimental.....	64
Figura 3. 8. Determinación del tamaño de grano por el método de rejilla patrón.....	65
Figura 3. 9. Esquema del flujo de datos para realizar la simulación con el programa JMatPro.....	66
Figura 3. 10. Esquema del flujo de datos para realizar la simulación con el programa ThermoCalc.....	67
Figura 3. 11. Probetas ensayadas con la prueba de dilatometría en <i>Gleeble</i> . a) Vista general. b) Metrología de probetas.....	67
Figura 3. 12. Módulo de la prueba de dilatometría en <i>Gleeble</i> . a) Colocación de probeta de dilatometría antes del ensayo. b) Posición del láser para la toma de datos durante la prueba de dilatometría en <i>Gleeble</i>	68
Figura 3. 13. Simulación para el estudio de la transformación de la aleación con el módulo Quench Properties del software JMatPro.....	69
Figura 3. 14. Esquema del ciclo térmico experimental para la obtención de las temperaturas críticas de transformación del acero experimental.....	70
Figura 3. 15. Ciclo térmico experimental para el estudio de precipitación sin deformación que presenta el acero API 5XL PSL2.....	72
Figura 3. 16. Dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D para el estudio de la cinética de precipitación del acero experimental.....	73
Figura 3. 17. a) Probeta experimental para dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D. b) vista transversal. c) vista normal.....	74
Figura 3. 18. Ciclo térmico para la validación de la deformación para las pruebas de compresión con relajación de esfuerzos del acero experimental.....	75
Figura 3. 19. Determinación de σ_p y ϵ_p , para el estudio y validación de los fenómenos metalúrgicos en el acero experimental.....	75
Figura 3. 20. Ciclo térmico aplicado a probetas de compresión en caliente para estudio de la precipitación del acero experimental.....	76
Figura 3. 21. Representación de (a) Curva esfuerzo - deformación del acero experimental; (b) Curva del proceso de relajación de esfuerzos durante la prueba de compresión en caliente del acero experimental.....	77
Figura 3. 22. Curva de relajación de esfuerzos del acero experimental para identificar el inicio de la precipitación.....	78
Figura 3. 23. Esquema representativo del cálculo del área bajo la curva para la obtención del <i>MFS</i>	79
Figura 3. 24. Ejemplo de la determinación de las temperaturas críticas de transformación y la temperatura de no recristalización experimental.....	80
Figura 3. 25. Zona de análisis para la trazabilidad de la caracterización de la microestructura deformada de las muestras de compresión en caliente.....	81
Figura 3. 26. Esquema de extracción de laminilla en dirección transversal de las muestras con compresión en caliente.....	83
Figura 4. 1. Ciclo 1 para obtener tamaño de grano de barra de transferencia a una velocidad de 10°C/s hasta 1000°C con un tiempo de espera de 10s sometido a temple ASTM 8.3 a 100X y 500X.....	85
Figura 4. 2. Ciclo 2 para obtener tamaño de grano de barra de transferencia, a una velocidad de calentamiento de 10°C/s, hasta una temperatura de 950°C por un tiempo de espera de 60s sometida a temple para ASTM 8.4.....	85
Figura 4. 3. Ciclo 3 para obtener tamaño de grano de lámina caliente acabada, a una velocidad de calentamiento de 10°C/s, hasta una temperatura de 900°C por un tiempo de espera de 15 s sometida a temple para ASTM 10.....	86

Figura 4. 4. Ciclo 4 para obtener tamaño de grano de lámina caliente, a una velocidad de calentamiento de 10°C/s, hasta una temperatura de 860°C por un tiempo de espera de 10 s sometida a temple para ASMT 11.....	86
Figura 4. 5. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 1 a 500X y 1000X. Tiempo de ataque de 5-15 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturados y ácido clorhídrico.....	87
Figura 4. 6. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 2, a 500X y 1000X. Tiempo de ataque de 5 -15 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturado y ácido clorhídrico.	87
Figura 4. 7. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 3, a 500X y 1000X. Tiempo de ataque 11 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturado y ácido clorhídrico.	88
Figura 4. 8. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 4, a 500X y 1000X. Tiempo de ataque 11 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturado y ácido clorhídrico.	88
Figura 4. 9. Resultado de la simulación de <i>Step Calculation</i> para el análisis del comportamiento de la composición química a alta temperatura.	90
Figura 4. 10. Resultado de la simulación <i>Step Calculation</i> de la constitución del compuesto precipitante a alta temperatura.....	91
Figura 4. 11. Resultado de la simulación <i>One Axis</i> . a) Diagrama de las fases estables desde 1200°C a 200°C. b) Diagrama de la identificación de fases estables desde los 1200°C a 1000°C.	92
Figura 4. 12. Determinación de la constitución elemental de la fase FCC_A1 #3. Comparación del porcentaje de Si, Ti, Cr, Nb en un diagrama a un punto desde 200°C. 1200°C.	93
Figura 4. 13. Curvas PTT obtenidas con JMatPro a partir de la simulación de (CQ + T γ + PAG + t).	94
Figura 4. 14. Curva PTT en límite de grano obtenida por simulación por software del acero experimental.	95
Figura 4. 15. Curva tiempo – temperatura – precipitación en matriz obtenida por simulación por software con JMatPro del acero experimental.	96
Figura 4. 16. Factores que influyen en el comportamiento de tipo “C” de las curvas de cinética de precipitación [126].	96
Figura 4. 17. Simulación de JMatPro V14 de la cantidad de partícula precipitada en el límite de grano del acero experimental.	97
Figura 4. 18. Simulación de JMatPro V14 del tamaño de un carbonitruro en el límite de grano a una temperatura de 1150 °C.....	98
Figura 4. 19. Simulación de JMatPro V14 del tamaño de un carbonitruro en el límite de grano a una temperatura de 1100 °C.....	98
Figura 4. 20. Curvas de dilatometría durante el calentamiento para identificar las temperaturas críticas de transformación Ac_1 y Ac_3 experimentales, en un rango de 5 °C/s a 30 °C/s.....	99
Figura 4. 21. Comparación de las temperaturas críticas de transformación experimentales contra las temperaturas obtenidas en JMatPro.....	100
Figura 4. 22. Micrografías del Ciclo 1 de dilatometría a 5 °C/s a 950 °C con un enfriamiento a temple. Ataque con Nital a un 3%.	103
Figura 4. 23. Micrografías del Ciclo 2 de dilatometría a 10 °C/s a 950 °C con un enfriamiento a temple. Ataque con Nital a un 3%.	103
Figura 4. 24. Micrografías del Ciclo 3 de dilatometría a 30 °C/s a 950°C con un enfriamiento a temple. Ataque con Nital a un 3%.	103
Figura 4. 25. Curvas de dilatometría durante el enfriamiento en un rango de temperatura de 100 °C/s a 30 °C/s para la identificación de Ar_1 y Ar_3 a partir de un calentamiento entre 5°C/s-30°C/s.	104
Figura 4. 26. Comparación entre las curvas de dilatometría a 10°C/s de calentamiento con enfriamiento a 100, 50 y 30°C/s, para evaluación del efecto que genera la velocidad de enfriamiento.....	105
Figura 4. 27. Sulfuros e inclusiones. a) Microestructura revelada con Nital a un 3% a 10 μ m. b) Muestra con vibro pulido a 100 μ m. c) y d) Análisis de partícula en matriz. e) y f) Análisis por EDS de partícula y matriz.	108
Figura 4. 28. a) Mapeo microestructural a 1000X. b) Evidencia de carburo en zona de lajas de martensita a 5000X. c) Laja de martensita a 8500X. d) Magnificación de laja de martensita con posible presencia de precipitados.	109

Figura 4. 29. Análisis de EDS a 20kV en zonas con indicios de precipitación. (a) Partícula nanométrica constituida por Nb, C, N. Imagen a 2 μ m. Nivel de energía L del niobio a 2.166ev, detección desde un voltaje de aceleración de 5kV.	109
Figura 4. 30. Curva esfuerzo- deformación de las pruebas de compresión en caliente para la determinación de la deformación para pruebas de relajación de esfuerzos. Condición 0.5s-1 de velocidad de deformación.	110
Figura 4. 31. Curva esfuerzo- deformación de las pruebas de compresión en caliente para la determinación de la deformación para pruebas de relajación de esfuerzos. Condición 1s-1 de velocidad de deformación.	111
Figura 4. 32. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.1Def_0.5s ⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.	113
Figura 4. 33. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.1Def_1s ⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.	113
Figura 4. 34. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.2Def_0.5s ⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.	114
Figura 4. 35. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.2Def_1s ⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.	114
Figura 4. 36. Construcción de las curvas de cinética de precipitación (PTT) experimental del acero API 5XL PSL2.	117
Figura 4. 37. Gráficas de MFS contra la temperatura del acero experimental a una velocidad de deformación de 0.5s ⁻¹	119
Figura 4. 38. Gráficas de MFS contra la temperatura del acero experimental a una velocidad de deformación de 1s ⁻¹	120
Figura 4. 39. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a 0.1 Def_0.5s ⁻¹	122
Figura 4. 40. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a 0.1 Def_1s ⁻¹	123
Figura 4. 41. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a 0.2 Def_1s ⁻¹	124
Figura 4. 42. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a 0.2 Def_1s ⁻¹	125
Figura 4. 43. Precipitación de Nb (C, N) o M23C6 (carburo enriquecido de Cr, Mo, V) [58,64,121,145,148].	126
Figura 4. 44. Retraso de la recristalización efectos de la precipitación inducida por deformación en el acero experimental [128,135,139].	126
Figura 4. 45. Representación gráfica de la dependencia de la deformación pico (ϵ_p) de la velocidad de deformación (s-1) en las diferentes temperaturas experimentales.	127
Figura 4. 46. Representación gráfica de la dependencia de la deformación pico (ϵ_p) del parámetro de Zener-Hollomon (Z) [143].	128
Figura 4. 47. Formación de la ferrita en zona de precipitación inducida por deformación con forme disminuye la temperatura [47,63,123].	129
Figura 4. 48. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. a) SED, b) BEDS a 2000x, 0.1 Def_0.5s ⁻¹	131
Figura 4. 49. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. A) SED, B) BEDS a 2000x, 0.1 Def_1s ⁻¹	132
Figura 4. 50. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. A) SED, B) BEDS a 2000x, 0.2 Def_0.5s ⁻¹	133
Figura 4. 51. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. A) SED, B) BEDS a 2000x, 0.2 Def_1s ⁻¹	134
Figura 4. 52. Esquema representativo de comportamiento de la microestructura bajo una condición de deformación de 0.1 y 1 de velocidad de deformación durante las pruebas experimentales.	135

Figura 4. 53. Medición del tamaño de las cavidades en el límite de grano de la muestra a 1100°C bajo una condición de deformación de 0.2 y una velocidad de deformación de 1s ⁻¹ .	136
Figura 4. 54. Engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado a 850°C, revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. a) SED, b) BEDS, 0.1 Def_0.5s ⁻¹ .	137
Figura 4. 55. Imagen de MO a 50X del engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado revelado con ataque químico de ácido pícrico y clorhídrico de la condición 0.1 def 0.5s ⁻¹ .	138
Figura 4. 56. Engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado a 850°C, revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. a) SED, b) BEDS, 0.2 Def_1s ⁻¹ .	138
Figura 4. 57. Mapa de IPF de la condición de 0.1 de deformación y 0.5s ⁻¹ de velocidad de deformación a 1050°C en la zona del bode.	139
Figura 4. 58. Mapa de IPF + IQ de la microestructura deformada con compresión en caliente con relajación de esfuerzos a 1050°C.	140
Figura 4. 59. Determinación de la precipitación en el límite de la subestructura con el ChiScan Pints.	140
Figura 4. 60. Mapa de calidad de imagen de la partición de data a 2500 en la condición de 0.1 de 0.5 s ⁻¹ en zona de borde.	141
Figura 4. 61. Mapa IPF con la reconstrucción cristalográfica de las fases, con la densidad de planos (hkl) en las zonas de posible precipitación.	141
Figura 4. 62. Determinación de la precipitación en el límite de la subestructura con el <i>ChiScan Points</i> en la zona central de la condición de 0.1 de 0.5 s ⁻¹ en zona del centro.	142
Figura 4. 63. Identificación de fases en el límite de la subestructura en la condición de 0.1 de 0.5 s ⁻¹ en zona del centro de la muestra.	143
Figura 4. 64. Precipitación localizada en subestructura obtenida por STEM en campo claro (BF, Bright Field) de la condición experimental 1 a una magnificación de magnificación de 1 μm.	144
Figura 4. 65. a) Identificación de segregación en imagen de campo oscuro (DF, Dark Field) a 10nm de la condición 1. b) Zona 1 magnificada a 5nm. c) Zona 2 a 5nm.	145
Figura 4. 66. Imagen de STEM (BF, Bright Field) de la precipitación en la microestructura de la condición 2. a) Subestructura con precipitación localizada. b) Colonia de nano precipitados. c) Interfaz de la precipitación en límite de subestructura y matriz.	146
Figura 4. 67. Imagen de campo oscuro (DF) para la identificación de precipitados de alta resolución inducidos por deformación en la condición 2.	146
Figura 4. 68. Imagen de STEM (BF) de la condición 3. c) distribución de la nano precipitación en la subestructura. b) Interfaz coherente con acomodo atigrado. c) Acomodo lineal de la precipitación en la matriz del acero.	147
Figura 4. 69. Imagen de campo oscuro (DF) de la condición 3 a una magnificación de 5 nm. a) Medición del radio covalente atómico que distingue al nano precipitado.	148
Figura 4. 70. Imagen de campo claro de la condición 4 a 1μm que representa la interfaz de tipo planar extendida en la matriz del acero.	149
Figura 4. 71. Imágenes de campo oscuro (DF) de la condición 4. a) Nano precipitados de 3 a 5 nm en límite de subestructura. b) y c) Medición del radio atómico en precipitado de alta resolución.	150
Figura 4. 72. Imagen de campo oscuro de las zonas analizadas por difracción de electrones para determinar la constitución de la precipitación en la condición 2.	151
Figura 4. 73. Patrón de difracción de la Z1 para identificación de la matriz.	152
Figura 4. 74. Identificación de la constitución del precipitado inducido por deformación con interfaz coherente con la matriz.	154
Figura 4. 75. Determinación del mecanismo de precipitación del acero experimental a partir de las pruebas experimentales y la caracterización microestructural (MEB, EBSD, TEM).	157

Lista de tablas

Tabla 2. 1. Composición química característica de aceros <i>API 5XL</i> especificación <i>PSL1</i> [10].	12
Tabla 2. 2. Composición química característica de aceros <i>API 5XL</i> especificación <i>PSL2</i> [10].	12
Tabla 2. 3. Propiedades mecánicas de un acero <i>API</i> especificación <i>PSL1</i> [11,12].	13
Tabla 2. 4. Propiedades mecánicas de un acero <i>API</i> especificación <i>PSL2</i> [11,12].	13
Tabla 2. 5. Efecto de los elementos de aleación durante el proceso de calentamiento de un acero de alta aleación y resistencia [87].	30
Tabla 2. 6. Efecto de los elementos de aleación durante el proceso de enfriamiento de un acero de alta aleación y resistencia [89,90].	31
Tabla 3. 1. Composición química del acero experimental mediante espectrometría de chispa, según la norma ASTM E415 Y E1009 [149,150].	59
Tabla 3. 2. Parámetros para la prueba de dilatometría para determinación de Ac_1 y Ac_3 .	69
Tabla 3. 3. Parámetros para determinación de Ar_1 y Ar_3 .	71
Tabla 3. 4. Condiciones para estudio de precipitación con tratamiento térmico.	72
Tabla 3. 5. Condiciones para curvas de esfuerzo deformación para validación de la deformación para pruebas de compresión con relajación de esfuerzos.	74
Tabla 3. 6. Condiciones experimentales de deformación ($\dot{\epsilon}$), velocidad de deformación (ϵ) y temperatura para la obtención de las laminillas de <i>TEM</i> .	82
Tabla 4. 1. Temperaturas críticas de transformación obtenidas de la prueba de dilatometría a velocidades de calentamiento de 5, 10, 30 °C/s, con velocidades de enfriamiento a temple con simulador Gleeble. .	101
Tabla 4. 2. Compilación de las temperaturas obtenidas a las diferentes velocidades de enfriamiento.	106
Tabla 4. 3. Recopilación de valores de σ_p esfuerzo pico y ϵ_p deformación pico de las curvas de fluencia obtenidas de las pruebas de compresión en caliente.....	112
Tabla 4. 4. Recopilación de los puntos de inicio (<i>Precipitation Start</i> , P_s) y fin (<i>Precipitation finish</i> , P_f) de precipitación.....	115
Tabla 4. 5. Recopilación de los valores del esfuerzo máximo (MFS) del acero <i>API 5XL PSL2</i> a temperaturas experimentales bajo una velocidad de deformación de $0.5s^{-1}$	118
Tabla 4. 6. Recopilación de los valores de MFS del acero experimental a temperaturas experimentales a una velocidad de deformación de $1s^{-1}$	119

Lista de ecuaciones

Ecuación 1. Flecher – <i>Tnr.</i>	$Tnr = 203 - 310C - 149\sqrt{V} + 657\sqrt{Nb} + 683e^{-0.36\varepsilon}$	21
Ecuación 2. Bai – <i>Tnr.</i>	$Tnr = 174 \log \left[Nb \left(C + \frac{12}{14}N \right) \right] + 1444$	21
Ecuación 3. Boratto - <i>Tnr.</i>	$Tnr = 887 + 464C + (6445Nb - 644\sqrt{Nb})$ $+ (732V - 230\sqrt{V}) + 880Ti + 363 Al$ $- 357Si$	21
Ecuación 4. Flecher - <i>Tnr Despreciando la</i> <i>deformación.</i>	$Tnr = 849 - 349C + 676\sqrt{Nb} + 337V \quad (R^2 = 0.72)$	21
Ecuación 5. Hall- <i>Petch.</i>	$\sigma_0 = \sigma_t + k_0 \cdot d^{-\frac{1}{2}}$	26
Ecuación 6. Fracción <i>volumétrica de</i> <i>precipitación.</i>	$L = 2\bar{r} \left(\frac{\pi}{4Fv} \right)^{1/2}$	28
Ecuación 7. <i>Ks -</i> <i>Producto de solubilidad</i> <i>[80].</i>	$\log Ks = \log_{10}[M][X] = A - \frac{B}{T}$	29
Ecuación 8. <i>Carburo</i> <i>de Titanio TiC.</i>	$\log Ti [C] = -\frac{7480}{T} + 3.21$	30

Ecuación 9. Carburo de Niobio NbC.	$\log Ti [C] = -\frac{7480}{T} + 3.21$	30
Ecuación 10. Carburo de Vanadio VC.	$\log V [C] = -\frac{9500}{T} + 6.72$	30
Ecuación 11. Nitruro de Titanio TiN.	$\log Ti [N] = -\frac{15790}{T} + 5.40$	30
Ecuación 12. Nitruro de Niobio NbN.	$\log Nb [N] = -\frac{10150}{T} + 3.79$	30
Ecuación 13. Nitruro de Vanadio VN.	$\log V [N] = -\frac{7700}{T} + 2.86$	30
Ecuación 14. Fracción de volumen de precipitación en austenita con distribución uniforme.	$\mathbf{fv}^{\text{Nb (C, N)}} \text{ en el LSG} = \mathbf{fv}^{\text{Nb (C, N)}} \text{ en la matriz}$	47
Ecuación 15. Fracción volumétrica de precipitación en austenita con distribución localizada.	$\mathbf{fv}^{\text{Nb (C, N)}} \text{ en el LSG} = \mathbf{fv}^{\text{Nb (C, N)}} \text{ en la matriz} + \mathbf{fv}^{\text{Nb (C, N)}} \text{ segregada}$	49
Ecuación 16. Tamaño de grano previo.	$G = 3.322 \log x N_A - 2.95$	57
Ecuación 17. Coeficiente dilatación lineal.	$\frac{\Delta T}{l_0} = \alpha \Delta T$	63

Ecuación 18.
*Linealidad en la
pendiente.*

$$m = \frac{\Delta_y}{\Delta_x} = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \quad 64$$

Ecuación 19. MFS –
*Esfuerzo necesario para
seguir deformando en
caliente.*

$$MFS = \frac{1}{\varepsilon_b - \varepsilon_a} \int_{\varepsilon_b}^{\varepsilon_a} \sigma \, d\varepsilon \quad 71$$

Capítulo I

Introducción

El proceso termomecánico para la obtención de un acero de alta aleación y resistencia se basa en el control de variables de proceso temperatura (T), deformación (ϵ), velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y tiempos (t), que permiten que se lleven a cabo los fenómenos metalúrgicos de promover las propiedades de resistencia y tenacidad del acero.

Esta investigación se centra en la determinación del mecanismo de precipitación durante el proceso de laminación en caliente industrial.

El desarrollo de materiales con mayor capacidad mecánica y confiabilidad metalúrgica ha promovido la obtención de aceros microaleados a partir de la incorporación de microaleantes que permitan favorecer la microestructura del acero, inicialmente se comenzó con la adición de Mn, y de acuerdo con el impacto y la necesidad, se agregaron elementos como titanio (Ti), niobio (Nb) y vanadio (V) [1]. Estas modificaciones permitieron abrir paso al desarrollo de los aceros de alta resistencia de baja aleación (*High – Strength Low – Alloy, HSLA*), conduciendo a la formación de nuevas generaciones de acero, como los aceros de alta aleación y resistencia (*Advanced High – Strength Steels, AHSS*) utilizados para la industria automotriz [2]. El crecimiento de la industria del petróleo promovió el desarrollo de los aceros (*American Petroleum Institute, API*) de la familia *HSLA*, que son para uso de tuberías conductoras de hidrocarburos, por la capacidad que presentan de ser aceros microaleados de bajo costo y con una alta capacidad mecánica [3]. Este desarrollo generó la necesidad de materiales con una capacidad mecánica que conllevó la modificación de las especificaciones de composición química para aceros de grado *API*, y obtener materiales de diferente espesor con la confiabilidad metalúrgica que el mercado requiere. De donde

surge la necesidad de realizar diseñar y predecir el comportamiento del acero, las propiedades mecánicas y control del proceso termomecánico en beneficio de las propiedades del acero [4,5].

A continuación, se presenta la justificación y el planteamiento del problema, el alcance de objetivos para entender cómo es que se lleva a cabo el fenómeno de precipitación durante el proceso de laminación en caliente de un acero de alta aleación y resistencia.

1.1 Planteamiento del problema.

Este proyecto surge de la necesidad de entender, cómo es que a partir de la modificación de la composición química de un acero API 5XLPSL2 de alta aleación y resistencia, se tienen áreas de oportunidad para que se lleven a cabo los fenómenos ablandamiento y endurecimiento que favorecen las propiedades mecánicas del acero. La modificación de la composición química del acero parte del requerimiento de poder obtener un grado de acero API con nivel de especificación dos, que es un acero de alta resistencia para la fabricación de tuberías conductoras de hidrocarburos.

1.2 Justificación del proyecto de investigación.

En el desarrollo de un nuevo grado de acero, comprender y determinar el comportamiento del material frente a los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento durante el proceso termomecánico enriquece el proceso de diseño para su fabricación. Esta comprensión permite garantizar la integridad estructural del material, minimizar el riesgo de fallas en condiciones operativas, asegurar la conformabilidad requerida por las especificaciones del producto y avanzar en el desarrollo de aceros de alta resistencia. Estos aspectos son determinantes para el cumplimiento de los estándares técnicos de especificación nivel 2 (API- PSL2) aplicables a tuberías destinadas al transporte de hidrocarburos.

Lo cual será posible a partir de realizar el estudio del comportamiento de la composición química a alta temperatura para esclarecer las fases estables a alta temperatura para determinar la cinética de precipitación y recristalización, y analizar la interacción que estos presentan durante el proceso termomecánico, cómo influyen en la

obtención del grano austenítico y su transformación. Para finalmente poder determinar cuál es mecanismo de precipitación que presenta el acero experimental, para poder ejecutar las mejorar termomecánico y metalúrgicas que el producto requiera.

1.3 Hipótesis de la investigación.

Se establece que la precipitación inducida por deformación de carburos de niobio se localiza preferencialmente en los límites del grano austenítico siendo los que provocan el endurecimiento de la matriz del acero al crear una interfaz planar del tipo coherente, la cual está en función de la temperatura, la deformación y la velocidad de deformación aplicado al acero.

1.4 Presentación de objetivos de investigación.

1.4.1 Objetivo general.

Determinar el mecanismo de precipitación durante el proceso de laminación en caliente de un acero API 5XL PSL2 de alta aleación y resistencia.

1.4.2 Objetivos específicos

- Analizar la composición química del acero a altas temperaturas.
- Definir las temperaturas críticas de transformación.
- Obtener las curvas Tiempo–Temperatura–Precipitación e identificar la cinética de precipitación durante la laminación (*Precipitación, Time, Temperatura, PTT*).
- Evaluar la interacción entre los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento.
- Determinar tamaños, morfologías y zonas de precipitación generadas durante la laminación en caliente.

Capítulo II

Antecedentes

En este capítulo se presentan los temas y conceptos que son base para el desarrollo y el entendimiento de la investigación del mecanismo de precipitación durante el proceso de laminación en caliente de un acero de alta aleación y resistencia.

2.1 Aceros HSLA (API): microestructura, especificaciones y procesamiento.

El desarrollo de los aceros *HSLA* comenzó en las décadas de los 70's con la implementación del proceso termomecánico, adicionando el control de la microestructura a partir de los fenómenos de recristalización y precipitación seguido de la implementación de enfriamientos controlados, permitiendo producir aceros con una alta capacidad mecánica [6].

Los aceros *HSLA*, específicamente el grado *API*, se utilizan para la fabricación de tubos de línea, de acuerdo con la norma *API 5L 43^a* [7]. Especificaciones generadas por el Instituto Americano del Petróleo para realizar prácticas seguras en la fabricación y diseño de las redes de tubería de transmisión de hidrocarburos. La norma *API 5XL* establece dos niveles de especificación de producto, *PSL1* y *PSL2* (por sus siglas en inglés *Product Specification Level*), los cuales definen diferentes niveles de requerimiento de especificaciones técnicas para la fabricación de tubos de línea [8,9].

En las Tablas I y II se presenta un ejemplo de la composición química de un acero *API 5XL-PSL1* y *PSL2* según la norma *API 5XL 43^a* [10].

Tabla 2. 1. Composición química característica de aceros *API 5XL* especificación *PSL1* [10].

Grado	Carbono	Manganeso	Fósforo	Azufre	Titanio	Otros
B	0.26	1.20	0.030	0.030	0.04	b,c,d
X42	0.26	1.40	0.030	0.030	0.04	c,d
X52	0.26	1.40	0.030	0.030	0.04	c,d
X60	0.26	1.40	0.030	0.030	0.04	c,d

Otros elementos: b) Niobio, c) Vanadio, d) Titanio y e) combinación de los elementos anteriores dependiendo de la especificación del fabricante.

Tabla 2. 2. Composición química característica de aceros *API 5XL* especificación *PSL2* [10].

Grado	Carbono	Manganeso	Fósforo	Azufre	Titanio	Otros
B	0.22	1.20	0.025	0.015	0.04	d,e
X42	0.22	1.30	0.025	0.015	0.04	c,d
X52	0.22	1.40	0.025	0.015	0.04	c,d
X60	0.22	1.40	0.025	0.015	0.04	c,d

Otros elementos: b) Niobio, c) Vanadio, d) Titanio y e) combinación de los elementos anteriores dependiendo de la especificación del fabricante.

Para las especificaciones *PSL1* y *PSL2*, se exhibe que por cada reducción de 0.01% por debajo del máximo contenido de carbono especificado, se permite un incremento de 0.05% del contenido máximo en manganeso especificado, hasta un máximo de 1.50% para los grados X42 a X52 y hasta un máximo de 1.65% para el grado X60 [7-10].

El nivel *PSL1* provee un nivel de calidad estándar para tuberías y el nivel *PSL2* tiene requisitos adicionales para la composición química y propiedades mecánicas adicionales, por lo que existen grados diferentes para cada nivel de especificación según la necesidad del área de aplicación [10].

Durante el desarrollo de los grados *API* se ha seguido aprovechando la capacidad de estos tipos de acero, ya que son y han sido un medio seguro y económico por las características mecánicas y el proceso de fabricación bajo el cual son obtenidos, lo que ha propiciado que sigan siendo la principal materia prima para la conducción de tuberías y en diferentes otras aplicaciones industriales.

En las Tablas III y IV, se presentan las propiedades mecánicas características de un acero API de acuerdo con su nivel de especificación y a la norma *API 5L 43^a*.

Tabla 2. 3. Propiedades mecánicas de un acero *API* especificación *PSL1* [11,12].

Grado	Límite elástico		Resistencia	
	Psi	MPa	Psi	MPa
B	35,000	241	60,000	414
X42	42,000	290	60,000	414
X52	52,000	359	66,000	455
X60	60,000	414	75,000	527

Tabla 2. 4. Propiedades mecánicas de un acero *API* especificación *PSL2* [11,12].

Grado	Límite elástico				Resistencia			
	Mínimo		Máximo		Mínimo		Máximo	
	Psi	MPa	Psi	MPa	Psi	MPa	Psi	MPa
B	35,000	241	65,000	448	60,000	414	110,000	758
X42	42,000	290	72,000	496	60,000	414	110,000	758
X52	52,000	359	77,000		66,000	455	110,000	758
X60	60,000	414	82,000	565	75,000	527	110,000	758

Las tuberías *API*, especialmente para el transporte de hidrocarburos, son fabricadas de acero de baja aleación y están desarrolladas para las aplicaciones donde las propiedades mecánicas y la composición química son necesarias para cumplir la resistencia y tenacidad, ya que son sometidos a altas presiones durante el transporte de hidrocarburos [12].

Los aceros *API 5XL* se distinguen por su composición química altamente aleada, la cual promueve diferentes fenómenos metalúrgicos que favorecen la microestructura final ligada a las propiedades finales del acero [13]. En la Figura 2.1 se presentan microestructuras típicas de aceros *API*. En cada figura se puede observar una microestructura típica ferrítica perlítica, como resultado de un enfriamiento lento [14, 15]. En el caso del inciso a) y b) se puede observar zonas más gruesas de perlita, lo cual es resultado del contenido de carbono en la aleación y el efecto de una deformación dada, que en el caso del inciso b) se tiene la formación de bandas de deformación. En el inciso

c) se puede observar la degradación de la perlita por la disminución del carbono y la falta de deformación, diferencia que se muestra en el inciso d), en el que se puede observar una microestructura resultado de la acumulación de deformación.

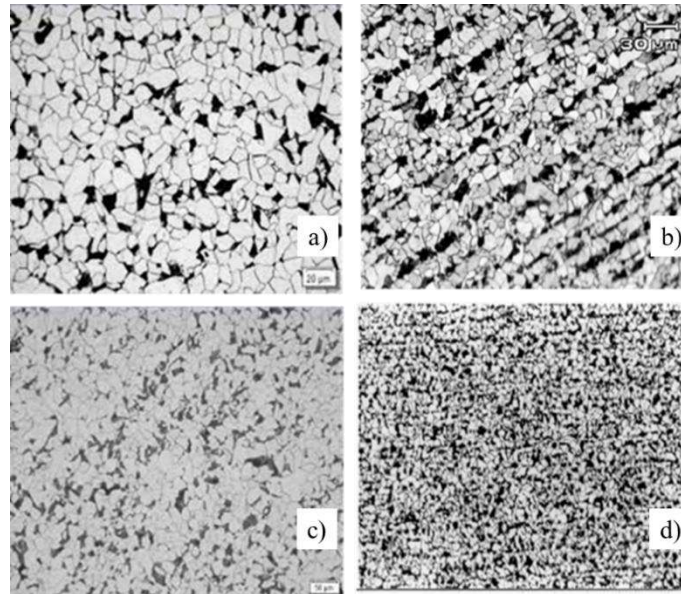


Figura 2. 1. Microestructuras características de un acero API 5XL en función de la composición química y el procesamiento.

Adicionalmente la composición química está pensada para asegurar que se presenten los fenómenos metalúrgicos que distinguen a un acero microaleado de alta resistencia, promoviendo la capacidad de soldabilidad y la resistencia a la corrosión [15].

2.2 Aceros microaleados de alta resistencia.

El desarrollo y diseño de nuevos tipos de acero en los que se favorezcan las propiedades mecánicas a partir de la aplicación de un proceso de laminación en caliente se ha extendido la investigación y el desarrollo en función de entender el impacto de la composición química y los parámetros de proceso para la obtención de una morfología de grano que durante el enfriamiento controlado promueva la transformación homogénea de microconstituyentes de alta resistencia. Los aceros aleados, por definición y establecido por investigadores e instituciones, son aquellos que presentan en su aleación no más del 1.5% de Mn y 0.5% de Si [16].

Se definió a los aceros de baja aleación, como aquellos que contengan menos del 6% de elementos aleantes, los cuales entran en la categoría de aceros para uso estructurales laminados en caliente que elevan la capacidad mecánica del acero [17].

Dentro del avance y desarrollo de nuevos grados de acero, se tiene la gama de aceros de alta resistencia y baja aleación, donde se definió a los aceros *HSLA* como aceros de baja aleación con límites elásticos superiores a 275 MPa, de los que comenzaron a evidenciar los retos en la formabilidad del acero para las diferentes aplicaciones [18].

Ante eso, se logró establecer que un acero *HSLA* con un total de microaleantes menor al 4% es significativo para describir la baja aleación. Aunque bajo la definición del *Instituto Americano del Hierro y el Acero (American Iron and Steel Institute. AISI)*, se tiene una definición establecida que define a los aceros *HSLA*, como aceros que son parte de un grupo específico de aceros con composición química diseñada para promover propiedades mecánicas considerables, dentro de éstas, la resistencia a la corrosión [19, 20]. Aunque no son considerados como aceros aleados.

En otra categoría, los aceros microaleados, se introdujeron por el efecto significativo que generan en las propiedades del acero, de tal forma que, a partir de una composición química de un acero estructural, presenten elementos aleantes en cantidades no mayores a 0.05%. Se introdujo el término microaleados, haciendo referencia de que los aceros microaleados han sido utilizados desde los inicios de la época del acero, nombrados por los elementos microaleantes significativo en la aleación; como lo es el acero al carbono, aceros microaleados al manganeso, aceros microaleados al molibdeno, etc. [21, 22].

Por lo que surge la diferencia entre aceros *HSLA* y aceros microaleados, en dónde los aceros *HSLA* se distinguen por las características en el límite elástico, con valores de 250 MPa [16], pero que se distinguen por tener variación en las microestructuras por efecto de los elementos en la composición química del acero. Y los aceros microaleados, por la naturaleza de la composición química solo pueden tener una microestructura, ya sea ferrita o perlita, con elementos en su composición química no mayores al 1% en total de elementos como el niobio, titanio, vanadio, los cuales promueven propiedades mecánicas superiores [23, 24]. Tomando en cuenta lo anterior, se tiene que ambas definiciones son

cimientos para el desarrollo y la promoción de aceros de alta aleación y resistencia fabricados a partir de un proceso termomecánico

2.3 Proceso termomecánico.

En apartados anteriores se ha comentado la característica de los aceros *HSLA*, la microaleación y el proceso de desarrollo, que impactan directamente en el diseño y fabricación de aceros de alta aleación y resistencia. En la actualidad, no sólo se busca conformar geométricamente la barra de acero, sino que se busca optimizar el proceso de laminación en caliente a partir de controlar variables operacionales para obtener microestructuras que favorezcan al material según su aplicación industrial [25, 26].

El proceso termomecánico para la obtención de un acero laminado en caliente, no es más que el control del conjunto de variables de temperatura, deformación, velocidad de deformación y velocidades de enfriamiento, para la obtención de una microestructura que favorezca la transformación del acero [27-28].

En la Figura 2.2, se ilustran las estaciones que componen a un proceso de laminación en caliente. En cada etapa el material presenta cambios físicos y mecánicos que contribuyen a la obtención final del material deseado.

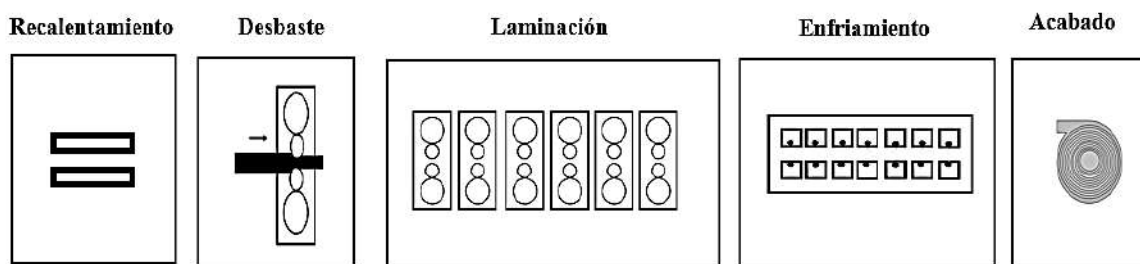


Figura 2. 2. Ilustración de la deformación aplicada a una barra de acero durante el proceso de laminación.

El acero es fabricado siguiendo la secuencia de proceso, que inicia con hornos recalentadores, castillos desbastadores, castillos de deformación final y una cama de enfriamiento donde se logra la transformación de la microestructura del acero.

El proceso de deformación se realiza por encima de la temperatura crítica de transformación A_{c3} , que es la temperatura de cambio de fase, de ferrita a austenita (α - γ),

en la que se logra eliminar defectos del proceso de solidificación y homogeneizar la microestructura del grano austenítico antes de la deformación [29, 31].

Los cambios microestructurales se propician por la aparición de los diferentes fenómenos en el acero, como lo son el ablandamiento y endurecimiento, por efectos de la temperatura y la deformación, durante el tiempo que pasa el acero en el tren laminador hasta llegar a un enfriamiento controlado que finalmente favorecen a la microestructura del material [32,33].

En el esquema de la Figura 2.3, se ilustra el principio de la laminación, donde se muestra el proceso de deformación aplicando la fuerza con rodillos de trabajo (contemplando el ángulo de contacto (α)) hacia la barra de acero, donde se genera la disminución del espesor (h_0) del elemento de entrada en comparación al de salida (h_f) [34].

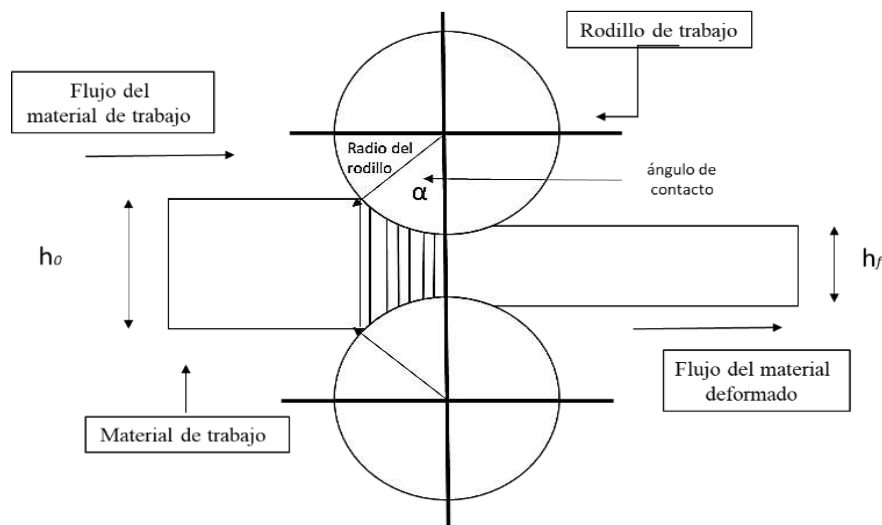


Figura 2. 3. Esquema del proceso de laminación en caliente. Ángulo de contacto (α). Espesor de entrada (h_0). Espesor de salida (h_f).

El proceso termomecánico ha sido implementado por su relevancia y características durante la laminación convencional para la fabricación de acero de alta resistencia. La laminación convencional a diferencia del tratamiento termomecánico, requiere de la aplicación de un tratamiento térmico al material posterior a su fabricación [35-37].

En la Figura 2.4, se muestra la comparación del proceso termomecánico y el tratamiento térmico de normalizado.

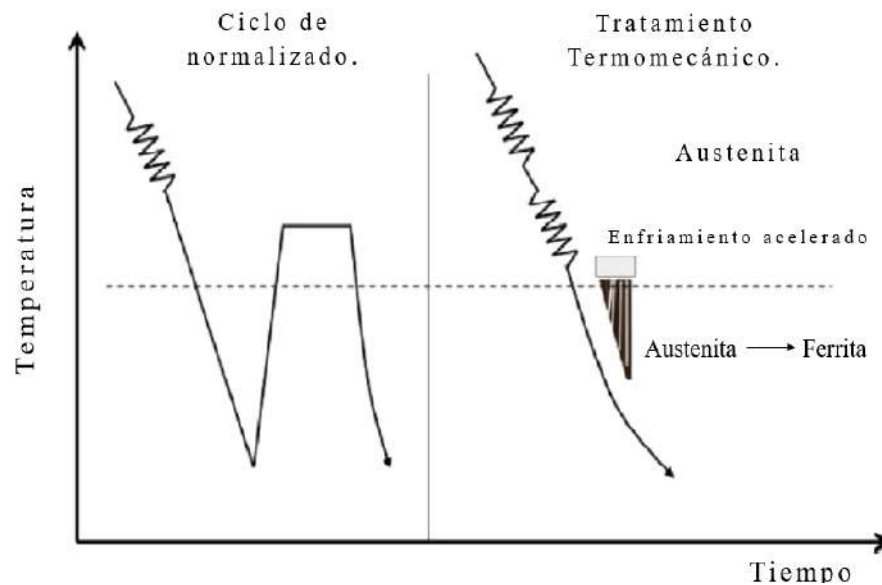


Figura 2. 4. Comparación del ciclo de normalizado y el proceso termomecánico [38].

Los factores principales de los que depende la obtención de una microestructura característica anteriormente diseñada son [38, 39]:

- La composición química del material.
- El proceso termomecánico con el cual se realice la secuencia de laminación en caliente.
- Temperatura de recalentamiento del material.
- Desbaste inicial del material para la obtención del espesor para el inicio de la laminación.
- Homogenización de la temperatura en el material antes de la laminación final.
- Velocidad de deformación y deformación que se le aplicara al material en el tren laminador final.
- Tamaños de grano al final del tren laminador, el cual participa en la obtención de microconstituyentes durante el enfriamiento de transformación del acero.

En los procesos industriales se pueden utilizar enfriamientos continuos y enfriamiento isotérmicos, lo cual dependerá de las limitaciones en los sistemas de enfriamiento y serán configurados dependiendo de la transformación de fase que se desee obtener.

2.3.1 Elementos en adición en la composición química de un acero de alta resistencia.

El principal efecto de los elementos en adición sobre el acero es promover metalúrgicamente los fenómenos que impacten en la microestructura que favorezcan las propiedades mecánicas finales del acero [40]. La composición química característica de un acero está compuesta de hierro y carbono y diferentes elementos que favorecen las características finales del acero [40, 41]. La adición de alguno de estos elementos microaleantes, en aceros de bajo carbono, son efectivos en controlar el crecimiento de los granos de austenita retrasar o inhibir la recristalización.

Entre los elementos gamágenos (γ -genos) se encuentra el nitrógeno, el cobre, oro, zinc, níquel, manganeso, cobalto, carbono [42, 43]. Entre los elementos alfégenos (α -genos) se encuentra el cromo, molibdeno, aluminio, fósforo, titanio, estaño, vanadio, niobio [44]. Los elementos de aleación pueden generar cambios en las temperaturas de transformación, contribuir en la presencia de precipitados y carburos en la microestructura del acero [45].

En el caso del nitrógeno (N), como elemento de adición en la composición química de aceros de bajo carbono, se puede presentar en porcentajes aproximadamente dentro del rango de 0.007 porcentaje en peso a 0.004 porcentaje en peso, porque contribuye al endurecimiento del material y refinamiento de grano, teniendo compatibilidad con el titanio para formar precipitados y carbonitruros que contribuyen a las propiedades de resistencia y elongación del acero [46].

Por las características anteriores, hay que considerar las ventajas que cada elemento aporta a la microestructura y cómo contribuyen al desempeño metalúrgico del acero. Donde es importante considerar que estos elementos utilizados en conjunto en una composición pueden generar estabilidad y características favorables para un determinado

uso. En apartados posteriores se desglosará de manera más extendida el efecto de la microaleación para la obtención de un acero de alta resistencia durante el proceso de laminación en caliente.

2.3.2 Mecanismos metalúrgicos durante el trabajo en caliente.

El obtener microestructuras que impacten las propiedades finales del acero, parte de aprovechar los fenómenos metalúrgicos que se generan por efectos de la temperatura y las variables de la laminación en caliente [47, 48]. A continuación, se describen fenómenos que impactan en la obtención de un grano austenítico durante la deformación en caliente, para la obtención de una microestructura homogéneamente favorable para las propiedades mecánicas finales del acero [49].

Durante el proceso termomecánico, por efecto del trabajo en caliente, se tienen mecanismos de ablandamiento y endurecimiento que se presentan continuamente durante el proceso de deformación del grano austenítico, y son conocidos como recuperación estática y dinámica y recristalización dinámica y estática [49, 50].

Estos mecanismos presentan una fluctuación de tal forma que, durante la deformación, se tiene la energía necesaria para endurecer o ablandar por efecto de la recristalización del grano austenítico, por la creación de centros de nucleación y crecimiento de grano durante el proceso termomecánico [50]

Para el desarrollo y la obtención de un acero API 5XL PSL2 de alta resistencia, el control y entendimiento de estos fenómenos en el proceso de laminación en caliente son clave [28, 30, 50]. Por lo que el control de las variables en el proceso termomecánico temperatura, la deformación, la velocidad de deformación y el enfriamiento controlado son fundamentales para la obtención de microconstituyentes anteriormente diseñados para el acero.

2.3.2.1 Recuperación dinámica.

La recuperación dinámica es un proceso que ocurre en el acero durante la deformación plástica a altas temperaturas, por encima de un umbral crítico. Consiste en reducir la energía interna acumulada mediante el movimiento y eliminación parcial de

dislocaciones, sin generar nuevos granos. Esto mejora la ductilidad y disminuye la dureza, aunque no elimina completamente la deformación. A diferencia de la recrystalización dinámica, no implica la formación de granos nuevos, sino solo la estabilización de la microestructura existente [51]. A diferencia del estudio del comportamiento de la fluencia del acero donde se realiza a temperaturas por debajo de la transformación, provocando un aumento en la velocidad de aniquilación de las dislocaciones, lo que disminuye directamente la velocidad de endurecimiento por deformación. Lo que genera que se aniquilen las dislocaciones conforme se van generando, logrando estructuras estables durante el proceso de deformación [52, 53].

2.3.2.2 *Recrystalización dinámica durante el proceso de laminación en caliente.*

El fenómeno de recrystalización en el trabajo en caliente es el mecanismo que permite al material regenerar la microestructura, eliminando los defectos dados por el proceso de solidificación. Este fenómeno se encuentra en función de rangos de temperatura que favorezcan completamente el ablandamiento, a partir de una nucleación y crecimiento del grano deformado durante el proceso de deformación [54, 55]. En la Figura 2.5 se presenta el esquema representativo del proceso termomecánico en la deformación del material y la microestructura cambiante dada durante el trabajo en caliente.

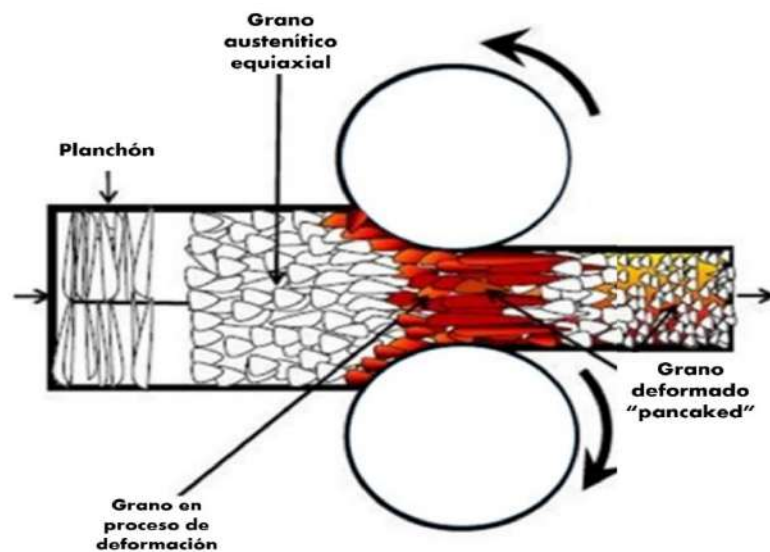


Figura 2. 5. Esquema del proceso termomecánico y la microestructura cambiante debido al trabajo en caliente en el material [52].

La recrystalización dinámica, como la estática se da a partir de la nucleación y el crecimiento de granos. Como se mencionó anteriormente, durante el proceso termomecánico y por efectos de la temperatura (encontrándose en rangos de temperatura óptima que favorezcan la recrystalización del grano austenítico), la deformación y la velocidad de deformación, el material presentará una estructura completamente cambiante y evolutiva por efecto de la energía de activación que genera el proceso dinámico de la deformación, lo cual provocará la recrystalización dinámica en cada uno de los estantes de laminación. Y siguiendo el mecanismo de nucleación y crecimiento de grano generará una microestructura completamente recrystalizada durante el proceso de deformación [56]. Que industrialmente, este mecanismo se concentra en los primeros pases de deformación durante el proceso de deformación. Para el caso de la recrystalización dinámica, los sitios de nucleación potenciales se encuentran en los límites de grano de alta densidad de dislocación, por lo que las bandas de deformación presentes durante la alteración del material son agentes potenciales para la nucleación de los granos [56, 57]. La deformación, la velocidad y la temperatura son variables que contribuyen a este fenómeno de ablandamiento irreversible en la microestructura del material.

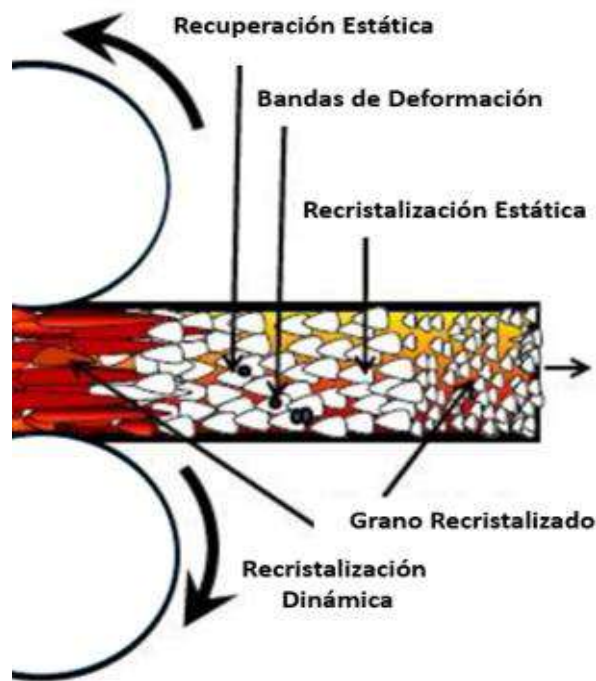


Figura 2. 6. Esquema del mecanismo de ablandamiento durante el proceso termomecánico de un acero. Imagen modificada de [52].

En la Figura 2.6, se puede observar como la microestructura austenítica equiaxial es deformada durante el trabajo en caliente, generando granos completamente alargados denominados de tipo “*pancake*” (*estructura del grano austenítico deformado de tipo alargado*) que, por efectos de la temperatura, la deformación y las características de la composición química [58], se generan centros de nucleación y la formación de nuevos granos recrystalizados, que durante el progreso del proceso de laminación en caliente vuelven a sufrir un proceso de deformación para obtener una microestructura homogénea típica del proceso de recrystalización [59, 60].

La capacidad en la que se presenta el fenómeno de recrystalización dinámica incrementa con la deformación, provocando una distribución homogéneamente localizada en los núcleos formados en límites de los granos recrystalizados dinámicamente [60, 61]. Por lo que mientras el material se encuentre sometido a una deformación y a una temperatura que permita los fenómenos de ablandamiento, se mostrará un remplazamiento en la microestructura inicial a una estructura deformada, homogeneizada y recrystalizada.

La recrystalización dinámica puede ser estudiada a partir de ensayos mecánicos que repliquen el proceso de deformación como lo es el proceso termomecánico [62].

A partir de la obtención de curvas de esfuerzo y deformación verdadera, se puede tener el comportamiento del material durante su procesamiento, contemplando las variables de proceso de temperatura, deformación y velocidad de deformación y los fenómenos metalúrgicos que participen de acuerdo con la característica de la composición química. En la Figura 2.7 se presenta el ejemplo de la curva esfuerzo deformación para el estudio del comportamiento de la fluencia de un acero a velocidad constante en función de cada uno de los mecanismos de ablandamiento, restauración y recrystalización dinámica [60-65]. Las curvas de fluencia se pueden estudiar y analizar de forma que, a bajas deformaciones con velocidades de deformación constante. En las que dependerá de la temperatura y la deformación el que presenten una característica de pico simple o comportamiento cíclico, y que será evidencia del tipo de grano que presente el acero. En curvas de comportamiento cíclico indica que la microestructura presenta un crecimiento de grano, y el comportamiento de pico simple presenta un comportamiento de grano fino [66].

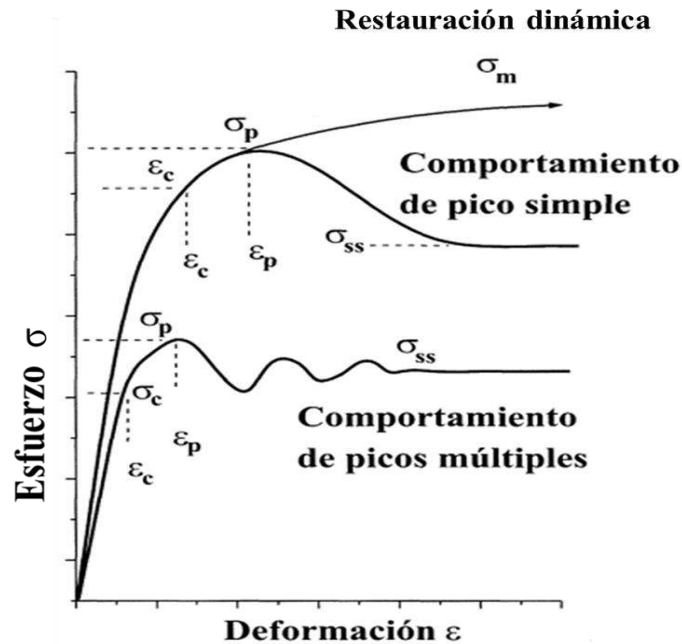


Figura 2. 7. Curva de fluencia en condiciones de conformado en caliente y a velocidad de deformación constante para el caso de restauración y recristalización dinámica [64].

De las curvas se puede seguir el comportamiento del acero durante la deformación, en la que inicialmente se tiene un comportamiento creciente por efecto de la restauración del material durante la deformación y la zona donde se pasa el esfuerzo máximo, que sería la segunda zona, es la zona donde se presenta el ablandamiento continuo del material resultado de la recristalización dinámica. En la tercera zona de la curva, siguiendo el ejemplo de la curva de comportamiento de pico, el material presenta una estabilización por efecto de la microestructura homogénea equiaxial, resultado de la recristalización dinámica simple [61-66]]. En donde la recristalización de “pico” se reconoce para curvas desarrolladas a temperaturas bajas y altas deformaciones. Y la “cíclica” obtenida a temperaturas mayores a bajas velocidades de deformación. Para el estudio, la implementación de velocidades de deformación altas y temperaturas muy bajas pueden provocar la inhibición de la recristalización dinámica, propiciando mecanismos de ablandamiento como la restauración y la recuperación dinámica durante el procesamiento del material.

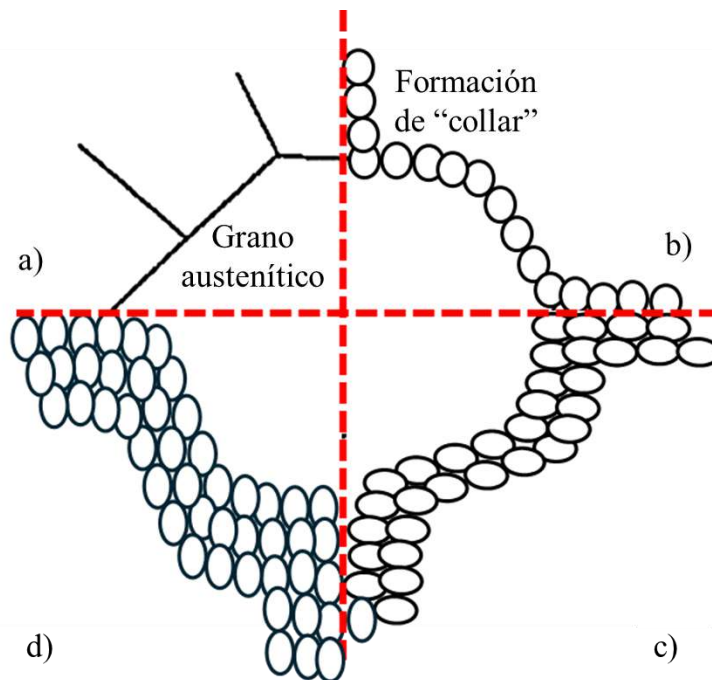


Figura 2. 8. Representación de la formación del collar (*necklace*) por efectos de la nucleación en los límites de grano durante la recristalización de la microestructura. **a)** grano inicial. **b)** inicio de nucleación. **c)** progreso de nucleación. **d)** collares de recristalización [64].

En la Figura 2.8, se presenta el mecanismo por el cual se reconoce la recristalización dinámica, por efecto de la implementación del proceso termomecánico. En el inciso a) se presenta la estructura característica de una estructura austenítica obtenida por el proceso de recalentamiento. Posteriormente, por consecuencia de las variables de proceso y la energía de activación, se tiene la formación de las primeras zonas de nucleación en los límites de la estructura austenítica, como en b). Que con forme va evolucionando se genera esa estructura de tipo “collar” o “*necklace*”, como el mostrado en el inciso c) y d) [64-66]. Evidenciando el mecanismo de recristalización dinámica, que se presenta a partir de la nucleación y la formación de nuevos granos recristalizados.

Finalmente, se debe considerar que, así como la recristalización se ve afectada por la deformación modificando el tiempo en el que se presente este mecanismo, también se ve influenciado por los elementos microaleante en la composición del acero por la formación de compuestos complejos que propician el retraso en la recristalización, así como también elementos que se encuentran en solución sólida. [67-69]. Que en el caso de

aceros con un alto contenido de elementos microaleantes es de interés analizar la interacción que presentan los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento para la obtención de las propiedades finales del material.

2.3.3 Temperatura de no recristalización.

En el desarrollo de este capítulo se ha expuesto la influencia de los parámetros de proceso y la composición química para que se logren cumplir los fenómenos metalúrgicos durante el proceso termomecánico. Dentro de estos fenómenos se tiene el ablandamiento que expone la nucleación y el crecimiento de nuevos granos durante el proceso de deformación en caliente, y que puede ser estudiado a partir de la temperatura de no recristalización (T_{nr}) [70, 71].

La temperatura de no recristalización (T_{nr}) es el límite por encima del cual la microestructura del acero comienza a presentar eliminación de defectos obtenidos durante el proceso de solidificación, de forma que permite homogeneizar el grano austenítico, y por debajo de esta, la microestructura presenta una parcial o nula recristalización generando morfologías completamente alargadas que pueden afectar las propiedades mecánicas finales del material [72, 73]. Esta temperatura es característica de estar por encima de la temperatura crítica de transformación A_{c3} y por debajo de la temperatura de fusión del material [74, 75]. Se ha expresado que la T_{nr} puede ser 50°C más que la temperatura A_{c3} , o a un 30% por debajo de la temperatura de fusión del material.

En el esquema de la Figura 2.9 se puede observar el cambio de la microestructura por debajo y encima de la T_{nr} durante el proceso de deformación.

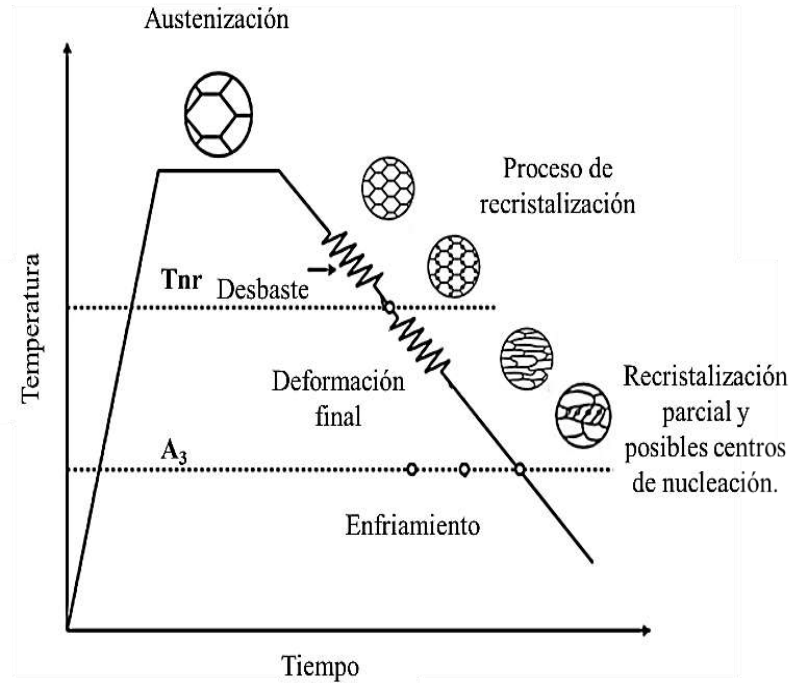


Figura 2. 9. Esquema representativo del comportamiento de la microestructura ante la T_{nr} .

La T_{nr} de un acero se puede obtener de forma experimental con pruebas termomecánicas a deformación y velocidad de deformación constantes, desde una temperatura de austenización hasta la temperatura A_{c3} , o también es posible obtener el valor de temperatura a partir de ecuaciones [76, 77].

Autores como **Bai**, **Flecher** y **Boratto** [78] propusieron ecuaciones para la determinación de la T_{nr} en función de la microaleación de la composición química y en alguno de los casos la deformación. En el caso de **Flecher** [79], propuso una ecuación en donde se estudia la T_{nr} ignorando la deformación en caliente. A continuación, se enlistan las ecuaciones y los diferentes autores para la obtención de la T_{nr} de un acero en función de la característica de la aleación para contemplar o no la deformación [78,79].

Flecher – T_{nr} .

Ecuación 1.

$$T_{nr} = 203 - 310C - 149\sqrt{V} + 657\sqrt{Nb} + 683e^{-0.36\varepsilon}$$

Bai – T_{nr} .

Ecuación 2.

$$T_{nr} = 174 \log \left[Nb \left(C + \frac{12}{14} N \right) \right] + 1444$$

Boratto - T_{nr} .

Ecuación 3.

$$T_{nr} = 887 + 464C + (6445Nb - 644\sqrt{Nb}) + (732V - 230\sqrt{V}) + 880Ti + 363Al - 357Si$$

Flecher - T_{nr} Despreciando la deformación.

Ecuación 4.

$$T_{nr} = 849 - 349C + 676\sqrt{Nb} + 337V \quad (R^2 = 0.72)$$

La temperatura de no recristalización debe calcularse para determinar la temperatura en la que se va a propiciar el fenómeno de ablandamiento en cada nuevo grado de acero.

La T_{nr} está completamente influenciada por factores como lo es la composición química del material. Los elementos añadidos pueden aumentar, inhibir o retrasar la temperatura a la que se presente la recristalización evitando que se genere la eliminación de defectos y la generación de una microestructura refinada y homogénea [80]. Por lo que es necesario el abordar el comportamiento e influencia que presentan los elementos de aleación en el mecanismo de ablandamiento durante el proceso de laminación en caliente para la obtención de un acero de alta resistencia [81, 82]. La consideración de esta temperatura es importante dentro del proceso termomecánico, ya que dependerá de este fenómeno el que se obtengan microestructuras que impacten directamente en las propiedades mecánicas de resistencia y tenacidad.

2.3.4 Impacto de los elementos de aleación en la composición química de un acero de alta resistencia.

Dentro del desarrollo del acero y la incorporación de elementos de microaleación para favorecer las propiedades mecánicas finales, son específicos los elementos que se incorporan a la composición química del acero de acuerdo con la aplicación para la cual están siendo diseñados, algunos de estos elementos son titanio, vanadio, niobio, cobre, que promueven un efecto considerable durante el proceso termomecánico.

En el caso del titanio genera un efecto que directamente favorece el límite elástico y la tensión última, por el mecanismo de precipitación que son consideradas a partir del trabajo de investigación en la incorporación del titanio [83, 84]. En la Tabla 2.5 se presenta el efecto que generan alguno de los elementos en la composición química de un acero microaleado durante el calentamiento, para la formación de la austenita, y en la Tabla 2.6 el desglose durante el enfriamiento, para lograr la transformación.

Durante el calentamiento los elementos microaleantes, de acuerdo con su porcentaje en peso, impacta directamente en el volumen de austenita formada, en la velocidad en la que durante el proceso de difusión se forma la austenita, así como en los mecanismos de ablandamiento, que es la recristalización de la austenita [85]. Durante el proceso y en interacción con las variables del proceso termomecánico, propiciarán un impacto en el incremento en la resistencia del material, el envejecimiento por deformación en algunos materiales, así como también en el comportamiento durante un proceso de templado. Y se puede deber al efecto generado por la microaleación de elementos que, una vez generado el proceso de difusión y el comportamiento durante el calentamiento, durante el enfriamiento impactan en las temperaturas críticas de transformación, favoreciendo o no las regiones de formación de fases bainítica o martensíticas [86].

Tabla 2. 5. Efecto de los elementos de aleación durante el proceso de calentamiento de un acero de alta aleación y resistencia [87].

Durante el calentamiento		
Formación de austenita	Formación austenita	Recristalización
C, Mn Reducen rango intercrítico	Mn Baja Ac1	Mn, Si, V, Nb Expanden rango de T_{nr}
Si, Al Expanden rango intercrítico Aumentan difusión de C	Si, Al Suben Ac1 y Ac3	B Aumenta inicio y fin de T_{nr}
Cr, Mo, V, Nb No afectan velocidad de austenización, pero sí inhiben difusión de C.	B Sube punto eutectoide	Nb, Cr, Mo Retardan recristalización
Aumentan la sensibilidad a la velocidad de calentamiento	Mo, Cr Reducen movilidad de interfaz $\alpha+\gamma$	

Durante el proceso de enfriamiento, depende de la rapidez en la que se lleve a cabo el enfriamiento a las que se someta el material para la transformación, pero el efecto generado por la microaleación en la formación de la austenita durante el calentamiento impacta directamente en las temperaturas Ar_1 y Ar_3 , durante el enfriamiento [88].

En el caso de los aceros de alta aleación y resistencia, se incorporan elementos de microaleación de forma intencional que influyan en el endurecimiento del material a partir del fenómeno de precipitación, tanto en solución sólida, como precipitación inducida por deformación. Estos elementos se incorporan para generar compuestos de tipo impurezas y son específicamente el titanio, el vanadio y el niobio. En el caso del niobio, fue uno de los elementos que se comenzaron a utilizar seguido del titanio y el vanadio [89].

Tabla 2. 6. Efecto de los elementos de aleación durante el proceso de enfriamiento de un acero de alta aleación y resistencia [89, 90].

Durante el enfriamiento		
Regiones de transformación	Velocidad de enfriamiento	Temperatura de transformación
Mn Recorre el rango de transformación ferrítica y bainítica a menores temperaturas y velocidades de enfriamiento	Mo, Cr, Mn, Cu, Ni Reducen velocidad de enfriamiento crítica	
Al Mueve el rango de transformación bainítica hacia menores velocidades de enfriamiento	Si Depende de la cantidad de Mn. A mayor Mn, Si reduce la velocidad de enfriamiento crítica	Mn Reduce Ms
Mo, Cr Mueve la transformación ferrítica a menores velocidades de enfriamiento	B Reduce la sensibilidad de la microestructura y de las propiedades a la velocidad de enfriamiento	Mo, Cr Reducen temperatura Bs
B Desplaza transformación ferrítica a menores velocidades de enfriamiento	V, Nb, Ti Aumentan velocidad de enfriamiento crítica	B Reduce temperatura Bs
V, Nb, Ti Inhiben transformación ferrítica		

Diferentes investigadores [87-91] y la industria siderúrgica, comenzaron con la implementación de niobio en aceros para incrementar el límite elástico, logrando aceros con propiedades resistencia al impacto de entre 27J y 40J, límite elástico de 325 MPa y 445 MPa y una elongación de entre 34% y 43%, logrado en materiales laminados en caliente [91]. De los cuales se obtuvieron los primeros reportes del efecto de que la

microaleación de niobio generaba un refinamiento en el grano ferrítico de los aceros con un 0.16% de carbono, 0.7% de Mn y entre 0.02 y 0.03% de niobio [92].

Durante el desarrollo de aceros y la implementación del niobio se recopilaron diferentes aportaciones como las enlistadas a continuación [91, 92]:

- Aceros con microaleación de niobio presentan efecto en las temperaturas críticas de transformación.
- Existe un incremento considerable en el límite elástico por el refinamiento de grano durante el proceso de laminación en caliente.
- La adición de entre el 0.01 y 0,05% de niobio genera un efecto en el normalizado después del laminado en caliente mejorando las temperaturas críticas de transformación.

Por lo anterior es fundamental el control en el proceso termomecánico para eliminar los postratamientos que podrían retardar e inhibir los fenómenos metalúrgicos y directamente afectar la microestructura resultante del proceso industrial, y que es característica para cada acero

La implementación del proceso termomecánico, diseñado para eliminar los postratamientos térmicos, influye directamente en el acero debido al impacto de los fenómenos metalúrgicos que ocurren durante el proceso de laminación en caliente. Y que es al nivel de desarrollo en el que se encuentra el sector industrial, de poder entender los mecanismos y el efecto que se genera en aceros de alta aleación y resistencia [93].

2.3.5 Endurecimiento por precipitación en aceros microaleados.

El endurecimiento del acero es uno del mecanismo utilizado para favorecer la resistencia y la tenacidad de los aceros microaleados. Este mecanismo se promueve a partir de producir partículas precipitantes durante el proceso de fabricación del acero. El efecto positivo de incrementar la resistencia en el acero se da ya que estas particulares precipitantes dificultan el movimiento de las dislocaciones.

Durante el proceso de diseño y optimización de aceros de alta resistencia una de las formas de endurecer es a partir de promover la precipitación de partículas como lo son V (C, N), Nb (C, N), NbC, y TiC [94,95]. Estos cuentan con características específicas de solubilidad a alta temperatura. Y va a depender de los parámetros de proceso, tiempo, temperatura y deformación y el contenido en peso en la aleación, la característica de distribución, tamaño e interfaz que presenten en el acero. El contenido de nitrógeno y carbono disponibles en la austenita para la formación de dichas partículas determina si las partículas están compuestos complejos, carbonitruros en austenita o en ferrita. Diferentes investigadores han reportado el comportamiento de cada uno de estos precipitados en aceros microaleados, resaltando que el carburo de vanadio (VC) es el precipitado más soluble en aceros microaleados, por lo que solo precipita en la zona ferrítica, durante el enfriamiento [96,97]. El refinamiento de grano es uno de los mecanismos de endurecimiento logrado, ya que incrementa la resistencia y la elongación sin afectar la ductilidad en los aceros microaleados. Y se basa en la relación de Hall-Petch, y que se describe en la Ecuación 5 [98, 99]:

Hall- Petch.

Ecuación 5.

$$\sigma_0 = \sigma_t + k_0 \cdot d^{-\frac{1}{2}}$$

Dónde, σ_0 es el límite elástico, σ_t el límite elástico en un solo cristal, k_0 el factor de Hall-Petch, que representa la constante del efecto de bloqueo de los límites de grano durante el movimiento de dislocaciones en estado inicial durante la deformación plástica, y d tamaño de grano. En la Figura 2.10 se muestra el efecto del tamaño de grano en las propiedades de un acero microaleado [99,100].

Siendo que la precipitación que promueve el refinamiento de grano en aceros microaleados se puede dar en los siguientes casos:

- i) Partículas pequeñas que no disolvieron y que por ende fijan los límites de grano de la austenita durante el proceso de recalentamiento en el proceso termomecánico.

- ii) Partículas que, si se disolvieron durante la etapa de recalentamiento en el proceso termomecánico, pero que precipitan en austenita durante el proceso de deformación en caliente, provocando un retraso o inhibición del fenómeno de recristalización, y por ende el crecimiento del grano.
- iii) Partículas que precipitan después del proceso de deformación, durante el proceso de transformación de la austenita, que usualmente son precipitados de elementos como el titanio, el vanadio o el niobio.

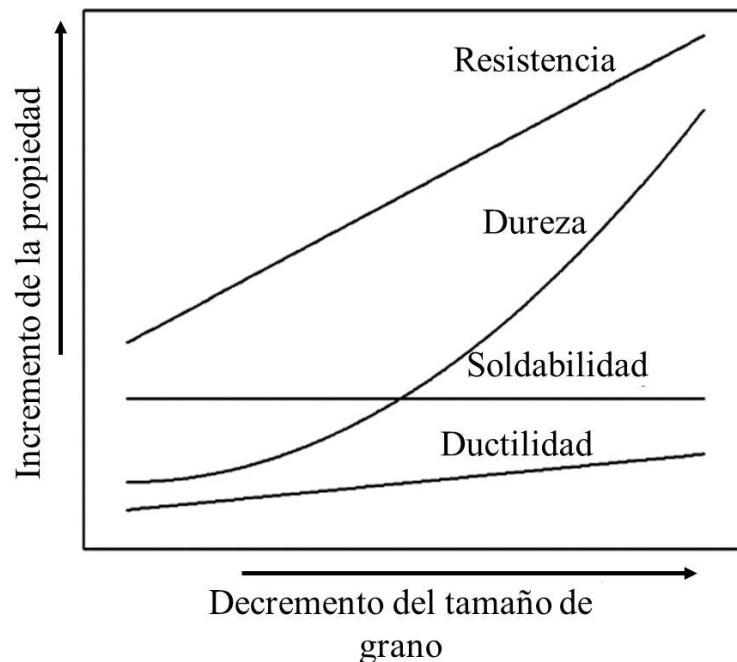


Figura 2. 10. Impacto del tamaño de grano en las propiedades de un acero microaleado [100].

Para el estudio del impacto de la precipitación en los aceros microaleados, se tiene en cuenta la relación que presenta el tamaño de grano, la fracción volumétrica y el tamaño del precipitado. Contribución realizada por los trabajos de *Zener* [101, 102] , que describen la inhibición del crecimiento de grano por la presencia de las partículas de segunda fase y que se ve reflejado en la estabilización del tamaño de grano a partir de la fracción de volumen y el tamaño de las partículas precipitantes.

Así como se estudia el efecto positivo de la formación de partículas que favorezcan la resistencia y la elongación en los aceros microaleados, también se tiene el estudio de

fenómenos de la cinética de precipitación [91]. Y que prácticamente se centra en estudiar el crecimiento de precipitados con fracción volumétrica constante y que dejan de tener utilidad para el endurecimiento del acero. A este fenómeno de crecimiento se le conoce como crecimiento selectivo de partículas de segunda fase, que pueden ser las partículas que por naturaleza se encuentran con tamaño más significativo que otras, aun siendo de la misma fase en la matriz del acero [103]. Un ejemplo de este tipo de partículas que resisten el crecimiento de partículas debido a su estabilidad termodinámica y baja solubilidad a alta temperatura, es el nitruro de titanio (TiN), que genera una fijación eficaz del límite de grano.

Para el estudio de los precipitados se tiene la consideración de tres principales parámetros que permiten su descripción [104].

- i) La fracción volumétrica de precipitado Fv , dada por la ecuación 6.
- ii) El tamaño del precipitado, radios de partícula \bar{r} .
- iii) La distancia entre cada una de las partículas, L

Fracción volumétrica de precipitación.

Ecuación 6.

$$L = 2\bar{r} \left(\frac{\pi}{4Fv} \right)^{1/2}$$

Y es que la composición química fija la fracción volumétrica de precipitación y por lo tanto la efectividad metalúrgica que estos presenten por la distribución y el tamaño que presenten en el acero.

2.3.5.1 Solubilidad de los elementos en adición en la composición química de un acero de alta resistencia.

Para el desarrollo de un acero microaleado es importante considerar el comportamiento que presenta cada uno de los elementos en la interacción con la temperatura y las variables durante el proceso termomecánico. Por lo que se deben identificar los productos de solubilidad, y los compuestos que pueden formarse para beneficio de la microestructura del material. Los aceros endurecidos bajo el mecanismo de endurecimiento tienen elementos como Ti, V, Mn, B, Nb, Mo, Si, etc., que pueden

formar compuestos por solución sólida o precipitación, según su capacidad de solubilidad en la aleación [106].

En la Figura 2.11 se puede apreciar las posibilidades que presenta cada elemento para la formación de los diferentes compuestos, que pueden ser de tipo nitruros, sulfuros, carbonitruros, carburos y óxidos.

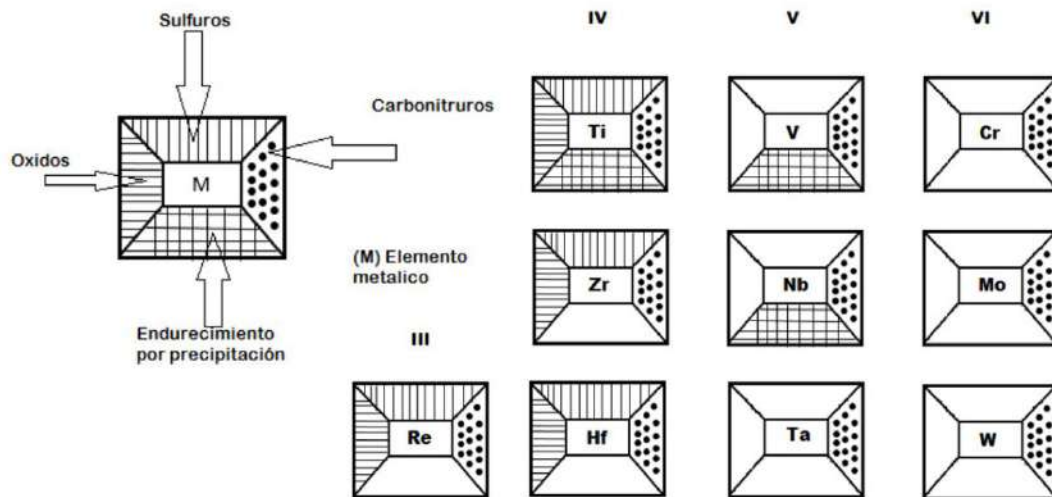


Figura 2. 11. Esquema representativo de los diferentes elementos y su capacidad para favorecer el endurecimiento por precipitación de un acero [99].

La solubilidad de estos compuestos está definida por el producto de solubilidad K_s , que es la inversa del constante en equilibrio y normalmente es expresada con la Ecuación 7 [99-102].

K_s - Producto de solubilidad.

Ecuación 7.

$$\log K_s = \log_{10}[M][X] = A - \frac{B}{T}$$

Donde K_s , es el producto de los elementos de microaleación [M] y el intersticial [X] que son carbono (C) o nitrógeno (N) en porcentaje en peso, A y B son constantes y T es la temperatura absoluta [105]. En el siguiente apartado, se presentan las ecuaciones para el producto de solubilidad en austenita para los diferentes precipitados que se pueden formar.

Las ecuaciones para el cálculo del producto de solubilidad de austenita para diferentes compuestos de interés en un acero microaleado son las siguientes [101-107]:

▪ **Carburos**

Carburo de Titanio TiC.

Ecuación 8.

$$\log Ti [C] = -\frac{7480}{T} + 3.21$$

Carburo de Niobio NbC.

Ecuación 9.

$$\log Nb [C] = -\frac{6770}{T} + 2.26$$

Carburo de Vanadio VC.

Ecuación 10.

$$\log V [C] = -\frac{9500}{T} + 6.72$$

▪ **Nitruros**

Nitruro de Titanio TiN.

Ecuación 11.

$$\log Ti [N] = -\frac{15790}{T} + 5.40$$

Nitruro de Niobio NbN.

Ecuación 12.

$$\log Nb [N] = -\frac{10150}{T} + 3.79$$

Nitruro de Vanadio VN.

Ecuación 13.

$$\log V [N] = -\frac{7700}{T} + 2.86$$

2.3.5.1.1 *Nitruros de niobio (NbN).*

En la búsqueda de incrementar el endurecimiento en el material, la adición de elementos como el niobio pueden generar carburos o nitruros como se mostró en la Figura 2.11. Ya que el niobio es un elemento que ha sido implementado como aditivo en la

composición química en los aceros, ya que favorece el aumento significativo de la resistencia de los aceros, así como también se utiliza como estabilizador, junto con el titanio para disminuir la cantidad de carbono libre en solución [108]. El K_s que presenta el NbN en austenita (γ) es de 1.17×10^{-3} a 1250°C , significando esto que en comparación del TiN , estos presentan una mayor solubilidad para las mismas temperaturas en austenita [95]. Por otro lado, el K_s del NbN en ferrita (α) es de 8.9×10^{-9} a 600°C aproximadamente, así que la solubilidad en ferrita es menor que la obtenida en austenita, favoreciendo la precipitación del NbN en ferrita (α) propiciando el refinamiento del grano [107-109].

2.3.5.1.2 Carburos de niobio (NbC).

En el caso del carbonitruro de (NbC) presenta solubilidad en austenita en rangos de temperatura de entre 900 y 1350°C . Siendo que el K_s en austenita para el NbC es de 1.7×10^{-2} a 1250°C . Para la solubilidad en ferrita K_s es de 1.6×10^{-6} propiciando la precipitación de estos carburos a 700°C . por lo que a partir de los datos del producto de solubilidad dado el NbC es más soluble en austenita (γ) que en ferrita (α) [110].

2.3.5.1.3 Carbonitruros.

Los carbonitruros se pueden encontrar como partículas de entre 1 a 2 nm de diámetro que favorecen el endurecimiento por precipitación. Se formaron durante la transición de la austenita a la ferrita. La nucleación para la precipitación de los carbonitruros depende de la saturación de la aleación, que se incrementa a bajas temperaturas por efectos de la energía de activación y los procesos de difusión [111]. Los carbonitruros de niobio son comúnmente utilizados para fijar los límites de grano de austenita. A bajas temperaturas, los carbonitruros que no alcanzaron a la disolución, se aprovechan para poder refinar el grano y poder retardar la recristalización, si es que se dispersan finamente.

En donde el *Nb*, ya sea precipitado como soluto o como compuestos *Nb* (*C*, *N*) se aprovecha para poder incrementar la resistencia del material. *Vervynckt* et al. Pudieron demostrar que los precipitados de *Nb* (*C*, *N*) que son inducidos por deformación en el proceso termomecánico, cuenta con un tamaño de 20 nm, lo que ocasiona que sean partículas completamente considerables para contribuir en el incremento de la resistencia a través del endurecimiento por precipitación [112, 113]. Por lo que hay que recalcar que los precipitados obtenidos a baja temperatura son de menor tamaño y contribuyen a aumentar la resistencia [114]. En la Figura 2.12 se muestra el comportamiento de los carbonitruros de *Ti* y *Nb* y el comportamiento del esfuerzo con respecto al porcentaje de elemento disuelto en la austenita.

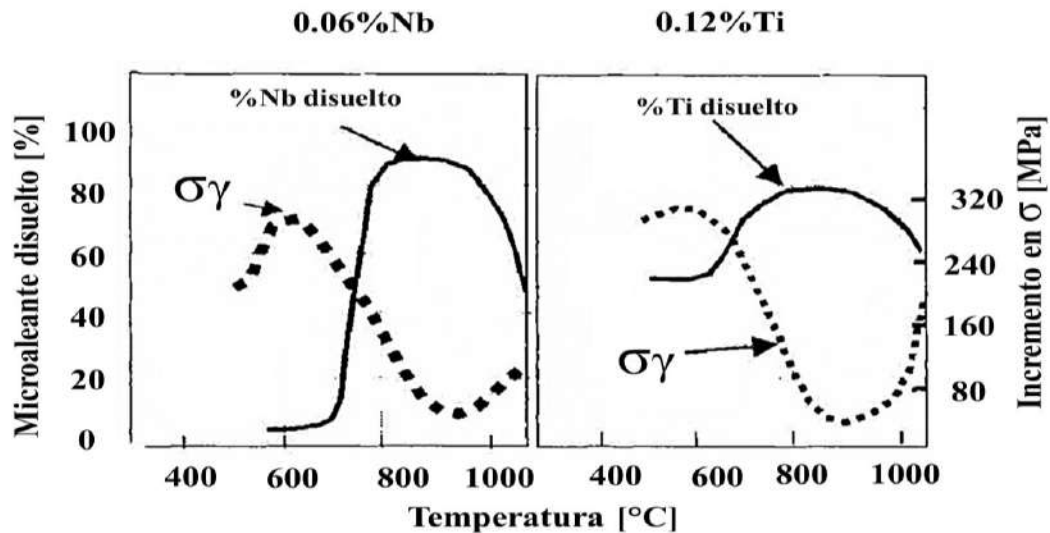


Figura 2. 12. Comportamiento de los carbonitruros de niobio y de titanio sobre las propiedades en un acero microaleado [101-105].

En el caso del niobio se tiene comprobado el impacto en la microestructura del acero, en el refinamiento de granos de la microestructura final, a partir de la precipitación de carbonitruros a alta temperatura. en la Figura 2.13 se muestra el comportamiento del *Ti*, *Nb*, *V*.

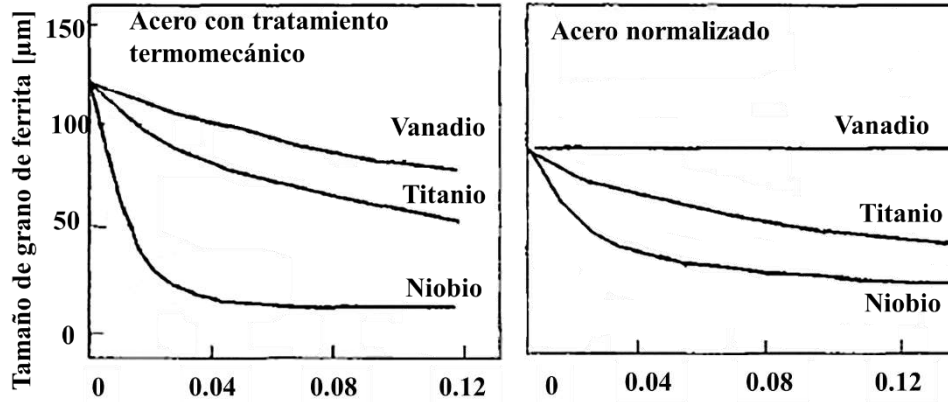


Figura 2. 13. Efecto de los precipitados de Ti, V, Nb en el refinamiento de grano en un acero microaleado [105].

2.3.6 *Precipitación inducida durante el proceso de laminación en caliente.*

Se ha venido discutiendo el beneficio de la precipitación de partículas en los aceros, y que va a depender de la característica de la aleación y las variables de proceso, para que se beneficien las propiedades finales del acero.

El fenómeno de precipitación se obtiene un sólido a partir de una disolución. En la que una disolución es la mezcla que resulta de una sustancia sólida en el líquido. Y que finalmente el precipitado es el sólido insoluble que se forma por una reacción en disolución, que es la reacción que ocurre en una solución líquida y al que se le llama precipitado [110, 111]. El endurecimiento del acero se puede obtener a partir de elementos que se encuentren en solución o formen partículas de segunda fase.

El endurecimiento por solución sólida se puede obtener a partir de aleaciones con carbono (*C*), manganeso (*Mn*), silicio (*Si*) y boro (*B*). Las partículas de segunda fase son partículas que se añaden como tipo impurezas en el acero, elementos como el titanio (*Ti*), vanadio (*V*), niobio (*Nb*), y aluminio (*Al*), que pueden presentarse en precipitados del tipo carburos, nitruros o carbonitruros. Durante el proceso termomecánico estos compuestos pueden presentarse en la zona austenítica, durante la transición de la austenita a la ferrita o directamente en la fase ferrítica, lo que dependerá de los productos de solubilidad, el tamaño de radio de cada elemento, el tiempo y la cantidad de cada elemento en aleación [112,115].

Durante el proceso termomecánico de aceros microaleados, se tienen mecanismos de endurecimiento y ablandamiento, que, por efecto de la temperatura, la deformación y la velocidad de deformación compiten entre sí, y estos son el mecanismo de endurecimiento y ablandamiento. Que en el caso del mecanismo de endurecimiento se busca que se presente antes del mecanismo de ablandamiento para poder favorecer la resistencia y la tenacidad a partir de la inhibición o retraso de la recrystalización. Donde primeramente se va a tener la precipitación en las zonas de alta energía, límites de grano austenítico, y posteriormente migraran hacia la zona de la matriz, de acuerdo con la cinética de precipitación característica de la aleación [116].

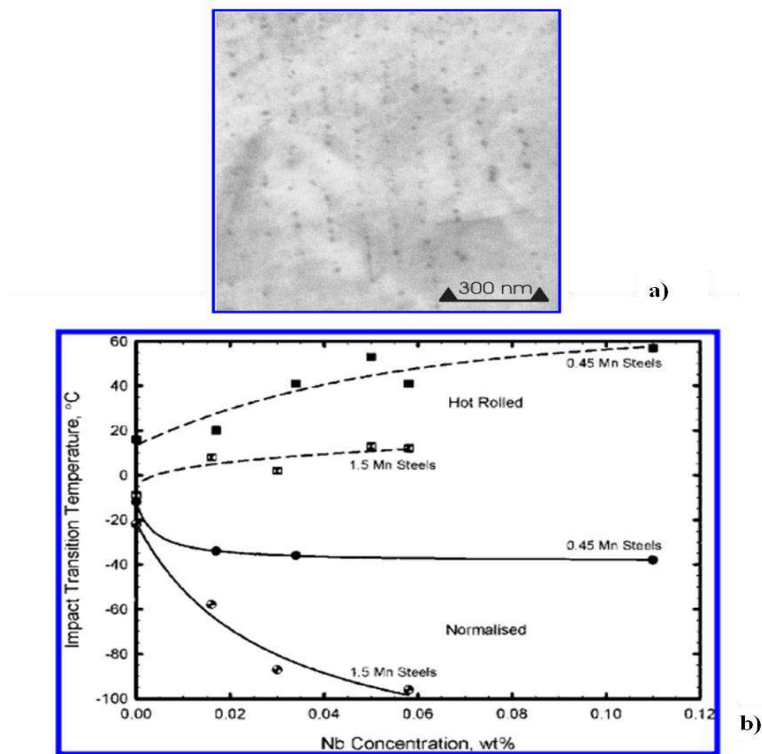


Figura 2. 14. a) Precipitados en forma de filamentos en una solución de niobio tratado. **b)** Efecto del niobio en la temperatura de transición de 20 J de aceros de laboratorio normalizados y laminados en caliente **M (Modificado)** [116].

Se ha reportado el efecto que se genera a partir de la precipitación de carbonitruros de niobio en la matriz del acero [115-116], durante un proceso de deformación en caliente, los cuales generan una interfaz con respecto a la matriz, como la mostrada en la Figura 2.14, que impacta directamente en las temperaturas críticas de transformación y el

fortalecimiento de la matriz por el efecto que genera en el refinamiento de grano de aceros microaleados.

Otros investigadores como *Okamoto R.*, *Borgenstam A.*, y *Agren J.* [117], reportaron que la interfaz de tipo no planar de carbonitruros de niobio generan un acomodo preferencial para favorecer la resistencia y la tenacidad del acero, como las mostradas en la Figura 2.15. Se ha reportan que el promover la formación de fases de tipo particionadas, que son la combinación de bainita y martensita por efectos del enfriamiento acelerado. En donde los precipitados se van a encontrar alojados en las lajas de martensita por la migración que se presenta a partir de la transformación característica de la martensita desde los límites de grano, como las microestructuras de la Figura 2.16.

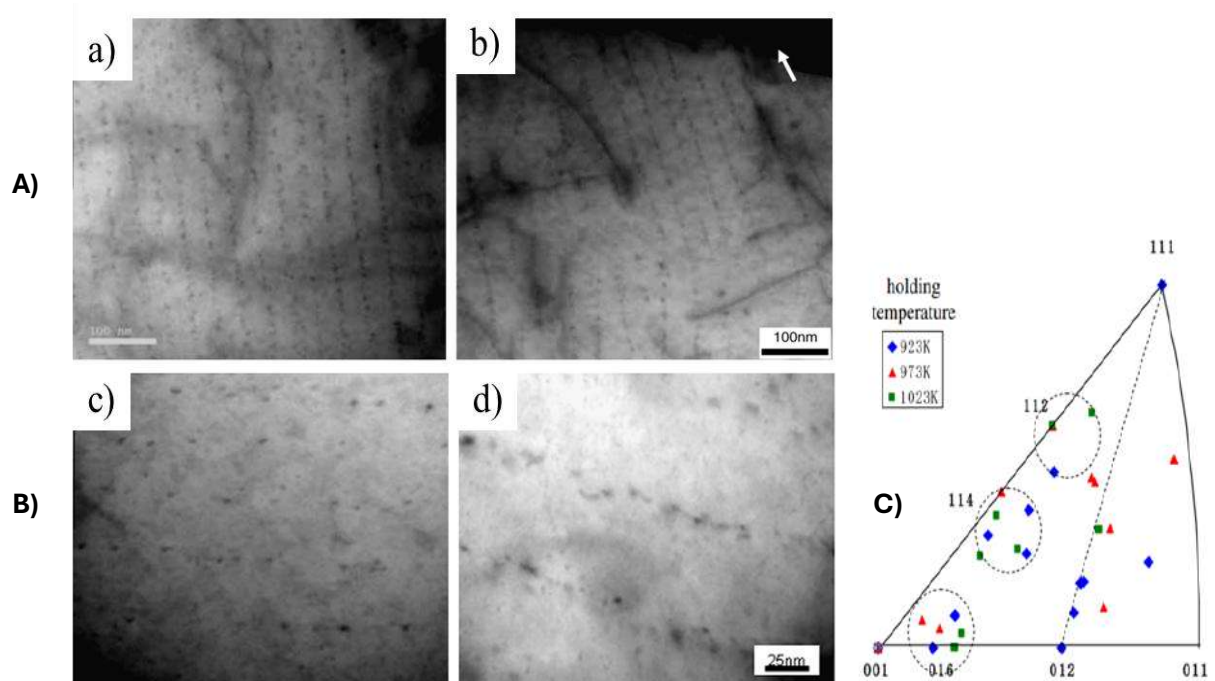


Figura 2. 15. Imágenes de campo claro en STEM de los carbonitruros de niobio (NbC) y la interfase; **A)** a) tipo planar a 923 K por 10 s, (b) no planar a 1023K por 10s. La flecha indica el límite de grano. **B)** Imagen de alta magnificación STEM de campo claro de la p precipitación interfase (a) A 923k por 10s, (b) A 1023K por 10s. **C)** Dirección sobre la normal de las placas de precipitados en fila en ferrita trazadas en la figura del polo inverso [117]. **(M) Modificado.**

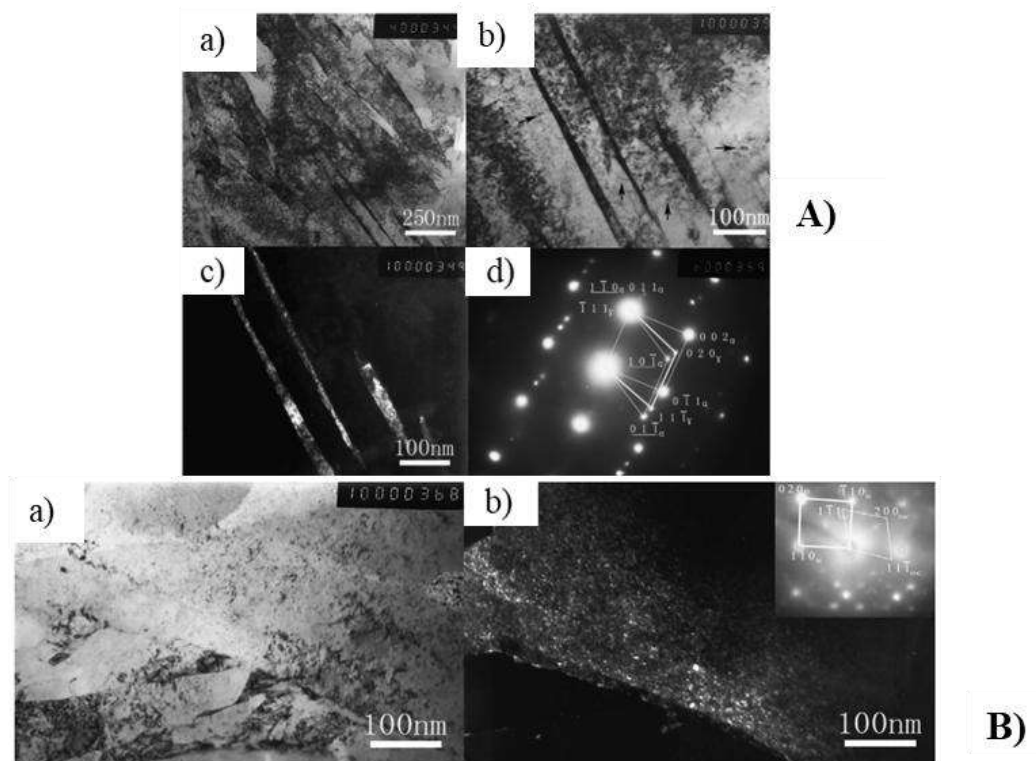


Figura 2. 16. A) Muestra templada y particionada a 40s: (a) Imagen de campo claro, (b) campo claro de la figura (a), mostrando la austenita retenida entrelazada. (c) Imagen central de campo oscuro de la austenita retenida, $g = (020)$, y (d) Patrón de difracción de área selecta de (b). **B)** Carburos de niobio precipitados en la matriz martensítica de la muestra templada- particionada por 40s: (a) Campo claro, (b) Campo oscuro con el patrón de difracción de área selecta insertado [118]. **M (Modificado).**

La precipitación inducida por deformación de partículas como los son los carbonitruros de niobio y vanadio ($V-Nb C, N$) y los nitruros de aluminio (AlN), se obtiene a partir de someter el acero a condiciones de deformación y velocidad de deformación (*strain rate*), y en rangos en los que la temperatura favorezca la precipitación. Que está en función a la capacidad de solubilidad y a la energía de activación que se en el acero. La precipitación que se presenta durante el proceso termomecánico bajo las condiciones de deformación y velocidad de deformación, es característica de ser una precipitación dinámica. Está precipitación, de acuerdo con diferentes autores se presenta de manera instantánea por efectos de la energía generada por efectos de la deformación y el acomodo de la matriz [118].

En aceros *API HSLA*, se tiene que en zona austenítica, los precipitados que comienzan a aparecer preferentemente en los límites de grano austenítico provocando zonas de nucleación para la formación de una zona adyacente a la zona de precipitación, que es conocida como zona libre de precipitados, y que por efecto de la deformación podría estar provocando la formación de una ferrita inducida por deformación. La ferrita se va a formar por encima de Ar_3 (temperatura crítica de transformación durante el enfriamiento) o a temperaturas en las que todavía se tiene la austenita en equilibrio [114]. Este fenómeno durante la deformación en caliente no es nada favorable para la obtención de aceros de alta resistencia por que provoca la aparición de microcavidades, lo que conduce a una descohesión de la interfaz que se genera entre precipitado en el límite de grano y la matriz, generado por las zonas “blandas” y la ferrita alotriomórfica [115-120] en los límites de grano. Este fenómeno es reconocido como la formación de capas delgadas de ferrita sobre los límites de grano austenítico en aceros microaleados, y la ferrita puede presentarse en capas de entre $5\mu\text{m}$ y $20\mu\text{m}$ [121].

En la Figura 2.17, se muestran ejemplos de la coalescencia intergranular por efecto de la formación de las zonas blandas por la precipitación localizada y la formación de la ferrita alotriomórfica por encima de Ar_3 [122-124]. En la figura se puede observar la evolución de la formación de coalescencia de microcavidades, en el inciso a) se presenta el ejemplo del inicio de la precipitación alojada en el límite de grano, que, por efectos de la cinética de precipitación, esos precipitados en el límite de grano crecen y empiezan a formar microcavidades (inciso b). En el caso del inciso c) se presenta el ejemplo de la formación de pequeñas colonias en el límite de grano, las cuales forman cavidades. En el inciso d) se presenta el ejemplo de la precipitación y la nucleación de una ferrita inducida por deformación, la cual es localizada en las zonas libres de precipitados en el límite de grano. La formación de precipitación en el límite de grano puede generar cavidades en las zonas de la ferrita y provocar la descohesión de la microestructura por la concentración de esfuerzos en el límite de grano, como se puede visualizar en los casos e) y f) de la Figura 2.17 [125-126].

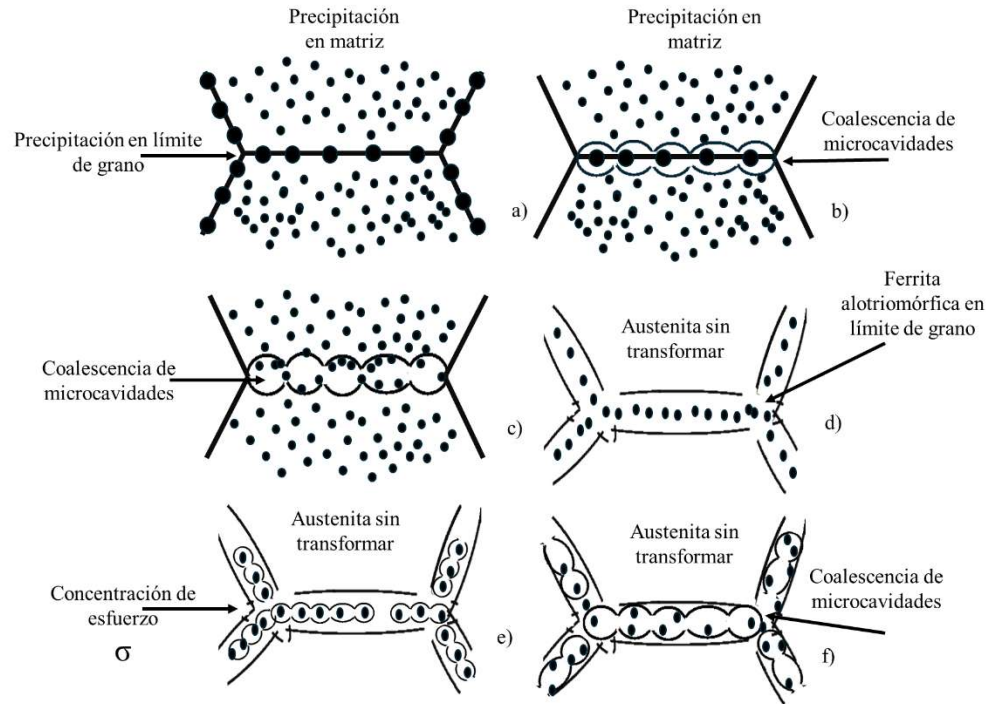


Figura 2. 17. Esquema representativo de diferentes condiciones en las que se presenta la precipitación en límite de grano y en la matriz en zona austenítica en un acero microaleado [118-126].

2.4 Cinética de precipitación: tiempo temperatura y precipitación (PTT).

En aceros microaleados se promueve la precipitación tanto en solución sólida, como inducida por deformación, para asegurar las propiedades mecánicas ligadas a la funcionalidad. En apartados anteriores se mencionó las características de la composición química y los elementos típicos a precipitar, *Ti*, *Nb*, *V*, son elementos con característica de precipitación a alta temperatura a excepción del vanadio que tiene la característica de precipitar en fase ferrítica. Además de que en la interacción que se presenta entre la recrystalización y la precipitación en el proceso de laminación en caliente, por efectos de la temperatura y la deformación, se tiene el efecto de la inhibición y retraso de la recrystalización, y que se puede evaluar el efecto en la microestructura antes y después de que se presente el fenómeno de precipitación [57-59]. Para ello es importante poder

determinar las curvas de cinética de precipitación conocidas como PTT (Precipitation, time, Temperature) por las siglas en ingles.

Las curvas PTT son curvas en formas de “C”, en donde el objetivo principal es visualizar la cinética de precipitación de una segunda fase. Siendo la energía de activación y la difusión los fenómenos que rigen la formación característica de tipos “C” de dichas curvas. Y es que la energía de activación propicia una fuerza motriz de carácter químico y la difusión que es a partir de un transporte de masa dado por movilidad atómica. Tiene que contemplarse que, entre más elementos de aleación en la composición del acero, se verá afectada la cinética de precipitación por la saturación de la aleación a alta temperatura y los mecanismos que oscilan al mismo tiempo que el mecanismo de endurecimiento durante el trabajo en caliente. Por la modificación que se tenga en la difusividad o en la actividad química en la aleación durante el procesamiento [62, 121].

Las curvas PTT, para estudiar la cinética de precipitación, constituyen la comparación de la energía de activación y los procesos difusivos del acero a diferentes temperaturas según la composición química [127, 128].

Un ejemplo de la construcción de las curvas *PTT* se muestran en la Figura 2.18, en la que se puede observar que, a temperaturas superiores, justo donde comienza la formación de la “C”, la precipitación es baja aun cuando se tiene una capacidad de difusividad potencial. Entre mayor es la temperatura, más cercano se está de los puntos de fusión de cada elemento potencial a generar precipitación (*Ti, V, Nb*), lo que genera la disolución de precipitado [129]. Que en cuanto disminuye la temperatura, se tiene un incremento en la fuerza motriz, porque se está pasando el límite de soluto, lo que podría decir que se tiene un grado de sobresaturación química. Finalmente, se tiene la zona en donde se presenta una falta de difusividad, por efecto de la disminución en la temperatura, lo que propicia que lentamente de genere la precipitación o simplemente que no suceda, aun cuando la aleación se encuentra supersaturada.

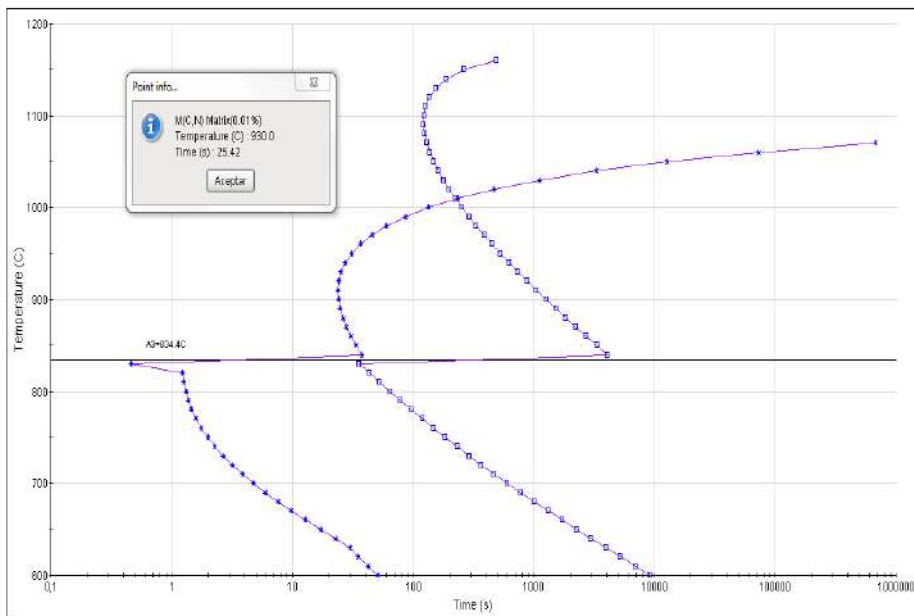


Figura 2. 18. Ejemplo de la curva representativa de un acero para estudio de la cinética de precipitación (curvas PTT) obtenidas con el simulador JMatPro ® V14 [133].

Tómese en cuenta que la forma característica de tipo “C” de las curvas *PTT*, depende de los elementos en la aleación, y que la nucleación y crecimiento de precipitados complejos, estará condicionado por la temperatura [130].

Para el análisis de la cinética de precipitación en la microestructura del acero, hay autores que proponen pruebas de compresión uniaxial, utilizando variables de proceso de laminación en caliente, para poder entender y replicar como es que se está presentado la precipitación en el proceso termomecánico [131-133]. Ya que pruebas termomecánicas en las que se tiene la deformación concurrente de tal forma que complica la identificación del inicio y el fin de la precipitación.

De las pruebas de compresión uniaxial, se utiliza la curva de ablandamiento, que representa la cinética de recristalización que está presentando el material, en las condiciones de deformación, velocidad de deformación y temperatura, exhibiendo el inicio y el fin de la precipitación en la microestructura del acero [134].

De tal forma que, al someter una probeta cilíndrica bajo fuerzas de compresión, en condiciones de deformación y velocidad de deformación, se provoca el proceso de

someter al material a un proceso de “relajación” a tiempos significativos, que evidenciara el inicio y el fin de la precipitación en la curva de ablandamiento [56, 58, 132].

El indicador del inicio y el fin de precipitación se marca a partir de la formación de una “meseta” como la que se muestra en la Figura 2.19, en la que se identifica la pérdida de la linealidad, con respecto a la pendiente del ablandamiento, marcándose como punto de inicio de precipitación (P_s), hasta donde se alcanza el máximo de esfuerzo, el fin de la precipitación (P_f) [125].

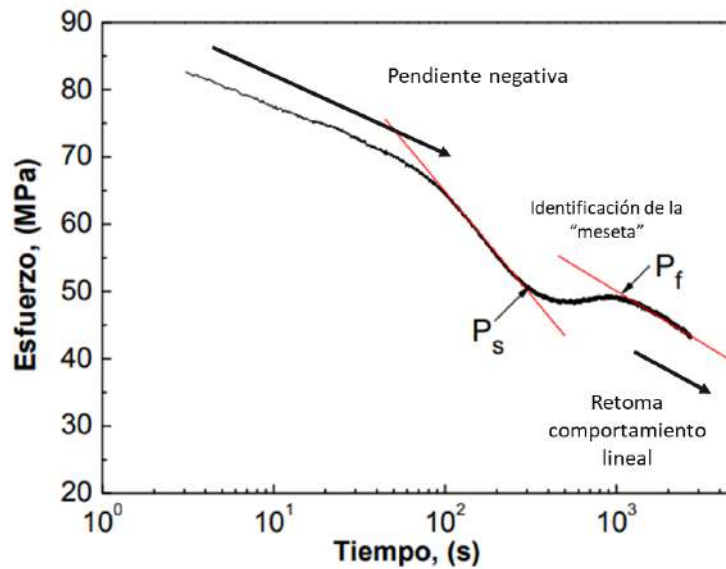


Figura 2. 19. Esquema representativo del análisis de la curva de relajación obtenida por la prueba de compresión en caliente [58, 63].

Con los que se obtienen valores de tiempo y temperatura para construir las curvas de cinética de precipitación. Debe mencionarse que las curvas de cinética de precipitación están influenciadas por diferentes factores para la formación de las curvas de tipo “C”.

En el esquema de la Figura 2.20, se muestran algunos de los factores que influyen en la construcción de las curvas de cinética de precipitación.

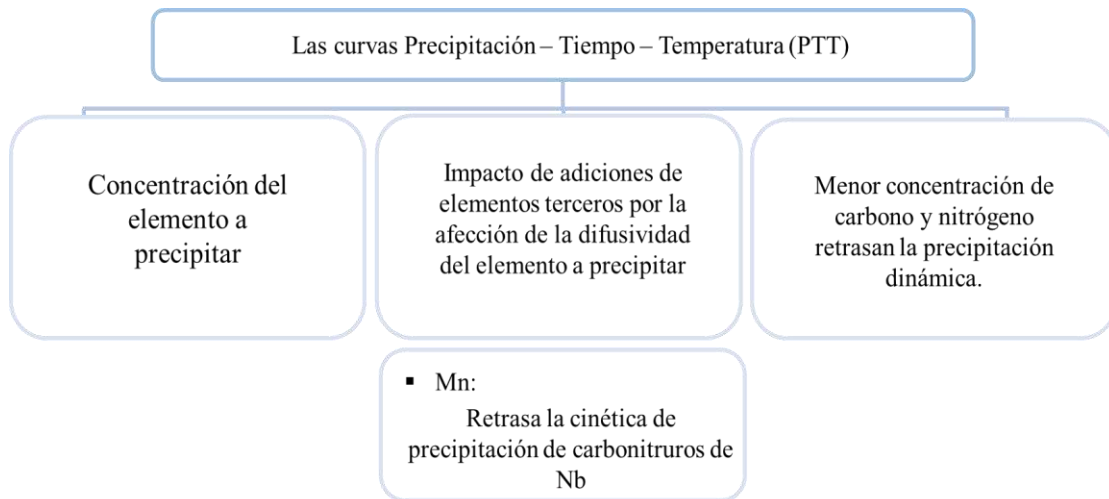


Figura 2. 20. Factores que influyen en la construcción de las curvas de cinética de precipitación.

En el trabajo en caliente se van a estar presentando fenómenos de ablandamiento y endurecimiento que, por la deformación durante el endurecimiento, el material genera dislocaciones, de tal forma que el material se satura, y genera una nueva estructura por efectos de la difusividad, formación de nuevos granos, en donde el material endurece y ablanda. Ocasionando la transición en la que se tiene un estado estable en la microestructura del material [128-133].

Por lo que dentro de la determinación de la cinética de precipitación de un acero microaleado, se considera el estudiar la interacción que se presenta entre los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento.

2.5 Interacción entre la recristalización y la precipitación durante el proceso termomecánico (RPTT).

Para la evaluación de la precipitación en el proceso termomecánico se debe considerar que este mecanismo, se puede presentar en la fase austenita directamente, en la transición de la austenita a la ferrita, o directamente en la fase ferrítica. Presentándose como precipitación por solución sólida a alta temperatura, e inducida por deformación creando un control en el crecimiento del tamaño de grano por la precipitación alojada en los límites de grano. Durante el calentamiento de la aleación, se pueden obtener

compuestos complejos de entre 20 y 50 nm, por la reacción influenciada por la temperatura y los límites de solubilidad de cada elemento en la aleación [97, 126, 127].

Se ha demostrado que el Nb es el elemento con mayor impacto durante el trabajo en caliente de un material, generando el retraso en la recrystalización [128]. En la Figura 2. 21, se puede observar la influencia de los diferentes elementos en el retraso de la recrystalización.

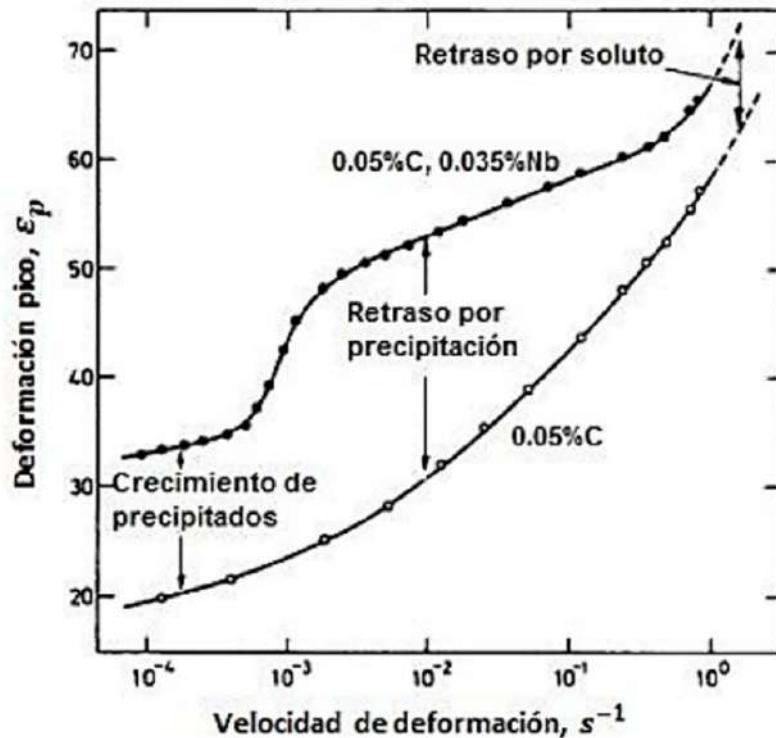


Figura 2. 21. Influencia de los elementos en solución sólida en el retraso de la recrystalización dinámica.

Así que la precipitación por solución sólida se basa en la capacidad de disolución de los elementos en la aleación del material y el nivel de endurecimiento de los precipitados depende de su tamaño y de su fracción volumétrica y de su distribución. En la deformación donde la precipitación se induce por deformación, los precipitados pueden ser de 5nm. El refinamiento de grano es implementado por el anclaje de los límites de grano, que es provocado por la precipitación generada durante el proceso termomecánico [135].

Algunas investigaciones han recalado que el endurecimiento máximo por precipitación se da cuando los carburos poseen un tamaño de entre 3-5 nm. En donde el nivel de endurecimiento depende de la coherencia que poseen los precipitados con respecto a la matriz [74,136].

Durante el proceso de trabajo en caliente se puede presentar una interacción ante los fenómenos de precipitación [137, 138].

- Interacción restauración precipitación
- Interacción de recristalización - precipitación
- Relación de orientación entre la matriz y los precipitados
- Interacción de las dislocaciones con los precipitados

Siendo de mayor relevancia para este caso de estudio, la interacción que presenta la recristalización y la precipitación, que se caracterizan por ser dinámicos, durante el proceso de deformación en caliente. Para así poder conocer la cinética en la que se presentan los fenómenos de endurecimiento y ablandamiento del material [139].

En la Figura 2.22 se muestra el efecto del proceso termomecánico en la microestructura del acero [135, 136]. Se puede observar las diferentes rutas de procesamiento para el trabajo de una microestructura de acuerdo con la necesidad del material. A continuación, se enlistan diferentes tipos del proceso del rolado en caliente de acuerdo con las características que aporta a la microestructura del acero [136-141].

- i) Proceso termomecánico controlado: proceso de rolado característico de controlar el fenómeno de ablandamiento, la recristalización durante el proceso de deformación, aplicado específicamente para aceros con estructuras bainíticas y martensíticas.
- ii) Proceso de laminación convencional controlado: este proceso es utilizado para aceros con microestructuras ferríticas o ferríticas – perlíticas.

Este proceso, la deformación consiste en llevar a cabo el desbastado del acero que se realiza a temperaturas en las que se favorece la deformación plástica y la precipitación de segundas fases (Compuesto metálico, **MX**) [67, 68], con el objetivo de limitar el crecimiento del grano austenítico recristalizado entre cada uno de los pases de laminación,

y con temperaturas de acabado por debajo de la temperatura de recrystalización, pero por encima de las temperaturas críticas de transformación, Ar_3 y Ar_1 [125]. Las microestructuras obtenidas para aceros con este proceso presentan bandas de deslizamiento y bandas de deformación en la austenita recrystalizada, promoviendo lugares para la nucleación para generar una microestructura de grano fino durante el enfriamiento.

- iii) Laminación en dos fases: proceso de laminación empleado como modificación del proceso de laminación convencional controlado.
- iv) Proceso de laminación controlado por recrystalización dinámica:
- v) Proceso convencional de rolado + enfriamiento acelerado:

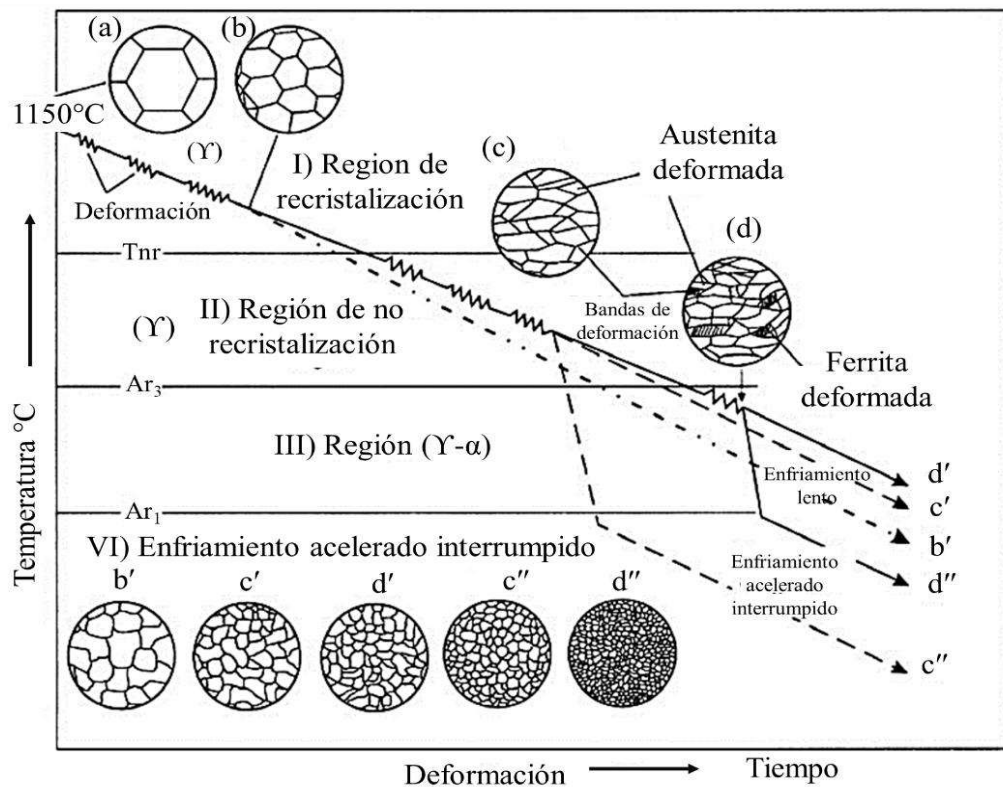


Figura 2. 22. Efecto del control del proceso de laminación en caliente en la microestructura de un acero microaleado con bajo contenido de carbono [101, 142].

2.6 Mecanismo de precipitación en un acero microaleado de alta resistencia.

Del estudio del retraso de la recrystalización por efecto de la precipitación, se tiene el estudio de la fracción volumétrica, la interfaz e identificación de los precipitados que actúan como anclaje en los límites de grano austenítico deformado en el proceso termomecánico. El primer intento de tratar el efecto retardante de partículas de segundas fases en la migración de los límites de grano fue desarrollado por *Zener* [143]. El indicó que cuando las partículas presentes en el límite de grano vecino, la energía efectiva del límite de grano debería ser menor. La reducción en la energía del límite de grano ocurre debido a que el área de la superficie de la segunda fase podría estar remplazando parte del límite de grano, por lo que el movimiento de un límite de grano, lejos de las partículas requiere mayor trabajo proporcional al incremento del área superficial efectiva en el límite de grano.

Anteriormente se presentó que la fracción volumétrica de precipitación en función del tamaño y la distancia de distribución, en la Ecuación 6, da apertura para modelos postulados de como los precipitados de los elementos microaleantes retrasan o suprimen la recrystalización de la austenita. De tal forma que se respaldó la evidencia de que los modelos no predecían el comportamiento de la fijación de los límites de grano y por tanto no mostraba un completo retraso en la recrystalización, a partir de la validación con técnicas de microscopía de alta resolución [144].

Lo que permitió que se siguiera en investigación de tal forma que se estableció que la alta fracción de volumen de precipitados pudieran estar presentes en la microestructura del acero. Y que el alto número de precipitados nanométricos con una disminución de espacio entre cada partícula podría conducir a una alta fuerza de fijación de límites de grano [143-145].

De estos trabajos, se abrieron investigación de las que surgieron hipótesis de que probablemente al tener una alta fracción de volumen de precipitado podría estarse concentrando en la migración de la subestructura de los granos vecinos. Lo que permitió la discusión y la presentación de nuevas investigaciones ya que los modelos de la fuerza de anclaje asumen una distribución de partículas uniforme entre la matriz y los límites de subestructura del acero deformado [145]. De los que se plantearon los siguientes modelos

de precipitación en los aceros microaleados de acuerdo con los estudios realizados de la fuerza de anclaje y la fracción de volumen de precipitados.

2.6.1 Mecanismo de precipitación en austenita con distribución uniforme.

Para que se lleve a cabo el retraso o inhibición de la recrystalización en los aceros microaleados es necesario que se tenga una fuerza de anclaje considerable para poder evitar el crecimiento de los granos de austenita, y promover estructuras de grano fino.

En el caso del modelo de precipitación uniforme, se representa en el esquema de la Figura 2. 23, en donde presenta el ejemplo del límite de la subestructura de austenita a temperatura por debajo en el que inicia la precipitación. En donde inicialmente se tiene en solución los elementos formadores de precipitados, que para este caso es el carbono (C), nitrógeno (N), y niobio (Nb), que son característicos de precipitados de tipo carbonitrúro [58, 64, 121, 141, 145]. Que, a baja temperatura, y después de un tiempo durante la deformación en caliente, la precipitación de estos compuestos puede ocurrir. En donde si se considera que existe una distribución uniforme, la fracción de volumen de precipitados en la subestructura del límite de grano de austenita, podría ser igual a la fracción de volumen en toda la matriz del acero. Considerando que la precipitación en el límite de grano sería la ubicación más efectiva en el retraso de la recrystalización.

La Ecuación 14 representa el modelo de precipitación con distribución uniforme en un acero microaleado, en el que la fracción de volumen en la matriz es igual a la fracción de volumen precipitada en el límite de subgrano [146].

Fracción de volumen de precipitación en austenita con distribución uniforme [147-148].

Ecuación 14.

$$f_v^{Nb(C,N)} \text{ en el LSG} = f_v^{Nb(C,N)} \text{ en la matriz}$$

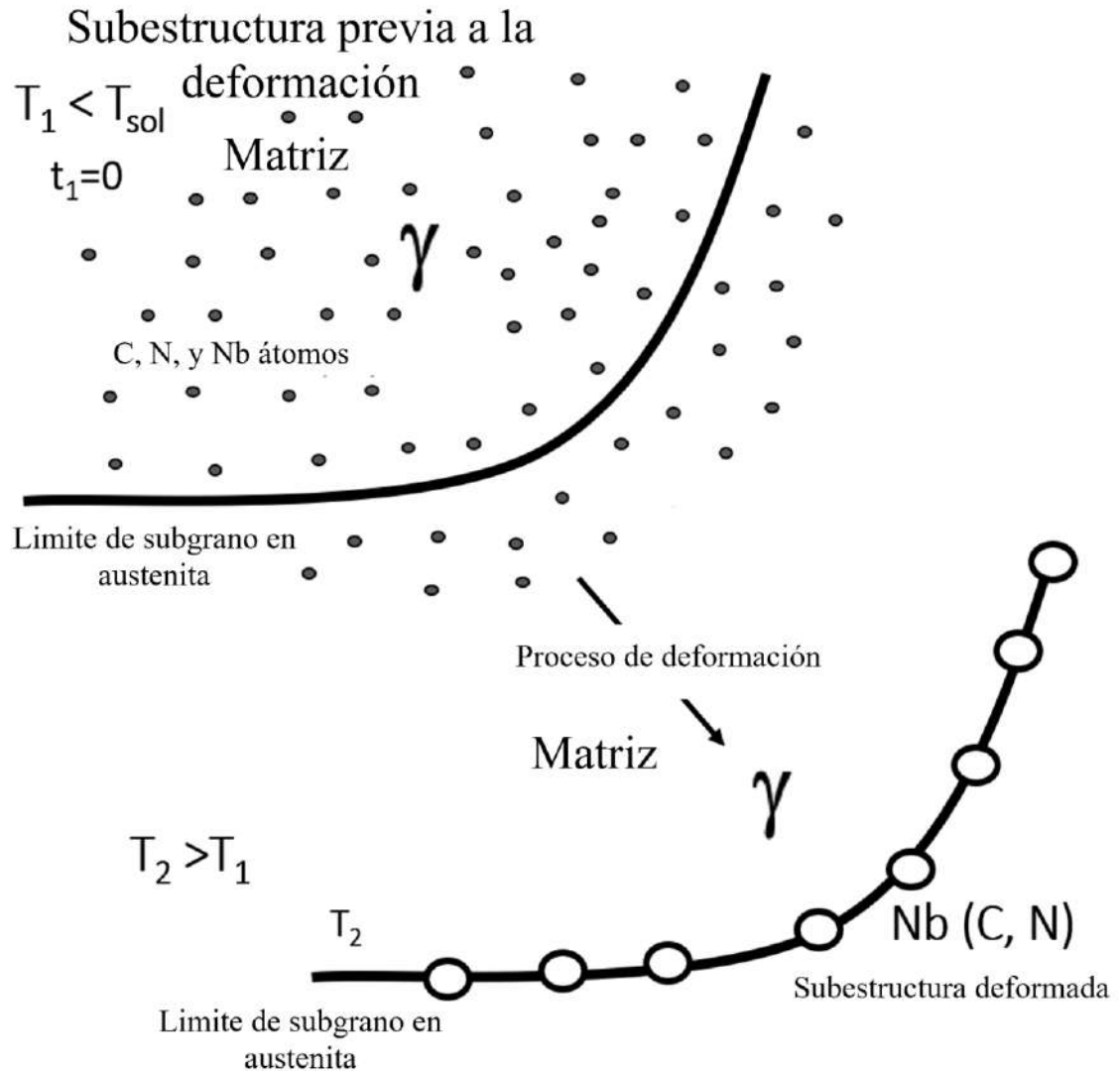


Figura 2. 23. Mecanismo de precipitación con distribución uniforme en austenita en la microestructura de un acero microaleado Nb [148].

2.6.2 Mecanismo de precipitación en austenita con distribución localizada.

De las hipótesis generadas del mecanismo de precipitación con distribución uniforme, diferentes investigadores presentaron en sus trabajos de estudio de la precipitación del carbonitruro de niobio $Nb(C, N)$, que la precipitación no se presenta de forma uniforme,

si no que la precipitación aparece una zona localizada, reconocida como la subestructura deformada de la austenita.

Se identificó un mayor volumen de partículas precipitadas en lo que parecía ser el límite del grano austenítico previo a la deformación, en las bandas de deformación, que en general es toda la subestructura del acero durante el proceso termomecánico [140-145]. Estas investigaciones generaron postulaciones que demostraron que, antes de que exista esa precipitación en los límites de grano austenítico previo a la deformación, se tiene la segregación de átomos de soluto hacia los límites de grano de la subestructura, y hacia las zonas de falta de homogeneidad. Provocando que una alta fracción de volumen de precipitados localizados podría producir un incremento en la fuerza de fijación que las que se habían postulado a partir de los modelos presentados por los autores, que asumían una uniformidad en inicial de soluto y de partículas precipitadas dentro de la subestructura austenítica deformada. En la Figura 4.24 se presenta el ejemplo de la segregación del soluto antes de la deformación y posteriormente la fracción volumétrica de precipitados después de la deformación preferencialmente localizadas en el límite de la subestructura.

Donde el mecanismo de precipitación con distribución localizada está representado por la Ecuación 15, en donde la fracción volumétrica de partículas precipitadas en el límite de grano es igual a la sumatoria de la fracción de los átomos de solutos segregados y la fracción de volumen de partículas precipitadas [147].

Fracción volumétrica de precipitación en austenita con distribución localizada [148].

Ecuación 15.

$$f_v^{Nb(C,N)} \text{ en el LSG} = f_v^{Nb(C,N)} \text{ en la matriz} + f_v^{Nb(C,N)} \text{ segregada}$$

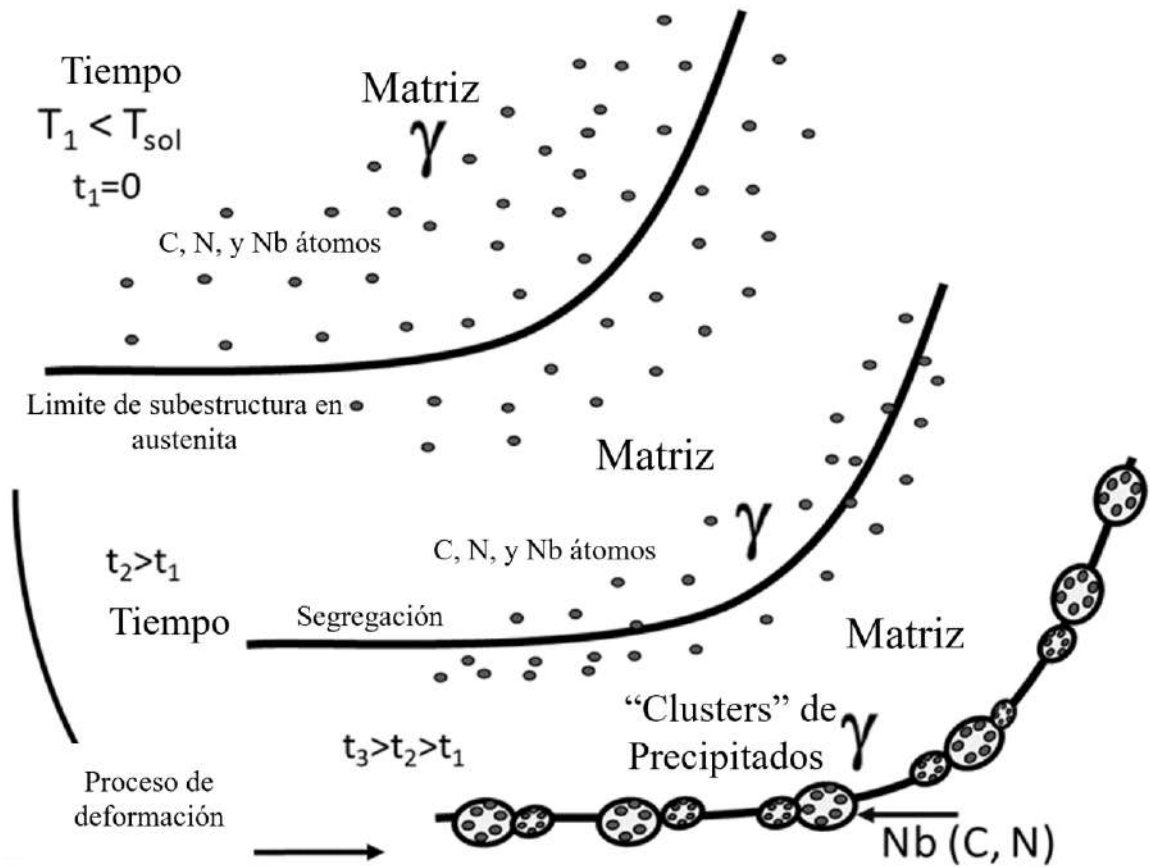


Figura 2. 24. Mecanismo de precipitación con distribución localizada en austenita en la microestructura de un acero microaleado Nb [148].

En función al enriquecimiento de la literatura, la exposición de la necesidad y el enfoque de la investigación, se realiza la metodología experimental para el cumplimiento de la investigación.

Capítulo III

Metodología Experimental

En este capítulo se exponen los materiales, los métodos y las pruebas aplicadas para el estudio de la precipitación y la recristalización durante el proceso termomecánico para un acero de alta aleación y resistencia.

En el esquema de la Figura 3.1 se presenta las etapas de análisis en las que se divide la experimentación de esta investigación.

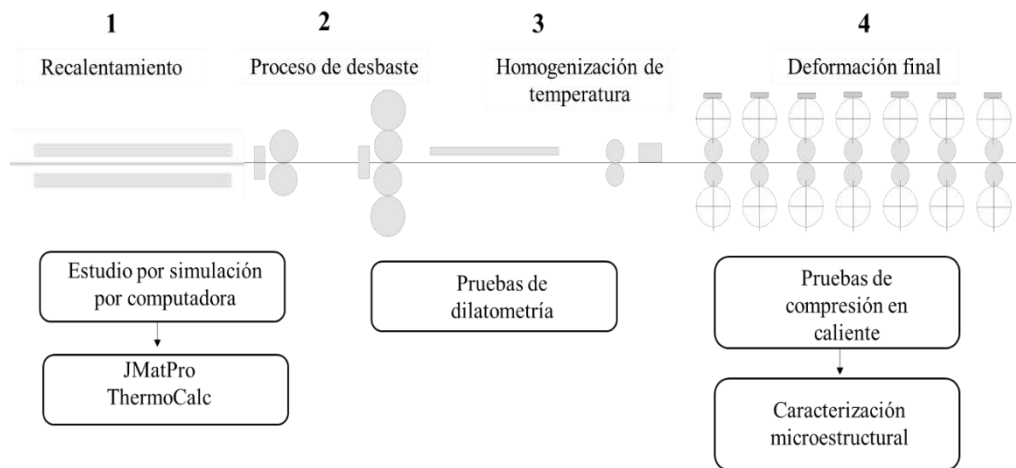


Figura 3. 1. Desglose experimental de la investigación.

3.1 Material experimental.

Para iniciar con el desarrollo de las pruebas experimentales para determinar el mecanismo de precipitación característico del acero de alta aleación y resistencia, se comenzó con la obtención del acero. El acero utilizado fue barra de transferencia, como la que se muestra en la Figura 3.2 a) y se obtuvo del proceso de laminación en caliente (Figura 3.2 b), y específicamente de la etapa antes del proceso de laminación final. La importancia de utilizar barra de transferencia y no lámina terminada, radica en las dimensiones de espesor, que van desde 60 a 65 milímetros de espesor, lo cual permite maquinarse y obtener probetas experimentales para estudiar el material.

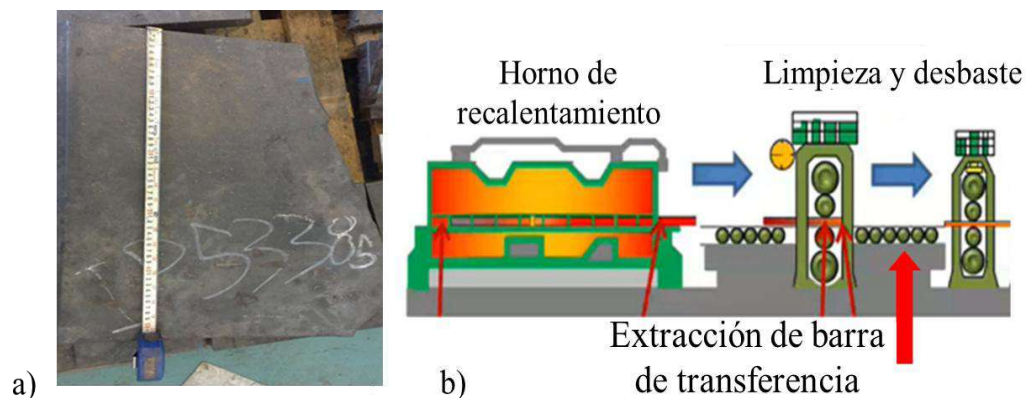


Figura 3. 2. a) Corte de barra de transferencia obtenida del proceso industrial para probetas experimentales. b) Etapa del proceso de donde se obtuvo el acero experimental.

3.2 Caracterización inicial del acero experimental.

Antes de comenzar con el desarrollo experimental para el estudio del acero de alta aleación y resistencia, se ejecutó la caracterización química y microestructural, para tener un punto de referencia en el estudio del acero experimental.

3.2.1 Análisis químico.

El análisis de la composición química del acero se efectuó mediante espectrometría de chispa, obteniendo resultados cuantitativos según la norma ASTM E415 Y E1009 [149,150]. En la Tabla 3.1 se expone el resultado químico semicuantitativo realizado al acero experimental API 5XL PSL2.

Tabla 3. 1. Composición química del acero experimental mediante espectrometría de chispa según la norma ASTM E415 y E1009 [149, 150].

C	Nb	Cr	P	Mn	Mo	Si	Ti	V
Wt% < 0.09	< 0.05	< 0.3	0.016	1.67	< 0.006	0.25	< 0.015	< 0.005

3.2.2 Evaluación microestructural

De la barra de transferencia obtenida del proceso industrial se sacaron metalografías para poder considerar la morfología y tamaño de grano obtenido del proceso termomecánico, para las características de referencia, antes y después del proceso experimental.

En la Figura 3.3 a), se muestra la micrografía en microscopio óptico, y en b), la imagen de MEB obtenidas por preparación metalográfica convencional del área central de la microestructura, en dirección longitudinal, revelada con Nital al 3%.

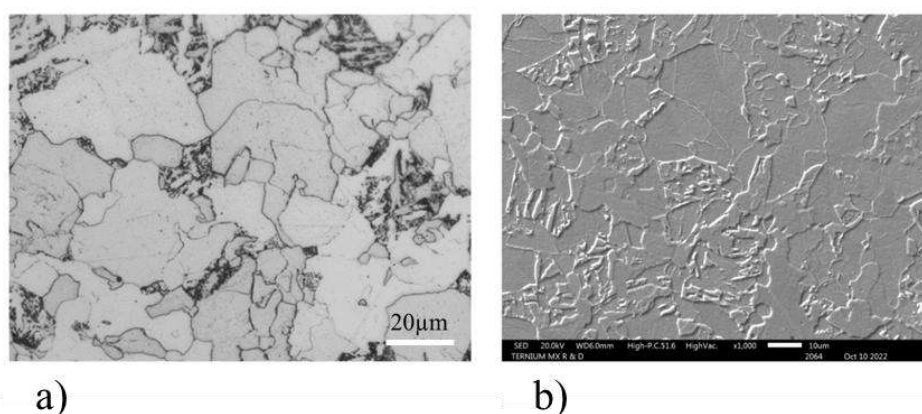


Figura 3. 3. a) Micrografía e b) Imagen de SEM de la muestra de barra de transferencia obtenida del proceso industrial atacada con Nital a un 3%.

3.3 Diseño de experimentos.

Para cumplir los objetivos de investigación planteados, se diseñó la metodología mostrada en el esquema de la Figura 3.4. El desglose experimental se planteó de forma que cada uno de los análisis y pruebas correspondieran a las etapas del proceso de laminación en caliente. Se comenzó con el análisis de la composición química a alta temperatura a partir de simulación por programa computacional, para estudio de la precipitación, y posteriormente las pruebas experimentales de dilatometría y compresión en caliente para la obtención de las temperaturas críticas de transformación y la cinética de precipitación del acero experimental. De la simulación por computadora, se planeó obtener las condiciones experimentales como son, temperatura de austenización ($T\gamma$), temperaturas críticas de transformación (Ac_1 y Ac_3), deformación (\mathcal{E}), velocidad de

deformación ($\dot{\epsilon}$) y tiempo (t), con las cuales se estarán desarrollando de pruebas de dilatometría y compresión en caliente.

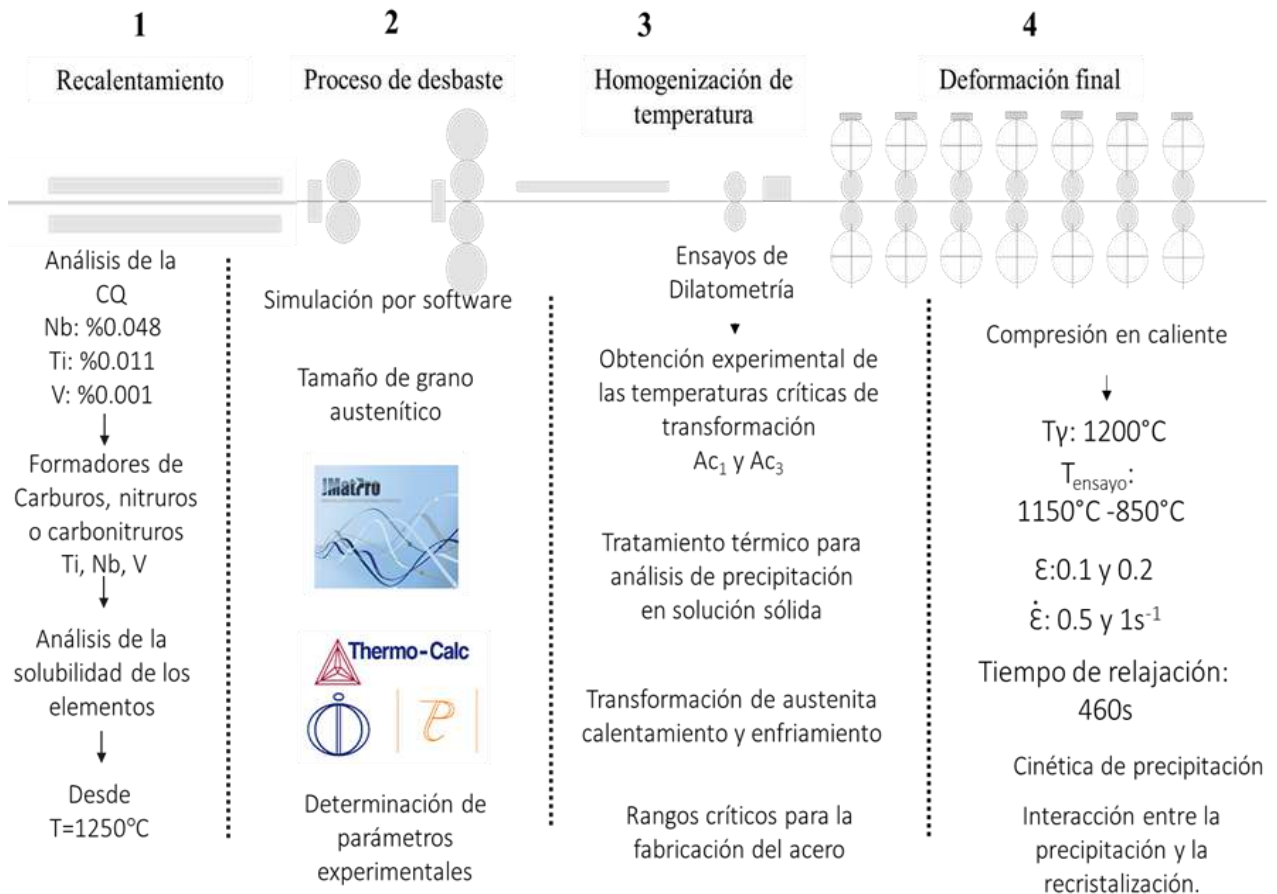


Figura 3. 4. Desglose experimental para análisis y pruebas para determinar el mecanismo de precipitación del acero experimental.

3.4 Preparación de probetas.

De acuerdo con la experimentación se maquinaron probetas de dilatometría y compresión de la barra de transferencia obtenida del proceso industrial.

En la Figura 3.5, se muestra el esquema de la geometría de la barra de transferencia de donde se obtuvieron dos tipos de probeta, que son correspondientes a la prueba de dilatometría y compresión en caliente. Se consideró la orientación longitudinal y

transversal del material para el maquinado de las probetas para efecto del estudio de la microestructura resultante del proceso de deformación en el termomecánico.

La especificación del maquinado de las probetas está en función a los requerimientos dictados por el equipo de prueba a utilizar, ya que la prueba de dilatometría se realizó con simulador termomecánico *Gleeble*. Y para las pruebas de compresión en caliente se utilizó el dilatómetro *Bahr modelo DIL 805 A/D*.

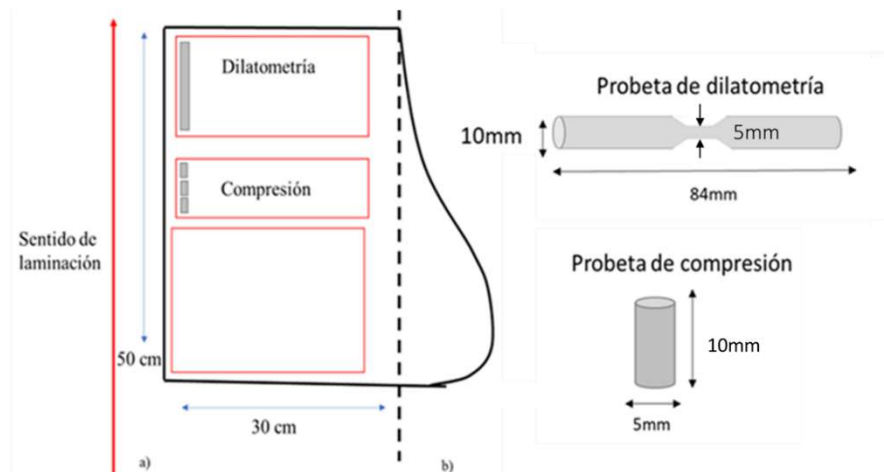


Figura 3. 5. Representación de, a) Barra de transferencia. b) Dimensiones de probetas de dilatometría y compresión.

3.5 Determinación del tamaño de grano austenítico previo.

3.5.1 Tratamiento térmico para obtener tamaño de grano previo.

Para el estudio de la composición química a alta temperatura a partir de simulación por computadora, fue necesario considerar diferentes parámetros de proceso como son temperatura, deformación, velocidad de deformación, composición química y las características microestructurales, como el tamaño de grano previo a la deformación.

Para la obtención del tamaño de grano previo se desarrolló el ciclo térmico de la Figura 3.6, en el que se varió el tiempo de estancia (t_s), a una temperatura de austenización (T_γ) para crecer el tamaño de grano austenítico previo a la deformación, (ciclo 1 y 2 para

grano austenítico barra de transferencia) y lamina acabada (ciclo 3 y 4 para grano austenítico en el acabador) característico del proceso industrial.

Finalmente se realizó el revelado de la microestructura por ataque químico (apartado 3.5.2) característico para el revelado de los límites de grano, y que es específico para muestras sometidas a un enfriamiento a temple.

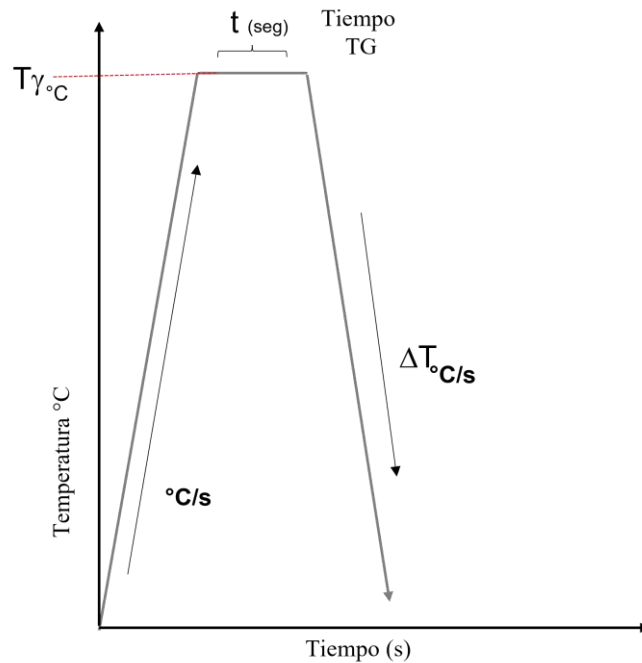


Figura 3. 6. Esquema de tratamiento térmico para la obtención de tamaño de grano austenítico previo.

3.5.2 Revelado de la microestructura por ataque químico.

Para el revelado de la microestructura por ataque químico se propuso una solución a base de ácido pícrico sobresaturado, por la característica que presenta de revelar el grano austenítico previo a la deformación en muestras templadas.

En el esquema de la Figura 3. 7 se muestra el proceso de obtención del ataque químico, siguiendo un proceso de calentamiento y envejecido de la solución de muestras con la superficie con acabado espejo. Para una solución de 100 ml, se coloca en el recipiente de vidrio la solución sobresaturada de ácido pícrico en agua destilada de tal forma que se tenga al 4%. Se agregan un 1 gramo de surfactante en los 100 mililitros de la solución al 4% de ácido pícrico para favorecer la humectación de la solución. Se somete

la solución a un calentamiento a una temperatura de entre 80 °C y 90 °C. Una vez que se alcance la temperatura, se incorpora lentamente el ácido clorhídrico y con ayuda de un agitador se asegura la incorporación del ácido en la solución. Para el proceso de envejecido de la solución se requiere colocar tres muestras de acero con las mismas características elementales con acabado espejo hasta que la solución cambie a un color ámbar. El tiempo de inmersión para el revelado del tamaño de grano austenítico va a depender de la composición química del material. Para este tipo de acero el tiempo de inmersión fue de entre 7 a 9 minutos.

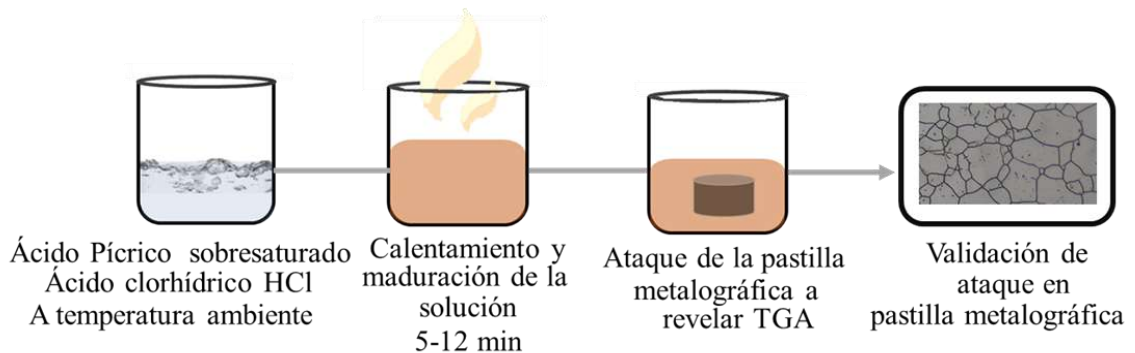


Figura 3. 7. Procedimiento para la preparación del reactivo para el revelado del grano austenítico previo del acero experimental.

Posterior al revelado de la microestructura es posible la medición del tamaño de grano previo a la deformación del acero experimental.

3.5.3 *Medición del tamaño de grano previo.*

Para la medición del tamaño de grano previo de las muestras con tratamiento térmico y sometidas a la solución de ácido clorhídrico y ácido pícrico, se utilizó la metodología a base de la rejilla patrón de la norma *ASTM E112* [151] como la mostrada en la Figura 3.8, utilizando la Ecuación 16. La rejilla se colocó sobre micrografías a 500X de magnificación de los ciclos para obtener los diferentes tamaños de granos previo, obtenido del ciclo térmico experimental aplicado.

$$G = 3.322 \log x N_A - 2.95$$

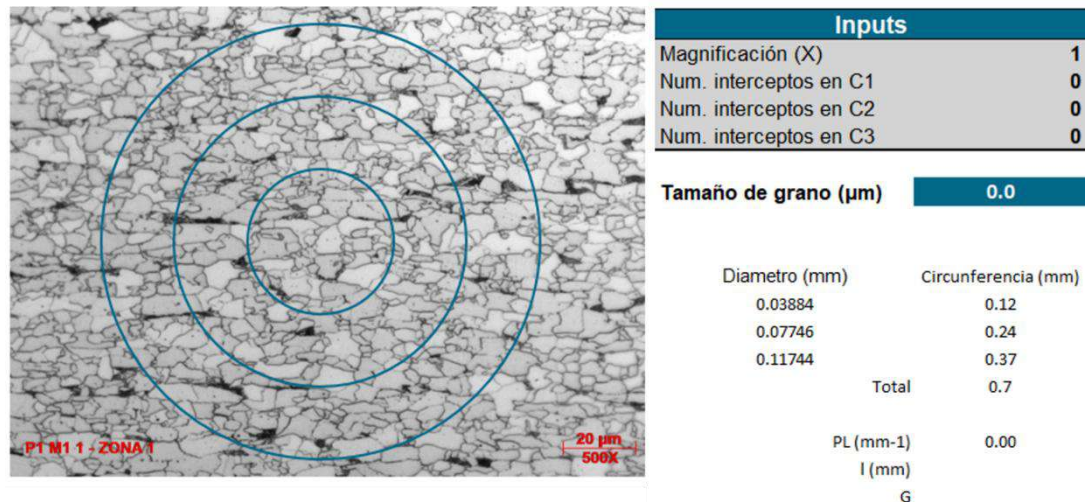


Figura 3. 8. Determinación del tamaño de grano por el método de rejilla patrón.

3.6 Simulación térmica.

Para analizar la composición a alta temperatura se incorporó el estudio por simulación por programa computacional utilizando JMatPro y ThermoCalc, que son herramientas que permiten determinar diagramas en equilibrio, analizar el fenómeno de retrodifusión, transformación de fases y precipitación (*TTT*, *CCT* y *PTT*) a partir de una temperatura de austenización, la característica del grano austenítico y la composición química de la aleación [4,5].

3.6.1 Simulación con programa computacional - JMatPro.

Para realizar las simulaciones en JMatPro versión 2017-a), se siguió el flujo de datos mostrados en la Figura 3.9, de tal forma que se pudiera tener la información de salida para identificar el comportamiento de la aleación a alta temperatura. Para estudiar los fenómenos dinámicamente, se consideraron las variables del proceso termomecánico, deformación, velocidad de deformación y tiempo. Se utilizaron los módulos *Step Calculation – porcentaje de fases precipitantes*, *Step Calculation – Porcentaje del*

elemento precipitantes y Precipitation PTT, para la determinación de la cinética de precipitación [152, 153].

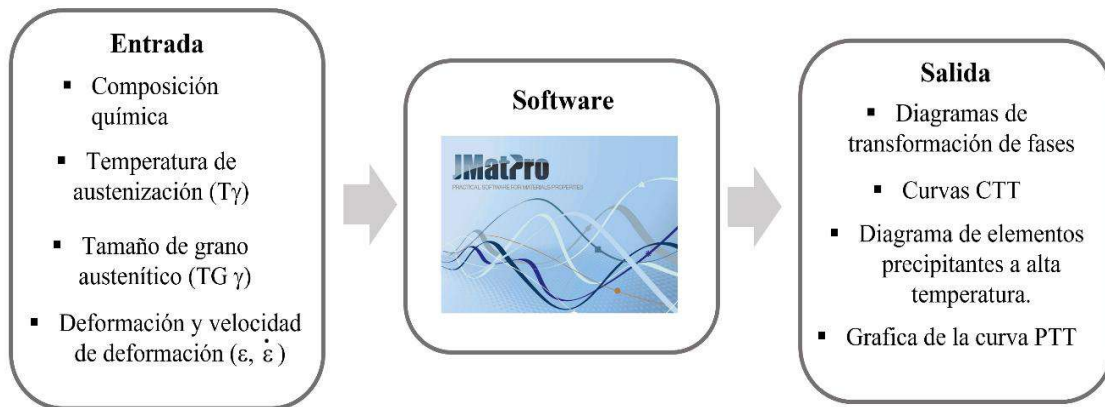


Figura 3. 9. Esquema del flujo de datos para realizar la simulación con el programa JMatPro.

Tomando como punto de referencia los resultados obtenidos por la simulación en JMatPro, se decidió validar los resultados con la simulación en ThermoCalc.

3.6.2 Simulación con programa computacional - ThermoCalc.

De los resultados obtenidos con JMatPro se establecieron temperaturas de análisis de entre 1200 °C y 1000 °C para poder estudiar la constitución del compuesto a alta temperatura y la cinética de precipitación por ThermoCalc. En el software ThermoCalc se utilizó el módulo *Diffusion Module (DICTRA)*, con la opción de *One Axis*, para la obtención de las fases precipitantes y la constitución elemental de estas. El módulo *TC-Prisma* y la base de datos para el cálculo de *cinética de precipitación (Mob2Fe/Fe alloy mobility)*, se utilizó para comprender el comportamiento del mecanismo de precipitación, contemplando tiempo de acuerdo con el proceso termomecánico industrial. En la Figura 3.10, se muestra el esquema representativo del flujo de datos para la configuración de entradas y salidas de información del software.

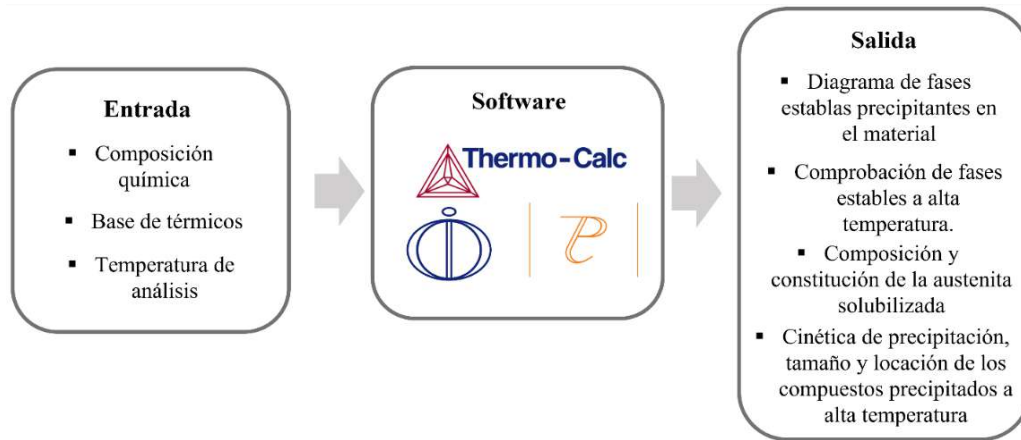


Figura 3. 10. Esquema del flujo de datos para realizar la simulación con el programa ThermoCalc [153].

3.7 Equipos utilizados para las pruebas experimentales.

3.7.1 Simulador termomecánico – Gleeble.

El simulador termomecánico *Gleeble*, fue el utilizado para obtener las temperaturas críticas de transformación del acero, durante el calentamiento y el enfriamiento del acero. La prueba de dilatometría en *Gleeble* consiste en someter una probeta con la especificación *Gleeble*, al calentamiento por resistencia directa, el cual permite una temperatura uniforme en toda el área de prueba de la probeta [143]. La probeta se encuentra entre dos mordazas de sujeción, las cuales son enfriadas por agua. Un ejemplo de la geometría de las probetas para *Gleeble* se muestra en la Figura 3.5 y la probeta experimental ensayada se muestra en la Figura 3.11.

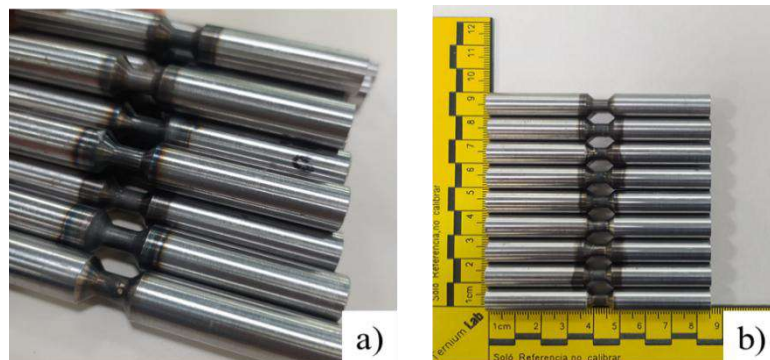


Figura 3. 11. Probetas ensayadas con la prueba de dilatometría en *Gleeble*. a) Vista general. b) Metrología de probetas.

3.7.1.1 Análisis dilatométrico.

La prueba de dilatometría consiste en evaluar el cambio dimensional, debido a la expansión lineal generado por el cambio de fase que presenta el acero durante el calentamiento y el enfriamiento. El módulo *Gleeble* utilizado fue (*Dilatometry/phase transformation*). La identificación de la expansión térmica de la probeta se logra a partir de utilizar un láser como punto de referencia durante la detección de la sombra que genera el calentamiento resultante impuesto por resistencia directa en el acero experimental. En la Figura 3.12 se muestra el ejemplo del posicionamiento central del láser sobre la superficie del material, en una posición inicial a cero. En el inciso a), se muestra el acomodo de la probeta entre las dos mordazas de sujeción, sobre la cual se alinea el láser para la medición el cambio dimensional de la probeta con respecto al calentamiento durante el tiempo del ensayo. En el inciso b), se muestra el monitor que indica el acomodo del láser sobre el esquema de la muestra, permitiendo el seguimiento de la medición durante toda la prueba.

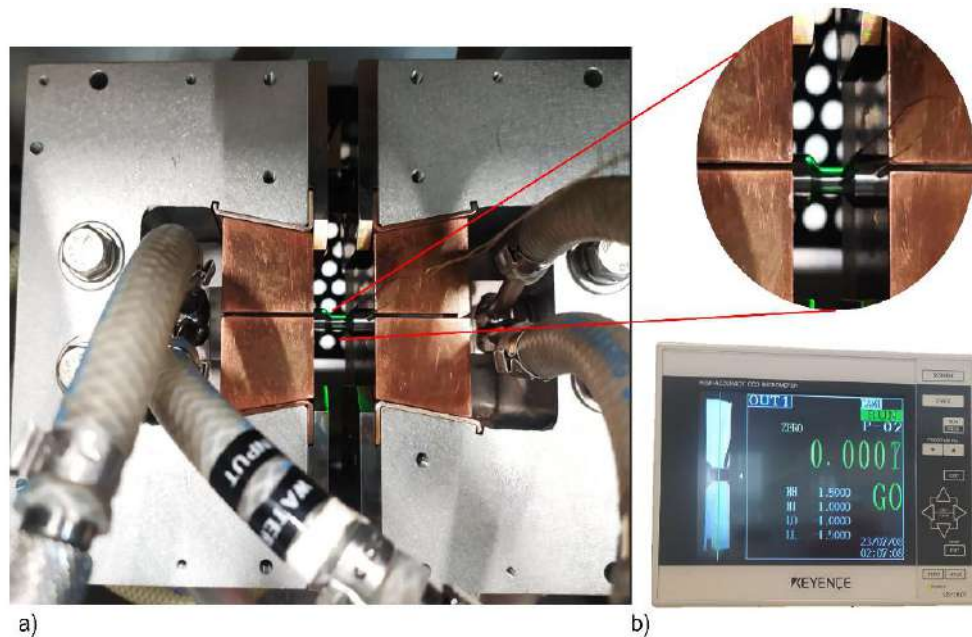


Figura 3. 12. Módulo de la prueba de dilatometría en Gleeble. a) Colocación de probeta de dilatometría antes del ensayo. b) Posición del láser para la toma de datos durante la prueba de dilatometría en Gleeble.

3.7.1.1.1 Determinación de las temperaturas críticas de transformación.

De las simulaciones de la transformación del comportamiento de la austenita, realizadas en JMatPro, se obtuvieron parámetros de temperatura indicativos de las temperaturas críticas de transformación obtenidas por simulación utilizando el módulo *Quench Properties* [152], como se muestra en la Figura 3.13. Las cuales se utilizaron para analizar experimentalmente el comportamiento del acero.

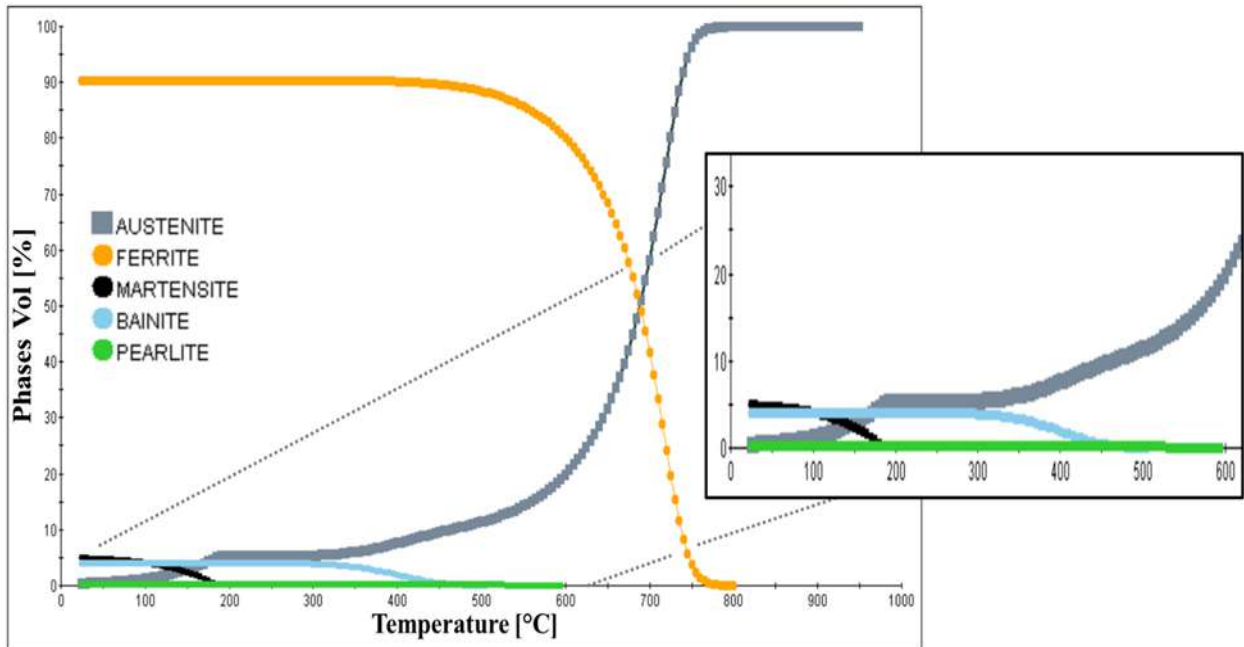


Figura 3. 13. Simulación para el estudio de la transformación de la aleación con el módulo *Quench Properties* del software JMatPro.

Las pruebas experimentales se realizaron bajo los parámetros mostrados en la Tabla 3.2, con el fin de identificar Ac_1 y Ac_3 durante el calentamiento, y Ar_1 y Ar_3 , utilizando el ciclo térmico mostrado en la Figura 3.14.

Tabla 3. 2. Parámetros para la prueba de dilatometría para determinación de Ac_1 y Ac_3 .

	Calentamiento °C/s	Temperatura (γ) (°C)	Tiempo (γ) (s)	Enfriamiento °C/s	Temperatura final (s)
$Ac_1 - Ac_3$	5-30	950	180	100	25

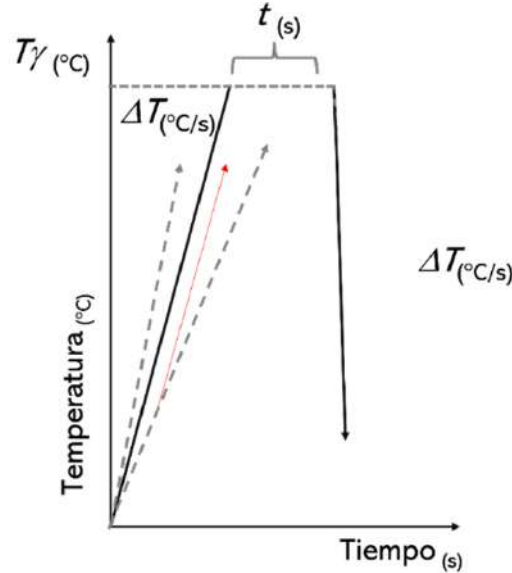


Figura 3. 14. Esquema del ciclo térmico experimental para la obtención de las temperaturas críticas de transformación del acero experimental.

Los resultados obtenidos de la prueba de dilatometría en Gleeble fueron graficados, utilizando la Ecuación 17, en donde se obtuvo la relación volumétrica contra la temperatura. Donde α es el coeficiente de dilatación térmica lineal, con unidades ($1/^\circ\text{C}$ - $1/^\circ\text{K}$) [154, 155].

Coeficiente dilatación lineal.

Ecuación 17.

$$\frac{\Delta T}{l_0} = \alpha \Delta T$$

Para obtener las temperaturas críticas de transformación se marcó el cambio en la pendiente, durante el calentamiento como en el enfriamiento, utilizando el método de análisis de linealidad en la recta. Para asignar los puntos en la recta se siguió la Ecuación 18, a partir de un punto inicial y uno final. Determinando que el primer cambio en la pendiente, durante el calentamiento, corresponde Ac_1 , y cuando la pendiente retoma la pendiente, corresponde al cambio de fase que está asociado a la temperatura Ac_3 . Durante el enfriamiento el primer cambio corresponde a Ar_3 y el segundo, cuando se retoma la pendiente corresponde a Ar_1 [156, 157].

$$m = \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$$

3.7.1.1.2 Formación y descomposición de la austenita.

De los resultados obtenidos con el enfriamiento a temple, se plantearon dos velocidades más, en el rango de 100°C/s a 30°C/s, para evaluar la influencia de la velocidad de calentamiento en la formación de la austenita, en las temperaturas Ar_1 y Ar_3 , en la descomposición de la austenita. En la Tabla 3.3, se muestra el desglose experimental a partir de un calentamiento de 10°C/s.

Tabla 3. 3. Parámetros para determinación de Ar_1 y Ar_3 .

	Calentamiento °C/s	Temperatura γ (°C)	Tiempo γ (s)	Enfriamiento °C/s	Temperatura final (°C)
Ar_1 y Ar_3	10°C/s	950	180	100 ~30	25

Las probetas se sometieron a la preparación metalográfica típica, con el corte transversal y un tiempo de inmersión en Nital al 3% de 15 segundos para identificar la microestructura resultante utilizando microscopía electrónica de barrido (**JSM-IT300 LV - SEM**).

3.7.1.1.3 Análisis de precipitación por tratamiento térmico.

En búsqueda de estudiar la precipitación sin deformación, se desarrollaron tratamientos térmicos basados en los resultados obtenidos por simulación con JMatPro y ThermoCalc (*cinética de precipitación (Mob2Fe/Fe alloy mobility)*), a un calentamiento de 10°C/s hasta una temperatura de austenización, en el rango de temperatura entre los 950 °C a 1200 °C, siguiendo el ciclo térmico mostrado en la Figura 3.15.

En la Tabla 3.4, se muestran las condiciones de análisis contemplando tiempos y temperaturas del proceso de laminación industrial.

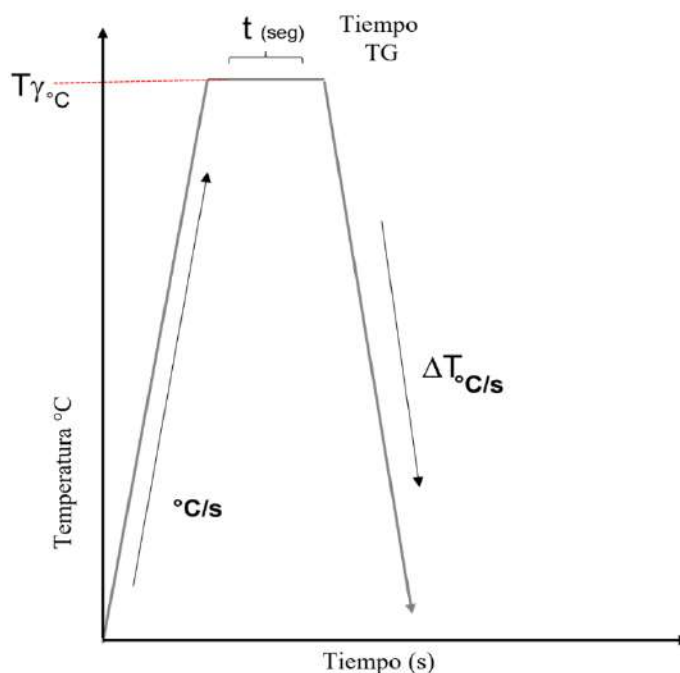


Figura 3. 15. Ciclo térmico experimental para el estudio de precipitación sin deformación que presenta el acero API 5XL PSL2.

Tabla 3. 4. Condiciones para estudio de precipitación con tratamiento térmico.

	Calentamiento (°C/s)	Temperatura (°C/s)	Tiempo (s)	Enfriamiento (°C/s)	
Inicio de precipitación	10	1000	200	temple	Límite de grano
Fin de precipitación	10	840	40	temple	Límite de grano- Matriz

El tiempo, la temperatura y el enfriamiento se plantearon de tal forma que se promovieran los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento, y se mantuviera la microestructura resultante en austenita. Para analizar la microestructura de las probetas se revelaron con Nital al 3% y solución Villela, y se realizaron mapeos en zonas con indicios de precipitación en el microscopio electrónico de barrido. Se obtuvieron imágenes con electrones secundarios y análisis de espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (IT-

300LV/EDS OCTANE PRO, 10 mm² - EDS), con el objetivo de identificar precipitación, y analizar, semicuantitativa mente, la química de los compuestos en la matriz del acero. Se obtuvieron resultados de *EDS* que mostraron pequeños indicios de compuestos de niobio (*Nb*), por lo que incorporó el análisis con el microscopio de campo frío, Hitachi 8020, que por su capacidad permitió evaluar detalladamente las zonas de precipitación.

3.7.2 Dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D.

Para obtener la cinética de precipitación y determinar el mecanismo de precipitación del acero experimental, se realizaron pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos utilizando el dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D ya que se tiene el control de temperatura, deformación, velocidad de deformación y enfriamiento. En la Figura 3.16 se muestra el dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D, para el cual se utilizan las probetas con dimensiones específicas mostradas en la Figura 3.5. En la Figura 3.17, se muestra la probeta experimental de compresión en caliente antes de ser ensayada. Las simulaciones se realizaron al vacío y con calentamiento inductivo, generando la deformación uniaxial, aplicado a muestras cilíndricas con dimensiones de 5 mm por 10 mm.

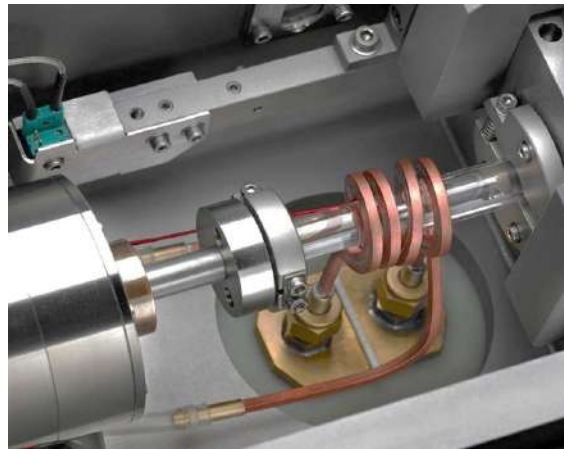


Figura 3. 16. Dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D para el estudio de la cinética de precipitación del acero experimental.

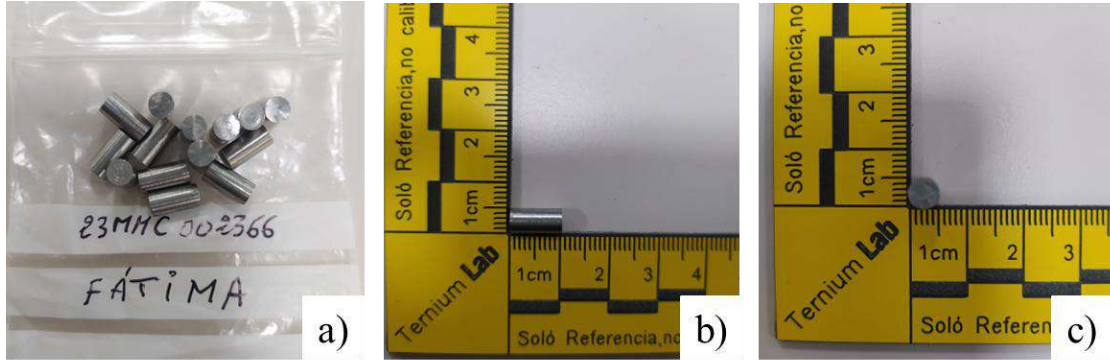


Figura 3. 17. a) Probeta experimental para dilatómetro Bahr modelo DIL 805 A/D. b) vista transversal. c) vista normal.

3.7.2.1 Ensayo de compresión em caliente con relajación de esfuerzos.

Para la determinación de la cinética de precipitación se buscó poder ensayar las probetas con las variables de deformación y velocidad de deformación asociadas al proceso industrial. Se comenzó con la obtención de la deformación para realizar las pruebas de compresión con relajación de esfuerzos. Las condiciones para obtener las curvas de esfuerzo-deformación, con la que se evaluó la fluencia del acero son las mostradas en la Tabla 3.5, utilizando velocidades de deformación de $0.5s^{-1}$ y $1s^{-1}$.

El ciclo térmico bajo el cual fueron ensayadas las probetas para la validación se muestra en la Figura 3.18.

Tabla 3. 5. Condiciones para curvas de esfuerzo deformación para validación de la deformación para pruebas de compresión con relajación de esfuerzos.

Temperatura γ (°C)	Calentamiento °C/s	Tiempo γ TGA (s)	Primer enfriamiento (°C/s)	Temperatura de ensayo (°C/s)	Enfriamiento °C/s
				1150	
				1100	
				1050	
1200	10°C/s	180	10	1000	100
				950	
				900	
				850	

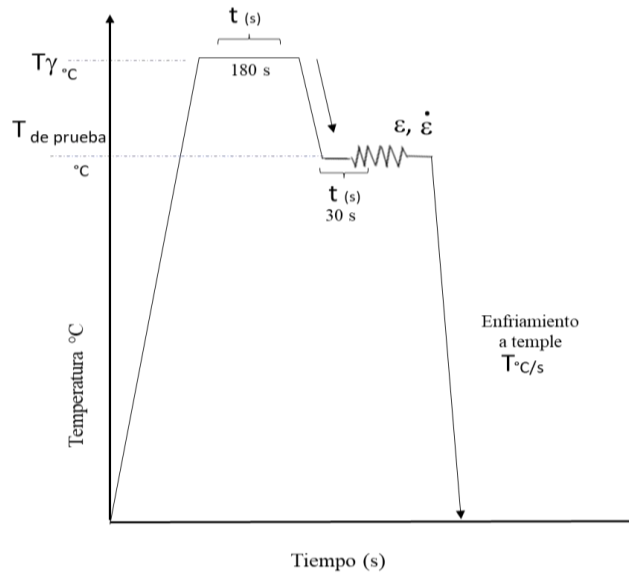


Figura 3. 18. Ciclo térmico para la validación de la deformación para las pruebas de compresión con relajación de esfuerzos del acero experimental.

Una vez realizados los ensayos de compresión en caliente, se utilizaron las curvas de fluencia para identificar los valores de esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ϵ_p), como se muestra en la Figura 3.19, y determinar si la deformación dada genera un estado estable en el acero.

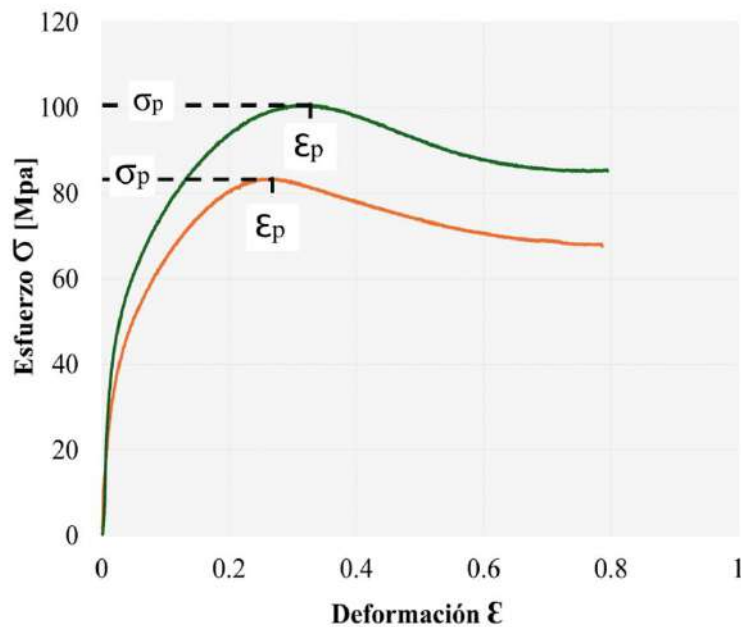


Figura 3. 19. Determinación de σ_p y ϵ_p , para el estudio y validación de los fenómenos metalúrgicos en el acero experimental.

Una vez identificada la deformación, se realizaron las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos utilizando el ciclo termomecánico como el mostrado en la Figura 3.20. Las muestras cilíndricas se sometieron a un calentamiento hasta una temperatura de austenización, para generar el tamaño de grano austenítico previo, y posteriormente se enfriaron a la temperatura de ensayo en la cual se llevó a cabo la deformación, bajo condiciones de deformación de 0.1 y 0.2 y velocidad de deformación que van de $0.5s^{-1}$ a $1s^{-1}$. Se asocio el tiempo de relajación de esfuerzos, al tiempo que toma el proceso de deformación en el proceso industrial.

El enfriamiento aplicado fue a temple, de tal forma que permitiera mantener las características microestructurales generadas por la temperatura, deformación y velocidad de deformación en la matriz del acero.

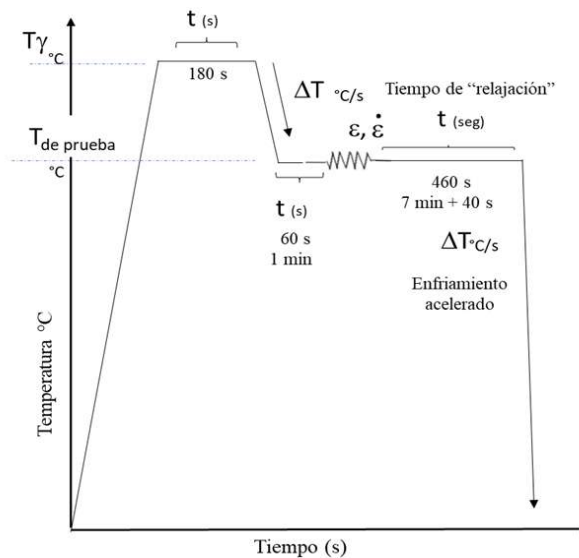


Figura 3. 20. Ciclo térmico aplicado a probetas de compresión en caliente para estudio de la precipitación del acero experimental.

En la Figura 3.21 se muestra un esquema representativo que sirve para entender el comportamiento del esfuerzo durante la prueba de compresión en caliente con relajación de esfuerzos [63,152], dónde durante la aplicación de las fuerzas de compresión se tiene una curva característica para el estudio de la fluencia del material, donde el tiempo considerado para la prueba son 460 segundos.

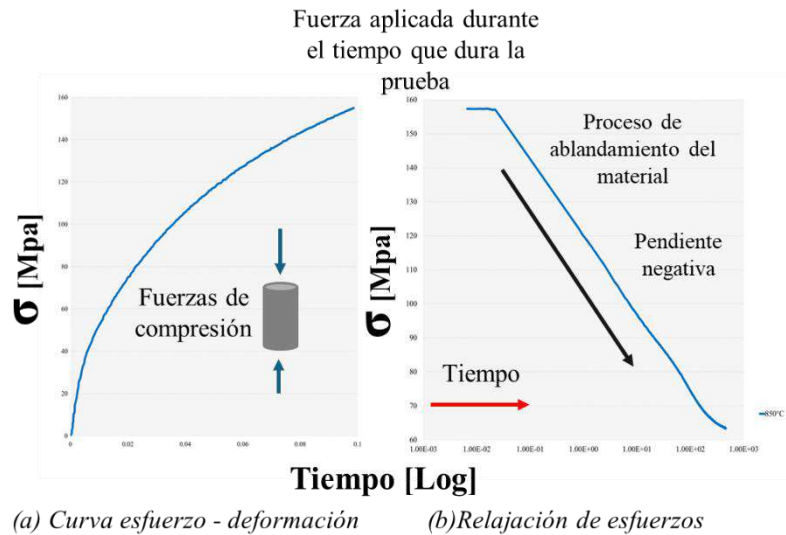


Figura 3. 21. Representación de (a) Curva esfuerzo - deformación del acero experimental; (b) Curva del proceso de relajación de esfuerzos durante la prueba de compresión en caliente del acero experimental.

Del proceso de relajación de esfuerzos se tiene una curva que es resultado del comportamiento que presenta la microestructura bajo el efecto de los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento, por efecto de la temperatura, deformación, velocidad de deformación y la composición química.

3.7.2.1.1 Construcción de diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT).

De las curvas de relajación de esfuerzos se reconoció la pendiente negativa generada, en la que se identificó el ablandamiento del acero y el tiempo de inicio (P_s) y fin (P_f) de precipitación. Lo que permitió identificar la interacción entre los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento en la matriz del acero.

Las curvas experimentales se analizaron como se muestra en la Figura 3.22, identificando la formación de la meseta que indica el inicio y fin de precipitación (Ps y Pf) durante la relajación de esfuerzos. La meseta se distingue cuando se tiene la pérdida de la linealidad en la pendiente del ablandamiento, al incrementar el esfuerzo y hasta que se retoma la pendiente [63,64,70,78]. Así se recopilaron los valores de esfuerzo, tiempo y temperatura para la construcción de las curvas PTT experimentales del acero.

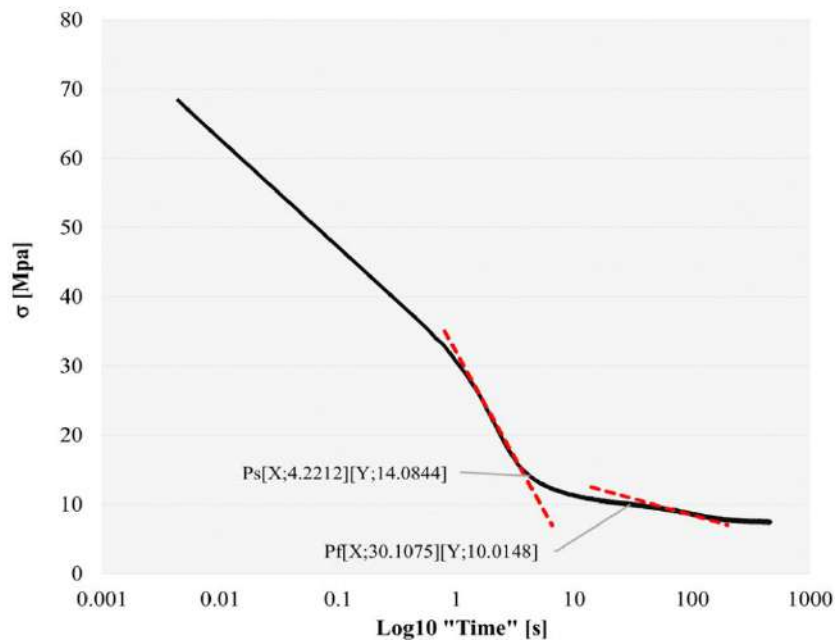


Figura 3.22. Curva de relajación de esfuerzos del acero experimental para identificar el inicio de la precipitación.

3.7.2.1.2 Análisis de la temperatura de no recristalización.

Para comprender el mecanismo de precipitación que se presenta durante el proceso de laminación en caliente, y la interacción que se presenta con el mecanismo de ablandamiento, se incorporó la metodología del cálculo del esfuerzo máximo para seguir deformando, Mean Flow Stress (*MFS*), por sus siglas en inglés.

El cálculo del *MFS* se realizó utilizando la Ecuación 19 y las curvas de esfuerzo - deformación para obtener el área bajo la curva que se genera del comportamiento mecánico del material, de donde se contempla la deformación inicial y la final durante el proceso de deformación. En el esquema de la Figura 3.23 se muestra el esquema que representa la obtención de valores para el cálculo del *MFS* para curva esfuerzo deformación, durante el proceso de deformación en caliente acumulada [158-162].

MFS – Esfuerzo necesario para seguir deformando en caliente.

Ecuación 19.

$$MFS = \frac{1}{\varepsilon_b - \varepsilon_a} \int_{\varepsilon_b}^{\varepsilon_a} \sigma d\varepsilon$$

En donde ε_b es la deformación inicial y ε_a es la deformación final por pasada y σ es la suma de tensiones por pasada.

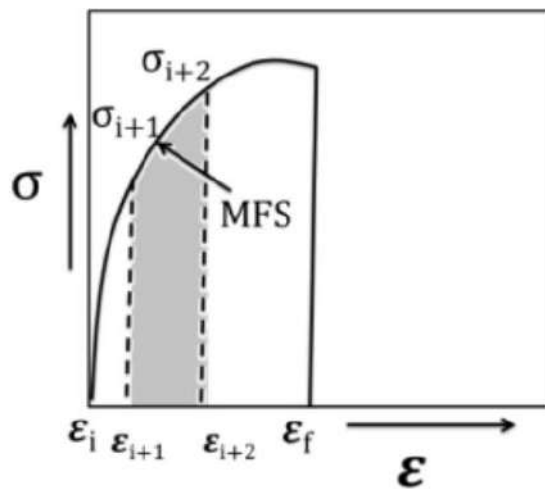


Figura 3. 23. Esquema representativo del cálculo del área bajo la curva para la obtención del MFS .

Se obtuvo la gráfica de MFS con respecto al inverso de la temperatura $1/T$, con la que identifica la temperatura de no recristalización en aceros microaleados y bajo condiciones de deformación acumulada., como la mostrada en la Figura 3.25, que es un ejemplo de la construcción de la pendiente que representa las temperaturas principales que identifican a las temperaturas críticas de transformación y la temperatura de no recristalización del acero. Utilizando el método de la pendiente se identificó que el primer cambio en la curva, de izquierda a derecha, es el cambio que identifica a la temperatura de no recristalización (T_{nr}), y el siguiente cambio en la pendiente representa a las temperaturas críticas de transformación $Ar3$ y $Ar1$ [101, 107, 133].

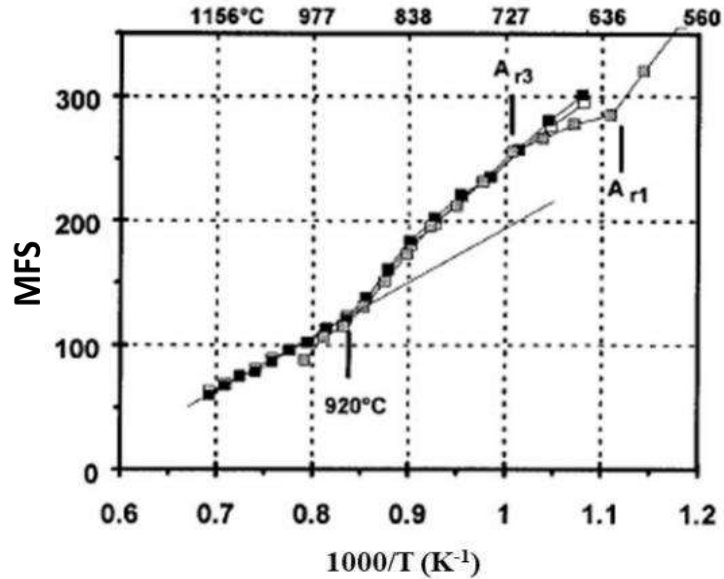


Figura 3. 24. Ejemplo de la determinación de las temperaturas críticas de transformación y la temperatura de no recristalización experimental.

Con el resultado de la temperatura de no recristalización experimentalmente y la calculada con la Ecuación 3 de Boratto - Tnr, se realizó el análisis del comportamiento del acero durante las pruebas de relajación de esfuerzos.

Para identificar la interacción de los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento del acero, se incorporó la metodología de revelado por ataque químico (3.4.2 Revelado de la microestructura por ataque químico). De tal forma que se exhibiera el mecanismo de nucleación y crecimiento del grano, bajo el cual está dada la recristalización dinámica.

3.8 Caracterización de la precipitación inducida por deformación.

De los resultados obtenidos por microscopía óptica se procedió a la evaluación de la microestructura a partir de microscopía electrónica de barrido para la evaluación de la morfología del grano resultado de la deformación y efecto de la precipitación.

Para lograr la trazabilidad, las probetas se cortaron a la mitad longitudinal y transversal, y el análisis se realizó en la zona central de la cara transversal de la muestra, como se muestra en la Figura 3.25.

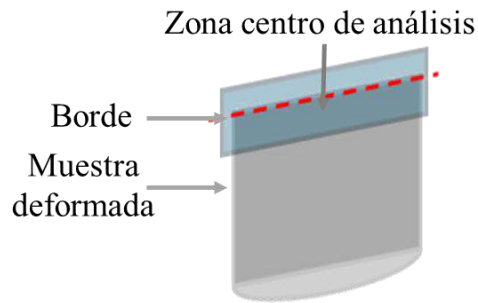


Figura 3. 25. Zona de análisis para la trazabilidad de la caracterización de la microestructura deformada de las muestras de compresión en caliente.

Se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido (**JSM-IT300 LV - SEM**) y obtener imágenes de las zonas mapeadas, con electrones secundarios (SE) y electrones retordispersados BED-S, para identificar la tamaño, morfología e interfaz en la matriz deformada.

3.8.1 Caracterización de precipitación.

3.8.1.1 Caracterización de precipitación por difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

Para el estudio de la precipitación inducida por deformación, se incorporó la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD Electron backscatter diffraction), con la que se analizaron solo las muestras correspondientes a temperatura potencial de precipitación inducida por deformación con las condiciones de deformación de 0.1 y 0.2 y $0.5s^{-1}$ y $1s^{-1}$ de velocidad de deformación. Se siguió la trazabilidad, realizando el análisis de *EBSD* en la zona marcada en el esquema de la Figura 3.25, en muestras desmontadas de la baquelita y con superficie pulida con acabado espejo con ayuda de una suspensión de sílice coloidal y el uso de la vibro pulidora. Los patrones de difracción se obtuvieron colocando la muestra a 70° con respecto al haz de electrones generado por el filamento del microscopio electrónico de barrido (**JSM-IT300 LV - SEM**), y colectados con la cámara (DigiView EBSD Camera – EBSD) con un paso punto

a punto de 40 y 70 nm a 20 kV, logrando mapas de 5 μm de magnificación. Para la identificación de las fases presentes se realizó la reconstrucción de la información cristalográfica de las fases ferrita, martensita, austenita y carburo de niobio.

Los mapas de *EBS*D fueron analizados con el software EDAX-OIM 8, para la obtención de los mapas de figuras de polos inversos (IPF), calidad de imagen (IQ), y cuantificación de fases (Phase).

De los resultados de calidad de imagen obtenidos de los mapas de EBSD, se realizaron particiones para la identificación de los precipitados que corresponden a valores de calidad de imagen menores a 2500, y se construyeron mapas de figura de polo inverso, calidad de imagen, fases, y patrones de difracción para la validación del mecanismo de precipitación en la microestructura del acero.

3.8.1.2 Caracterización de precipitación por microscopía de transmisión (TEM).

Para determinar la composición, tamaño, morfología e interfaz de la precipitación inducida por deformación con respecto a la matriz del acero, se realizó el análisis de las muestras a temperatura con potencial precipitación como se muestra en la Tabla 3.6, a partir de microscopía de transmisión (JEOL JEM-2200FS -CS, TEM).

Tabla 3. 6. Condiciones experimentales de deformación (\mathcal{E}), velocidad de deformación ($\dot{\mathcal{E}}$) y temperatura para la obtención de las laminillas de TEM.

Ciclo 1	0.1 def_0.5s-1_1050			
Ciclo 2	0.1 def_1_s-1_1050			
Ciclo 3	0.2 def_0.5s-1_1050			
Ciclo 4	0.2 def_1s-1_1050			
Temperatura [°C]	\mathcal{E}		$\dot{\mathcal{E}}$ [s ⁻¹]	
1050	0.1	0.2	0.5	1

En la Figura 4.26 se presenta la metodología de preparación de muestras con la técnica de micro mecanizado (*Focused ion beam FIB*), que permitió el desbaste de la matriz a partir del haz de iones focalizado, para la obtención de laminillas de 15 μm por 5 μm con un espesor aproximado de 100nm de la cara transversal de la muestra, siguiendo la trazabilidad mostrada en la Figura 3.25. Se obtuvieron imágenes de campo claro (BF, Bright Field) y campo oscuro (DF, Dark Field), así como los patrones de difracción de electrones de la matriz y las zonas de interfaz con precipitación.

Se realizó el indexado de los patrones de área selecta con el software ImageJ para medir el ángulo y el largo entre el vector principal G , que es el punto central cuando se desconoce la dirección del haz de electrones, para poder indexar los puntos subsecuentes alrededor, que identifican a las familias de planos presentes en la dirección en la que fueron obtenidos los patrones de difracción de electrones.

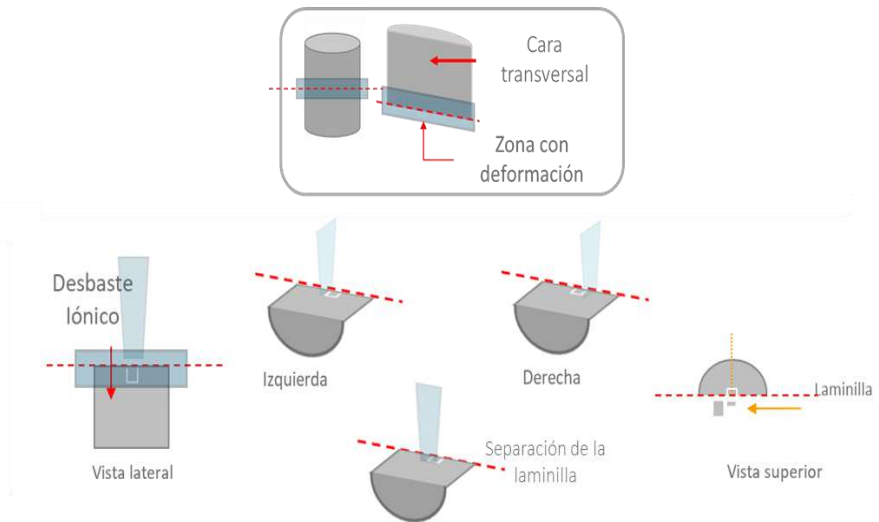


Figura 3. 26. Esquema de extracción de laminilla en dirección transversal de las muestras con compresión en caliente.

Finalmente, con las pruebas experimentales y la caracterización de la microestructura se obtuvieron resultados para estudiar el mecanismo de precipitación que presenta el acero experimental durante el proceso de laminación en caliente.

Capítulo IV

Resultados y discusión

Para explicar y determinar cómo se presentan los mecanismos de endurecimiento durante el proceso de laminación en caliente de un acero de alta resistencia, en este capítulo se exponen los resultados obtenidos tanto por simulación por computadora, pruebas experimentales y los hallazgos de la caracterización, con lo que finalmente se realizara la discusión del comportamiento del acero experimental y el mecanismo de precipitación que presenta el acero API 5XL PSL2 durante el proceso de laminación en caliente.

4.1 Obtención del tamaño de grano previo a la deformación (PAG).

Del ciclo térmico para determinar el tamaño de grano austenítico previo a la deformación y de la caracterización de la microestructura en las Figuras 4.1 a la 4.4, se muestran las micrografías a 100 y 500X en los diferentes ciclos a los que fue sometido el material para obtener los tamaños de grano de barra de transferencia y lámina terminada.

En la recopilación metalográfica se observa la microestructura martensítica resultante por el enfriamiento acelerado, pero dada la característica de la aleación, se presenta una combinación de bainita y martensita, destacando las agujas que se extienden dentro los paquetes de martensita, destacando que de primera instancia no es posible identificar el límite de grano en la microestructura templada, lo que fue indicativo para realizar el revelado por ataque químico.

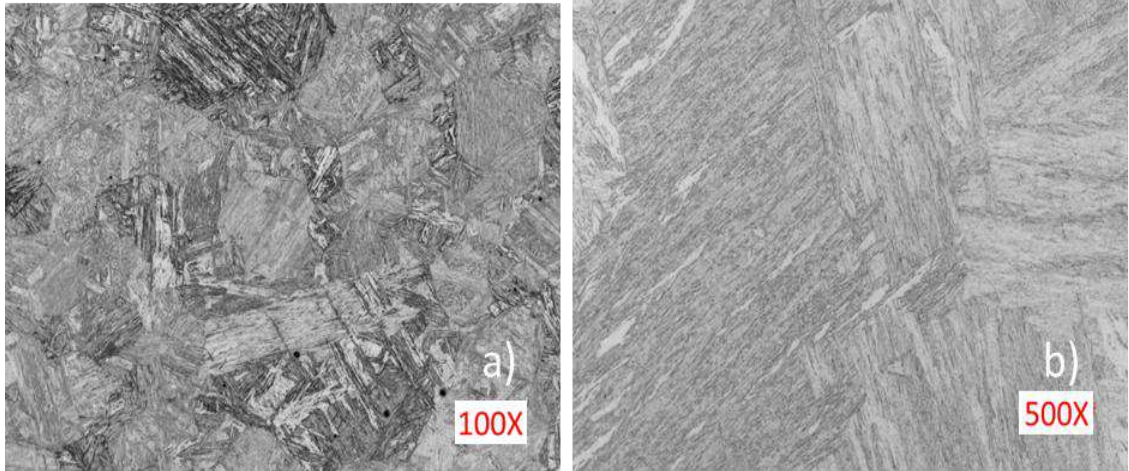


Figura 4. 1. Ciclo 1 para obtener tamaño de grano de barra de transferencia a una velocidad de 10°C/s hasta 1000°C con un tiempo de espera de 10s sometido a temple ASTM 8.3 a 100X y 500X.

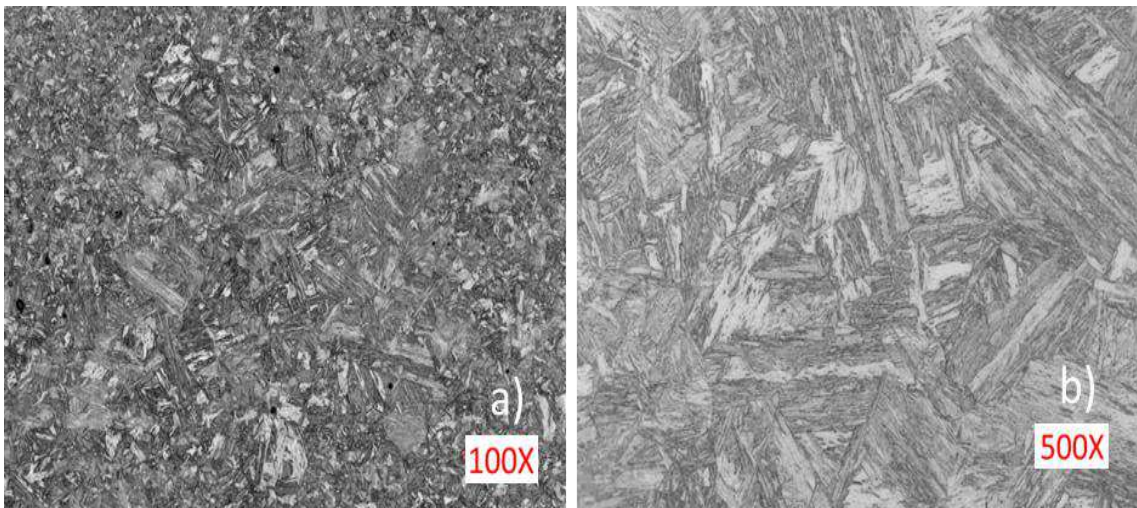


Figura 4. 2. Ciclo 2 para obtener tamaño de grano de barra de transferencia, a una velocidad de calentamiento de 10°C/s , hasta una temperatura de 950°C por un tiempo de espera de 60s sometida a temple para ASTM 8.4.

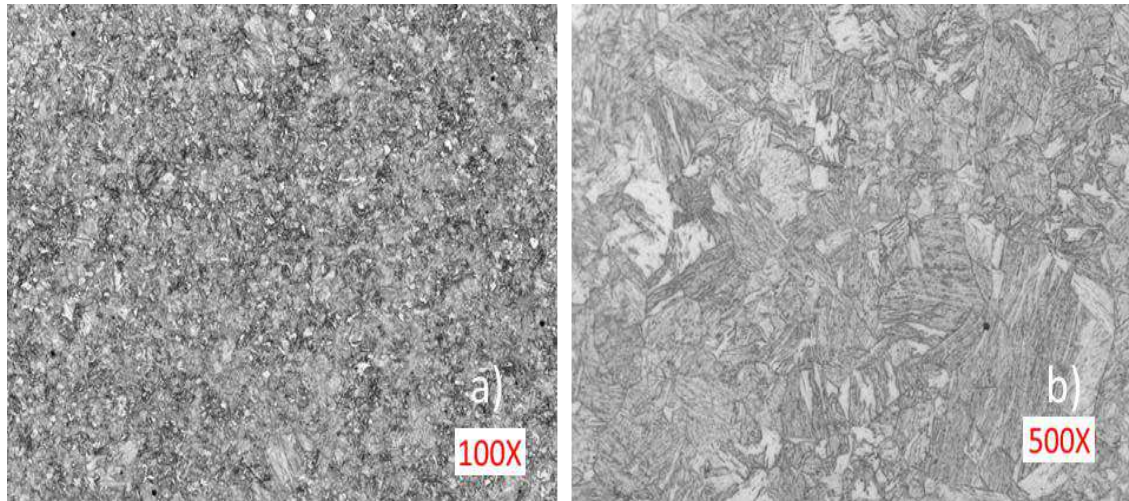


Figura 4. 3. Ciclo 3 para obtener tamaño de grano de lámina caliente acabada, a una velocidad de calentamiento de 10°C/s , hasta una temperatura de 900°C por un tiempo de espera de 15 s sometida a temple para ASTM 10.

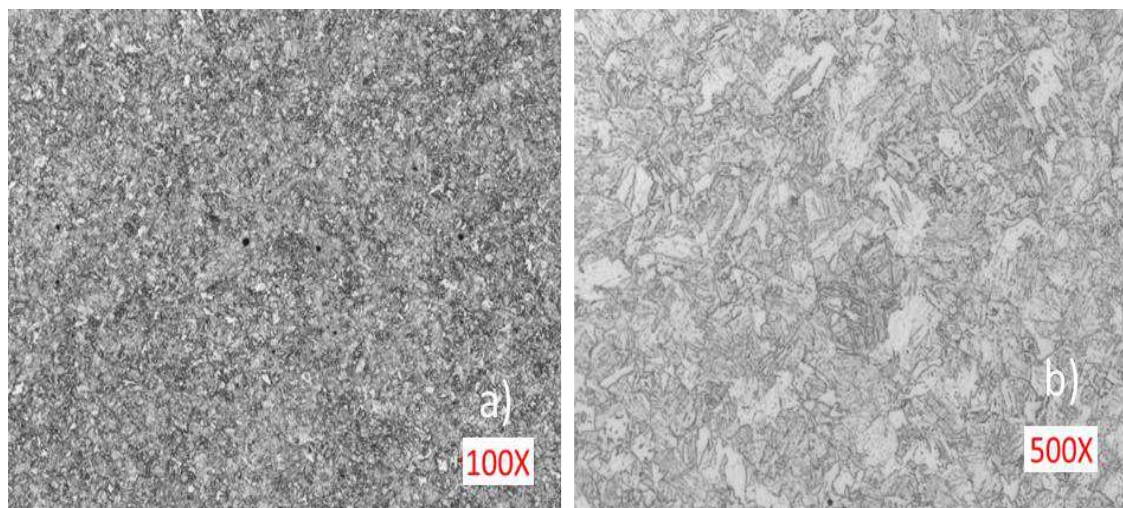


Figura 4. 4. Ciclo 4 para obtener tamaño de grano de lámina caliente, a una velocidad de calentamiento de 10°C/s , hasta una temperatura de 860°C por un tiempo de espera de 10 s sometida a temple para ASMT 11.

En las Figuras de la 4.5 a la 4.8, se muestra la recopilación de las micrografías obtenidas por microscopio óptico del revelado del grano austenítico previo para barra de transferencia y lámina acabada.

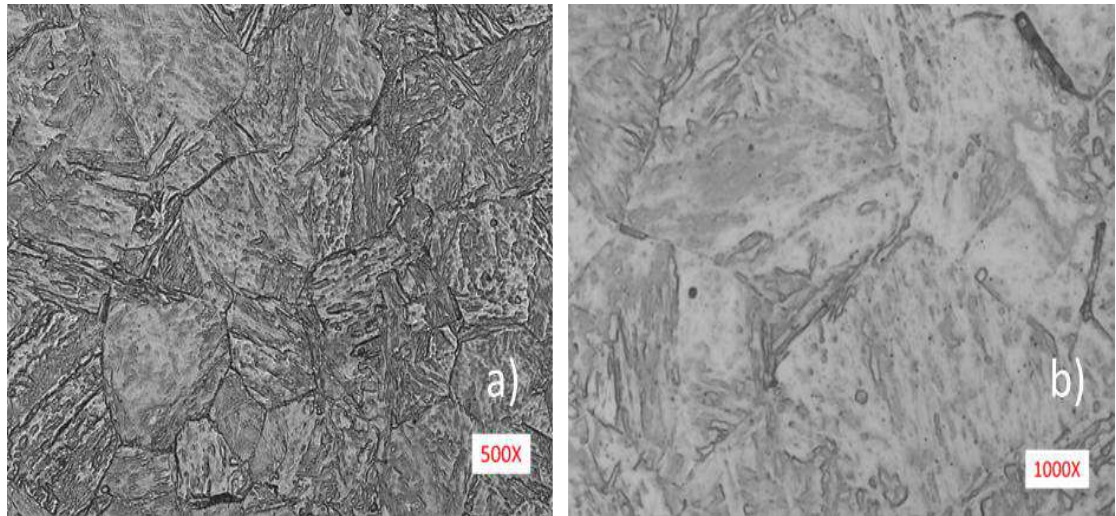


Figura 4. 5. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 1 a 500X y 1000X. Tiempo de ataque de 5-15 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturados y ácido clorhídrico.

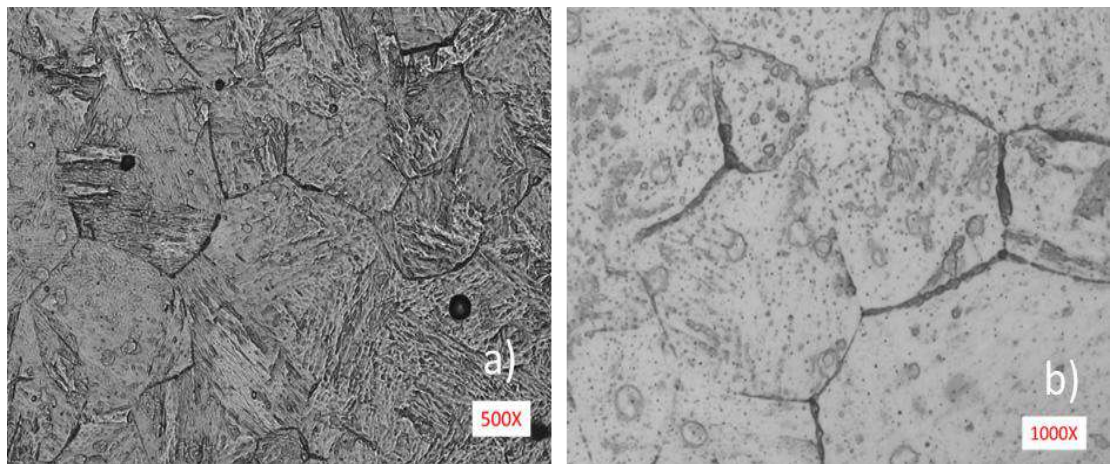


Figura 4. 6. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 2, a 500X y 1000X. Tiempo de ataque de 5 -15 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturado y ácido clorhídrico.

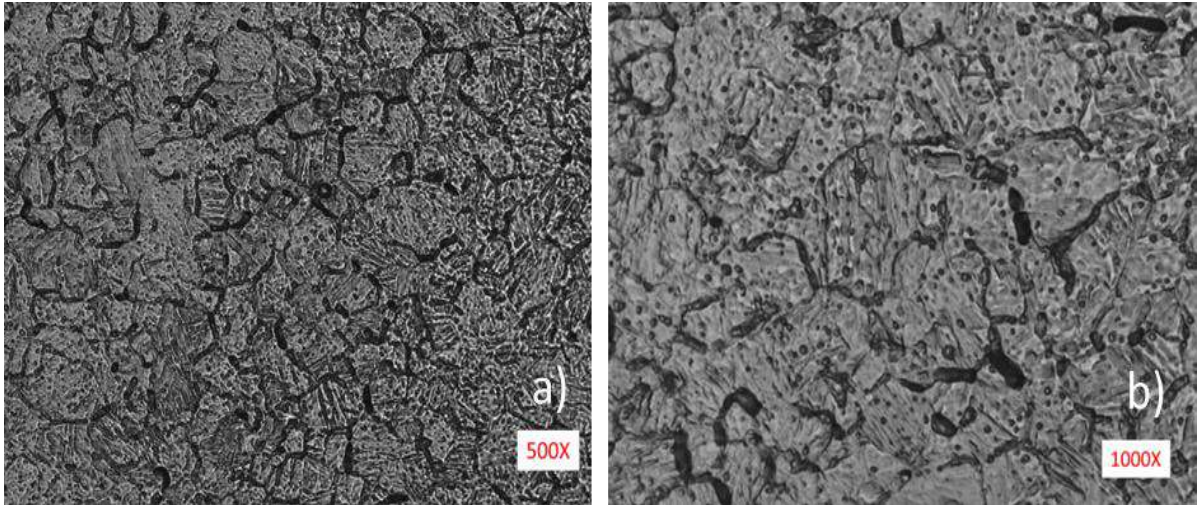


Figura 4. 7. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 3, a 500X y 1000X. Tiempo de ataque 11 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturado y ácido clorhídrico.

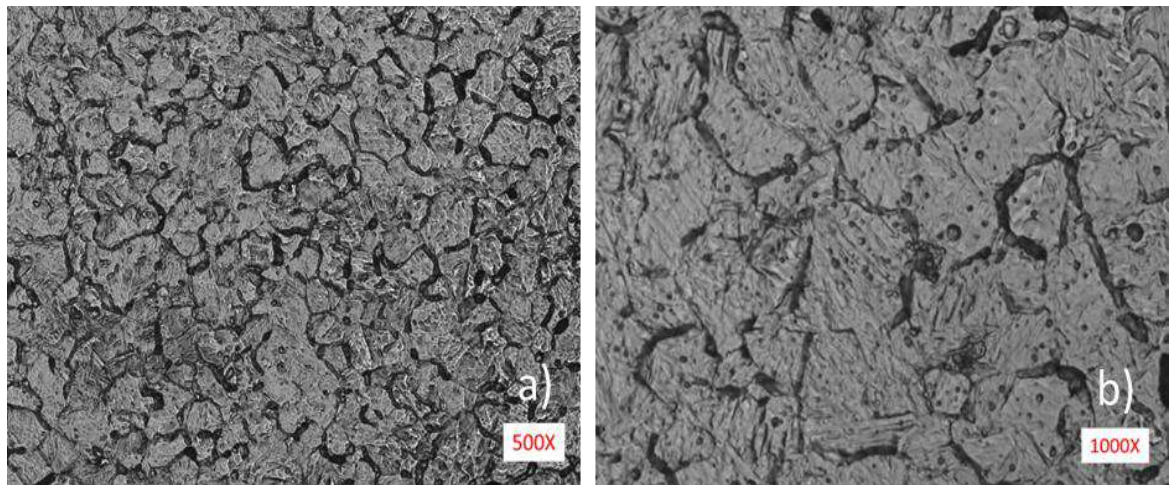


Figura 4. 8. Revelado de tamaño de grano previo a la deformación del Ciclo 4, a 500X y 1000X. Tiempo de ataque 11 minutos con solución de ácido pícrico sobresaturado y ácido clorhídrico.

Se aprecia la eliminación de la transformación observada en las Figuras 4.1 a la 4.4, y la aparición de bordes oscuros que exhiben las zonas de alta energía, como límites de grano. Para el caso de las micrografías de la Figura 4.5 y 4.6, los límites de grano previo se pueden apreciar claros y finamente, a diferencia de las micrografías de la Figura 4.7 y

4.8, en las que se puede apreciar que el límite de grano se sobre reveló y puede deberse a diferentes factores, como lo es el tiempo de inmersión, la cantidad de carbono en la composición química y el tamaño de grano, ya que entre más pequeño sea el tamaño, se tienen zonas más cerradas y cercanas que propician el sobre revelado de las zonas de alta energía.

Los anteriores son factores que directamente influyen en la calidad del revelado, pero no limita la apreciación del límite de grano para realizar la medición.

De la medición del tamaño de grano previo a la deformación, al seguir la metodología de la norma *ASTM E112 [151]*, se determinó que el tamaño de grano previo a la deformación corresponde a un tamaño de grano va en un rango desde 8 ASTM a 11 ASTM y que corresponden al grano en la barra de transferencia obtenida del proceso industrial.

4.2 Estudio de la composición química por simulación por computadora.

Realizada la configuración tanto de JMatPro, como por ThermoCalc se obtuvieron los resultados de las fases estables a alta temperatura, el tamaño y constitución de la precipitación y la cinética de precipitación que presenta el acero experimental.

4.2.1 Determinación de los compuestos estables a alta temperatura.

En la Figura 4.9, se muestra el resultado de la simulación con el módulo de *Step Calculation* del JMatPro, que indica el comportamiento de la aleación, exhibiendo las fases precipitantes a alta temperatura, que corresponden a los compuestos que son estables de acuerdo con los aleantes que forman parte de la composición química de la aleación [133].

La simulación de JMatPro V14 con el módulo de *Step Calculation*, presenta el porcentaje del contenido de las fases presente desde 1200 °C hasta 800 °C, en la que se puede apreciar la formación de un compuesto metálico (M (C, N) a partir de 1180 °C, identificado con la curva roja, que es una curva creciente, que indica un 0.05% de fase presente que, a partir de 1050 °C, y permanece constante hasta los 800 °C. Adicional se

puede observar fases como el sulfuro de manganeso (MNS), nitruro de boro (BN), y un compuesto de boro (MB2_C32), que se encuentran presente en porcentajes menores al 0.01% en la matriz del acero. Se exhibe la precipitación a alta temperatura del tipo compuesta entre temperaturas de 1150°C y 1000 °C que promueven la formación de compuesto metálico (M (C, N) propicia la nucleación de Ti, Nb, y V. Esta información permitirá tener un margen de análisis para realizar la caracterización microestructural, para identificar el mecanismo de precipitación que presenta el acero [163-165].

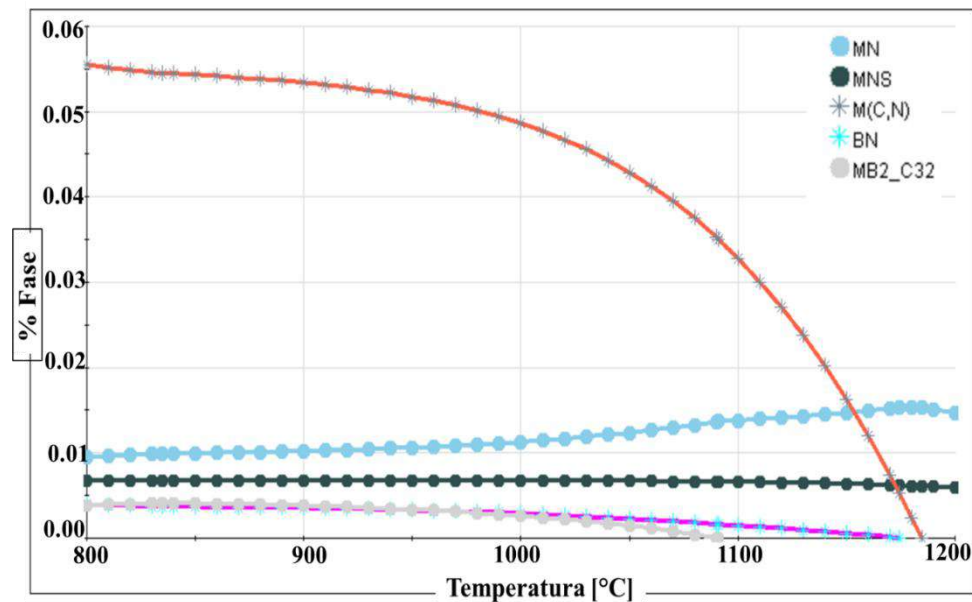


Figura 4. 9. Resultado de la simulación de *Step Calculation* para el análisis del comportamiento de la composición química a alta temperatura.

4.2.2 Constitución de los compuestos a alta temperatura.

Del resultado obtenido, de las fases precipitantes a alta temperatura y su porcentaje contenido en austenita, se obtuvieron los resultados de las características que constituyen al compuesto.

En la Figura 4.10 se puede observar la simulación de JMatPro que exhibe el porcentaje del elemento contenido en el compuesto metálico a temperaturas que van desde 1200 °C a 800 °C. En el desglose de la constitución del compuesto $M(C, N)$ se encuentran elementos como cromo (Cr), manganeso (Mn), molibdeno (Mo), niobio (Nb), titanio (Ti),

vanadio (*V*), carbono (*C*), y nitrógeno (*N*). Se puede apreciar que el *M* (*C*, *N*) está constituido de un 85% de niobio, que está identificado por la línea verde, carbono en un 10% identificado con la línea negra, y en porcentajes más bajos, se encuentra el resto de los elementos presentados anteriormente. Determinando que la constitución del compuesto de tipo carburo – nitruro, está constituido por un 82.62% de niobio (*Nb*) [162-166].

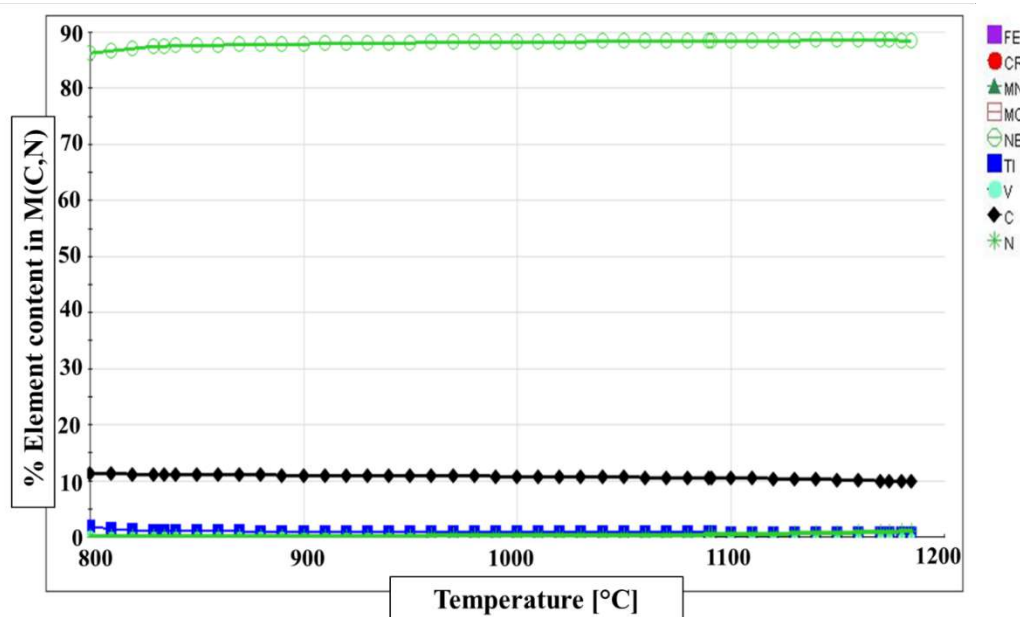


Figura 4. 10. Resultado de la simulación *Step Calculation* de la constitución del compuesto precipitante a alta temperatura.

En la Figura 4.11, se presenta la simulación a un punto, que representa la validación de los resultados de JMatPro. En el inciso a), se exhiben las fases estables a alta temperatura, desde 1200°C a 200 °C, y en el inciso b), se muestra la zona de temperatura características del proceso, en la que se presenta la formación de tres fases con una estructura FCC, estables a 1150°C a diferencia de dos, que son estables hasta por encima de 1200 °C.

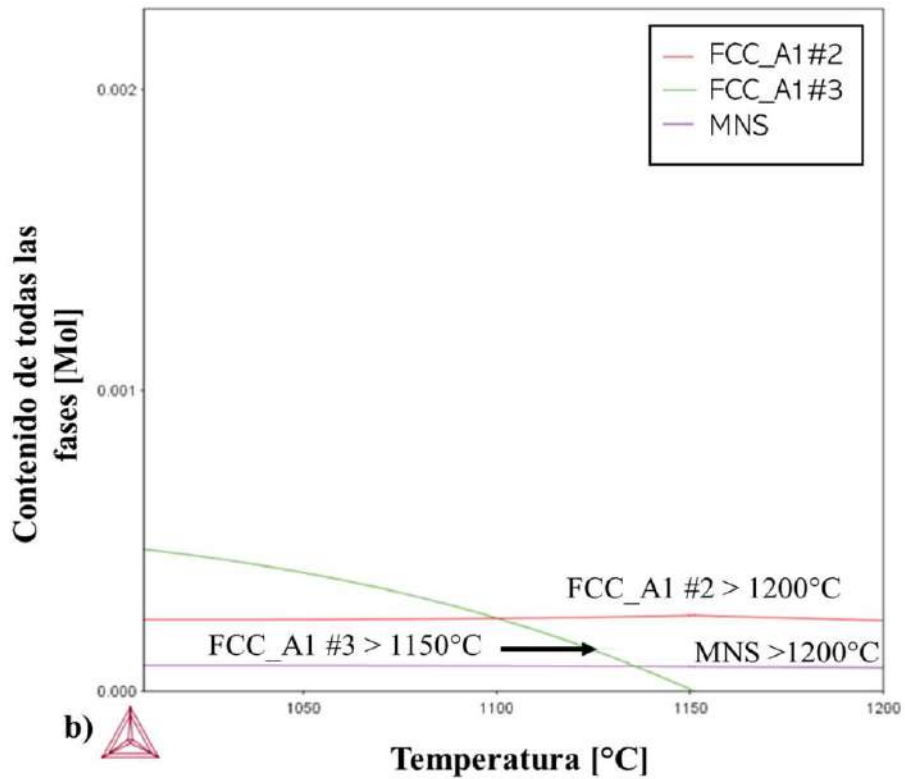
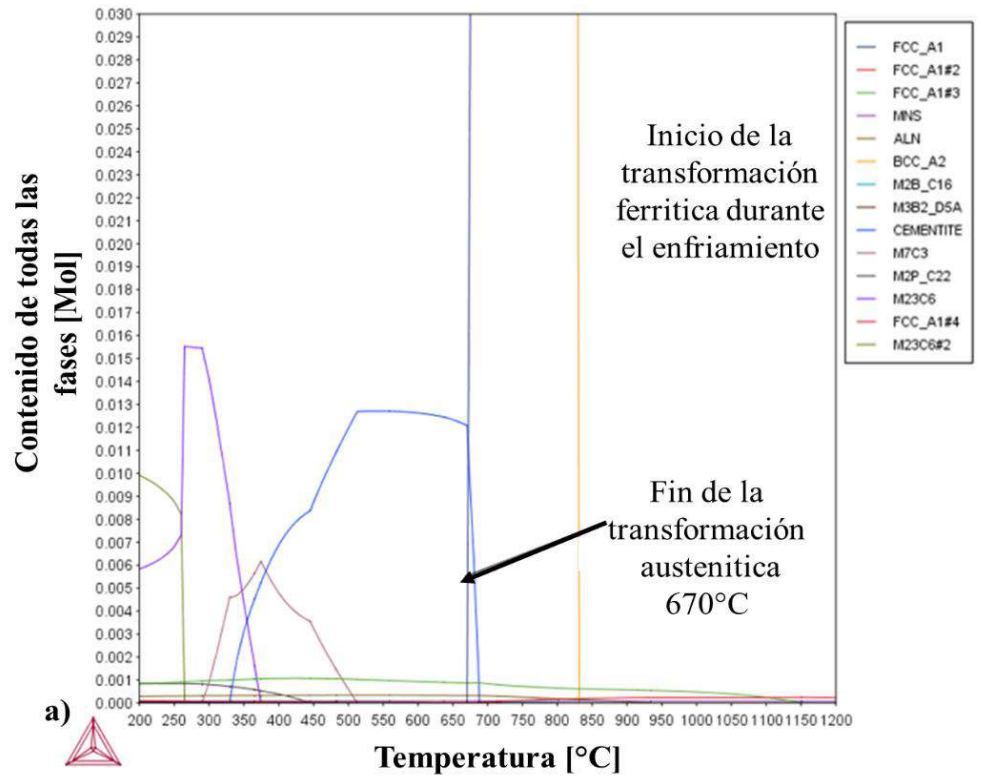


Figura 4. 11. Resultado de la simulación *One Axis*. a) Diagrama de las fases estables desde 1200°C a 200°C. b) Diagrama de la identificación de fases estables desde los 1200°C a 1000°C.

En la Figura 4.12 se presenta validación de la constitución elemental del compuesto, en una simulación a un punto que va desde los 1200 °C hasta los 200 °C. De la gráfica se puede identificar y validar que el compuesto precipitante FCC_A1#3, está constituido por una cantidad en, pero de Si, Cr, Nb y Ti, lo cual coincide con la simulación obtenida por JMatPro V14 Step Calculation, mostrada en la Figura 10 en la que se reconoce que el compuesto es del tipo complejo por la nucleación de diferentes elementos en el precipitado de alta temperatura.

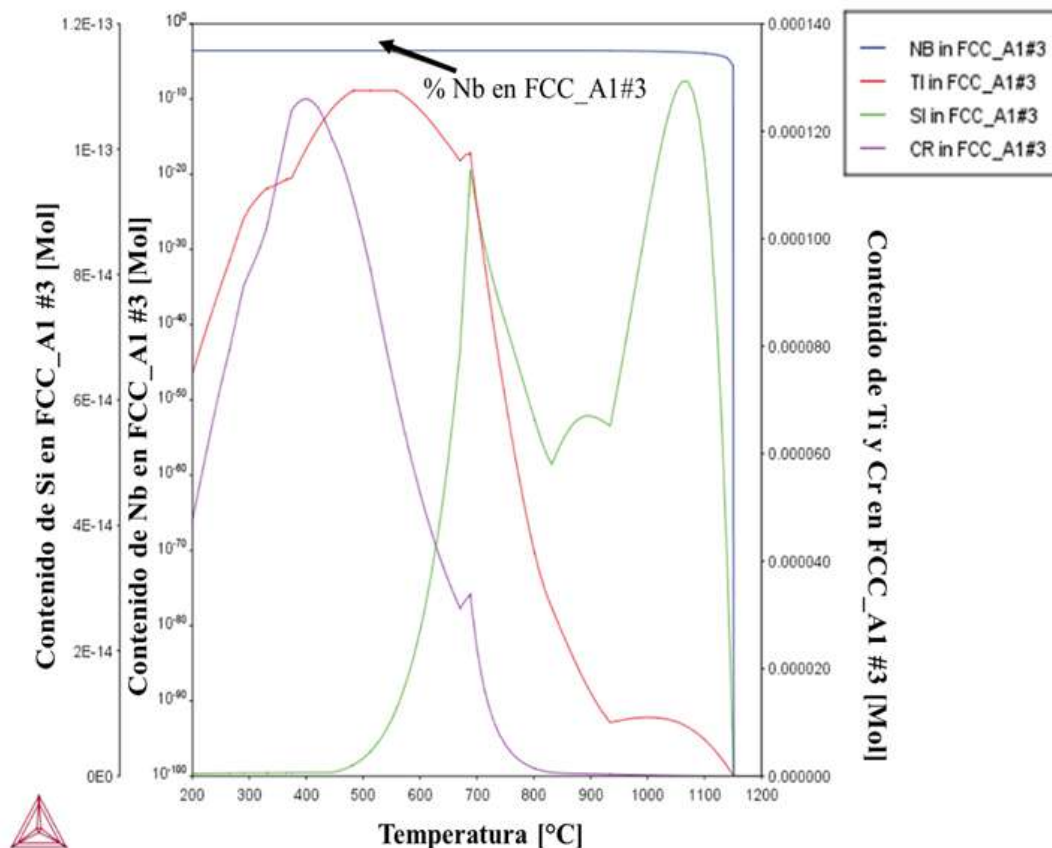


Figura 4. 12. Determinación de la constitución elemental de la fase FCC_A1 #3. Comparación del porcentaje de Si, Ti, Cr, Nb en un diagrama a un punto desde 200°C. 1200°C.

Considerando los resultados de la simulación por JMatPro y ThermoCalc, se reconoce que la composición química, en condiciones estables a alta temperatura, está constituido por niobio (*Nb*), carbono (*C*) y nitrógeno (*N*) y la nucleación de elementos como Ti, Cr, Si. Información que permitirá en la caracterización de las muestras experimentales, identificar los precipitados que se inducen por deformación en el acero API 5XL PSL2 [167-170].

4.2.3 Diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura por simulación.

Para la determinación de la cinética de precipitación por simulación por programa computacional, se obtuvieron las curvas de tiempo temperatura y precipitación. En la Figura 4.13 se presenta la simulación de las curvas de cinética de precipitación, utilizando el módulo *TTP of ALN, MN, M (C, N)* y sin contemplar la deformación. En la gráfica que se reconoce por tener un comportamiento de forma de “C”, se puede apreciar el comportamiento de la precipitación en función de la temperatura y el tiempo para que se lleve a cabo el mecanismo de precipitación en límite de grano y en la matriz, en rangos que van desde 1200 °C hasta 850°C y desde 1050 °C hasta 850 °C, respectivamente. Se puede apreciar desde 850°C hasta 700°C que la curva presenta el cambio de fase de austenita a ferrita, durante el enfriamiento. En donde la precipitación a alta temperatura se puede asociar al comportamiento del *Ti* y *Nb*, los cuales precipitan en zona austenítica, específicamente en límite de grano y matriz. Obsérvese que el tiempo en el que se puede llevar a cabo la precipitación en los límites de grano y en la matriz, se encuentran fuera del tiempo de proceso, y puede deberse a la omisión de las condiciones de deformación durante la simulación [59,63, 64, 169, 170].

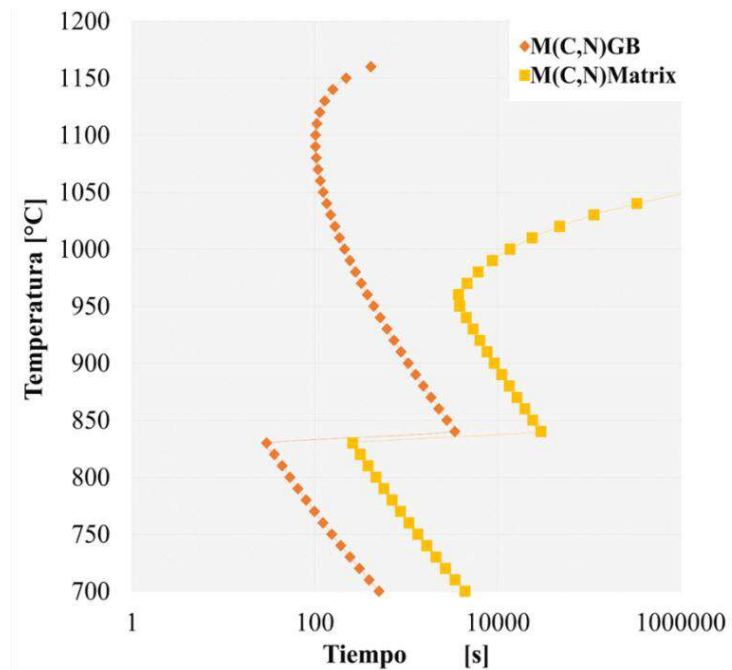


Figura 4. 13. Curvas PTT obtenidas con JMatPro a partir de la simulación de (CQ + Ty + PAG + t).

En las Figuras 4.14 y 4.15 se presenta el resultado de la simulación con JMatPro V14 de las curvas de cinética de precipitación contemplando la deformación y la velocidad de deformación.

En la Figura 4.14, se puede identificar la curva de inicio y fin de precipitación bajo condiciones dinámicas y considerando el porcentaje en peso del niobio (Nb) en la aleación, que corresponde a 0.048 en porcentaje en peso. Se puede observar que, por efecto de la deformación, se acelera la precipitación en los rangos de temperatura de entre 1150 °C y 1000°C, lo que se puede atribuir a la energía de activación y las características de la microestructura deformada [171, 172].

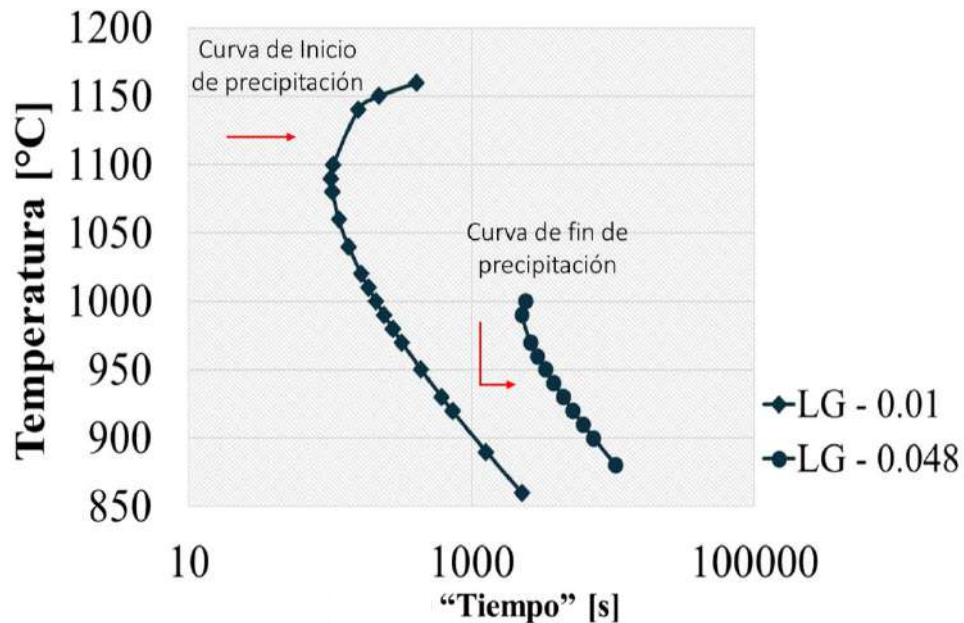


Figura 4. 14. Curva PTT en límite de grano obtenida por simulación por software del acero experimental.

En la Figura 4.15, se puede identificar que la precipitación se presenta en temperaturas entre 1050 °C hasta los 850 °C, en las que se identifica que el inicio y el fin de precipitación presentan un comportamiento estrecho. Cabe resaltar que, aunque se distinga la curva del fin de precipitación en la microestructura del acero, no significa que la precipitación termina del todo, sino que simplemente deja de ser efectiva como mecanismo de endurecimiento para el acero.

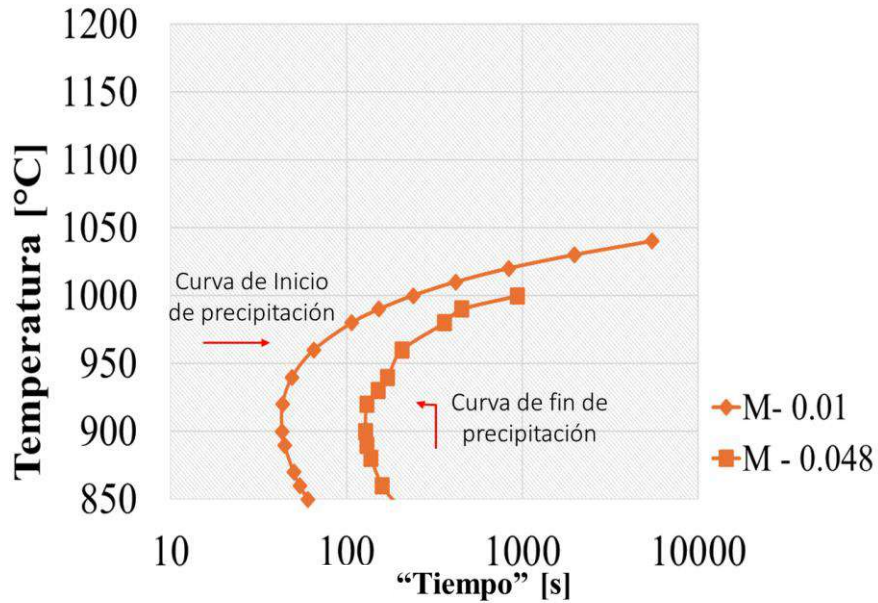


Figura 4. 15. Curva tiempo – temperatura – precipitación en matriz obtenida por simulación por software con JMatPro del acero experimental.

En ambas figuras, 4.14 y 4.15, se puede observar que la zona del “pico” no está completamente marcado para formar la curva en “C”, y esto se puede deber a diferentes factores que influyen en la construcción de las curvas. En la Figura 4.16 se presenta los diferentes factores que afectan el comportamiento de la curva, así como los exhibidos en la literatura en la Figura 2.20 [63,64, 162-172].

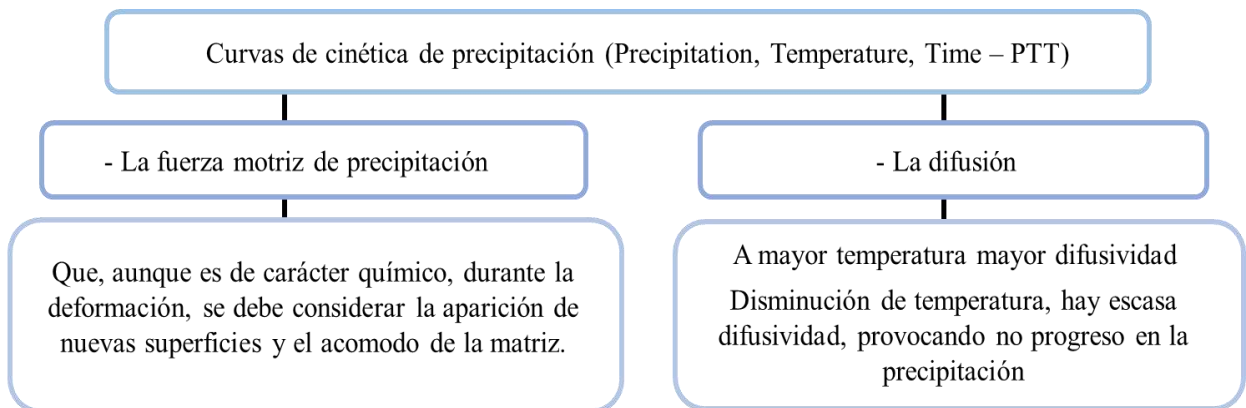


Figura 4. 16. Factores que influyen en el comportamiento de tipo “C” de las curvas de cinética de precipitación [126].

Contemplando el impacto de la deformación en el resultado de la simulación, se discute que el tiempo y la interfaz podrían diferir en la experimentación, ya que en la simulación no se contempla la deformación acumulada, el efecto que genera en la interfaz por el acomodo de la matriz y la formación de nuevas superficies en la microestructura del acero.

La obtención de variables como tiempo, temperatura y la locación de la precipitación, contemplando la deformación y bajo condiciones estables, por simulación por programa computacional, son base para desarrollo experimental de esta investigación. Lo que permitirá trazar la línea de estudio para futuros desarrollos utilizando la misma metodología aplicada para el estudio de este grado de acero API 5XL PSL2.

4.2.4 *Tamaño de precipitados a alta temperatura obtenido por simulación.*

Para la caracterización de los precipitados, se obtuvo el resultado de la fracción volumétrica y el tamaño que presentan los compuestos a alta temperatura. En la Figura 4.17 se puede observar la cantidad de precipitados con respecto al tiempo. En condiciones estables se genera la formación de 0.010% en 200 segundos, lo cual podría diferir experimentalmente, ya que la precipitación se ve influenciada por la deformación, promoviendo la formación de precipitados en tiempos acelerados.

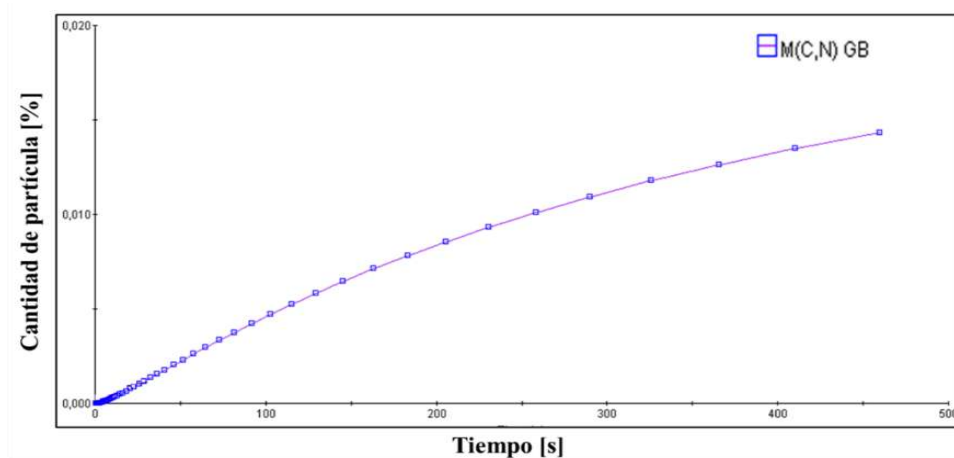


Figura 4. 17. Simulación de JMatPro V14 de la cantidad de partícula precipitada en el límite de grano del acero experimental.

En las gráficas mostradas en las Figuras 4.18 y 4.19 se muestran las simulaciones realizadas a 1150 °C y 1100 °C de temperatura. Se puede apreciar que conforme disminuye la temperatura se presenta un incremento en el tamaño de la partícula lo que comprueba la teoría de las zonas potenciales de precipitación, “zona pico” de las curvas PTT, y que es información significativa para considerar en las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos.

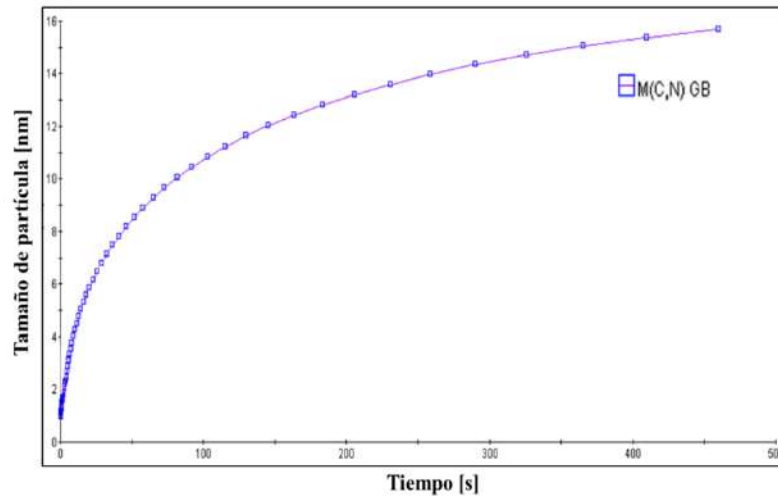


Figura 4. 18. Simulación de JMatPro V14 del tamaño de un carbonitruro en el límite de grano a una temperatura de 1150 °C.

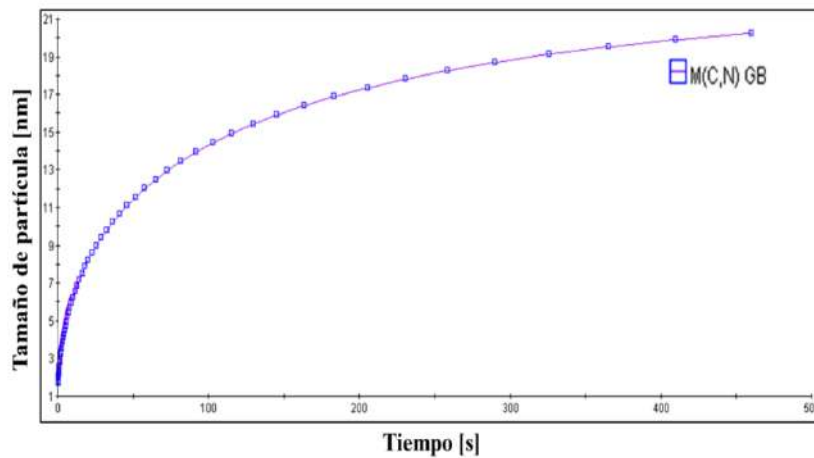


Figura 4. 19. Simulación de JMatPro V14 del tamaño de un carbonitruro en el límite de grano a una temperatura de 1100 °C.

4.3 Resultados del estudio dilatométrico.

De las pruebas experimentales de dilatometría se obtuvieron los resultados para conocer el comportamiento de la austenita, bajo la influencia de diferentes velocidades de calentamiento y enfriamiento.

A continuación, se presentan los resultados de las pruebas de dilatometría del acero experimental.

4.3.1 Temperaturas críticas de transformación experimentales.

De las pruebas de dilatometría realizadas en el simulador *Gleeble* se obtuvieron las gráficas de cambio de volumen con respecto al incremento de la temperatura. En la Figura 4.20, se presentan las curvas para la identificación de las temperaturas críticas de transformación Ac_1 y Ac_3 . Las curvas de dilatometría presentan un comportamiento del tipo *Avrami*, característico del estudio para la identificación del cambio de fase en un acero [143, 173-175].

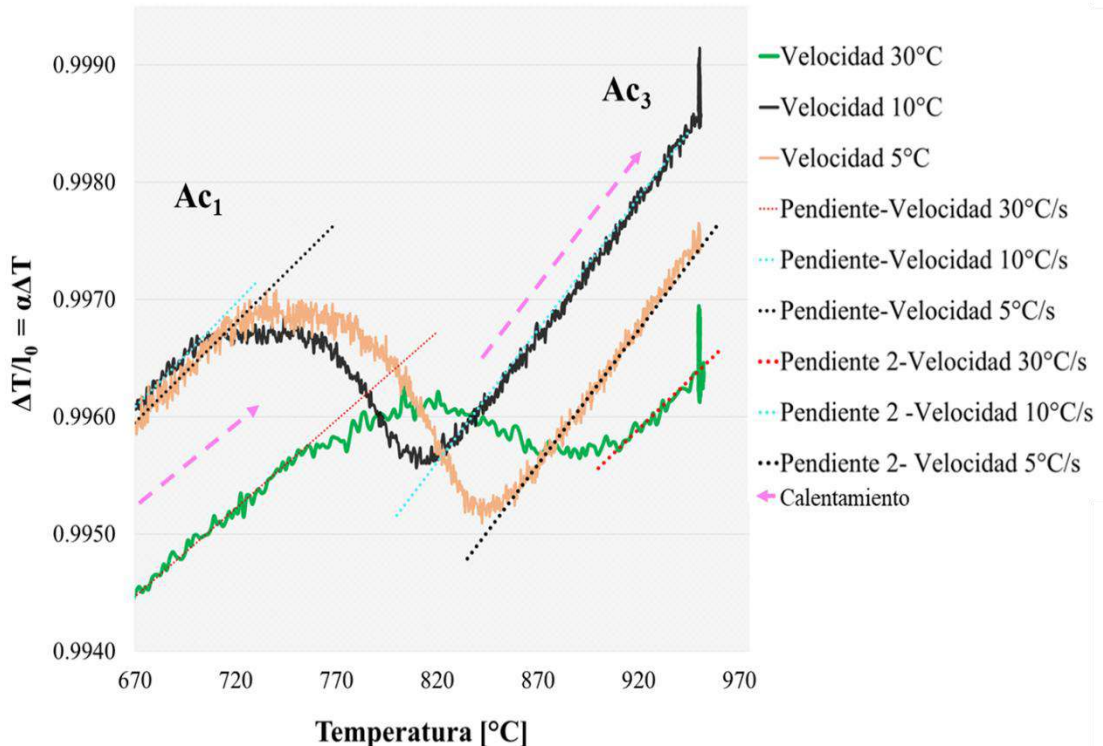


Figura 4. 20. Curvas de dilatometría durante el calentamiento para identificar las temperaturas críticas de transformación Ac_1 y Ac_3 experimentales, en un rango de 5 °C/s a 30 °C/s.

En la Figura 4.21 se muestra la recopilación de las temperaturas críticas de transformación experimentales obtenidas con el uso del método de la pérdida de la linealidad en la pendiente, en comparación con las temperaturas críticas de transformación obtenidas por JMatPro.

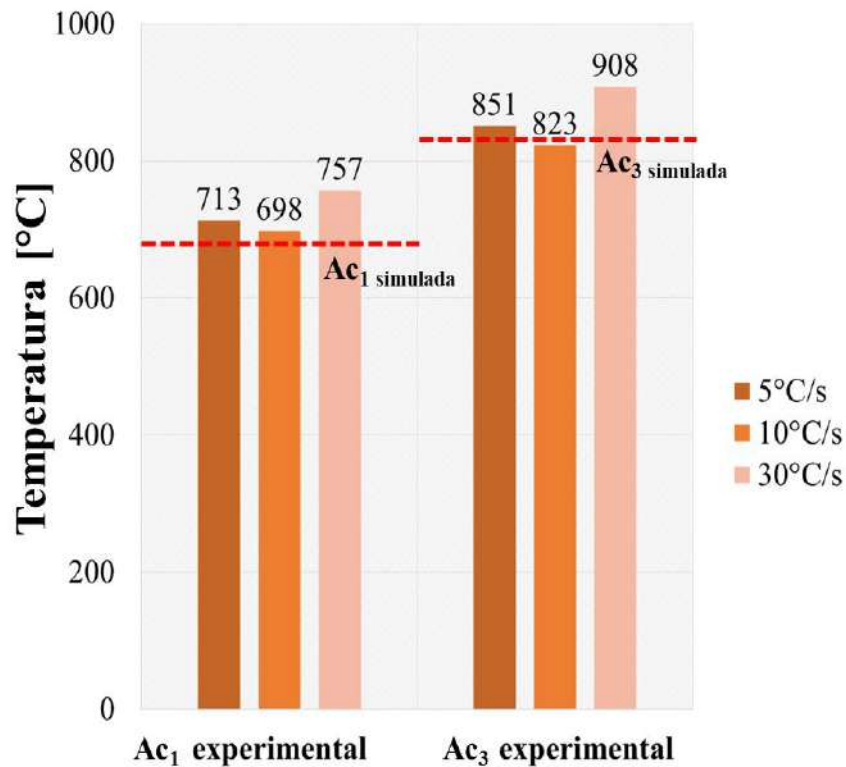


Figura 4. 21. Comparación de las temperaturas críticas de transformación experimentales contra las temperaturas obtenidas en JMatPro.

Contemplando la característica que presenta el método de la pendiente de identificar el punto correspondiente a la temperatura experimental, se observa que las temperaturas críticas de transformación por simulación y las experimentales se encuentran en un rango de entre 700 °C a 750 °C para Ac_1 y para Ac_3 en un rango de entre 850 °C a 900 °C.

En la Tabla 4.1 se muestra el promedio de las temperaturas críticas de transformación del acero experimental.

Tabla 4. 1. Temperaturas críticas de transformación obtenidas de la prueba de dilatometría a velocidades de calentamiento de 5, 10, 30 °C/s, con velocidades de enfriamiento a temple con simulador Gleeble.

Temperatura	Velocidad de calentamiento			Promedio °C/s	Simulada °C/s
	5 °C/s	10 °C/s	30 °C/s		
Ac₁	726 °C	700 °C	757 °C	727 °C	688 °C
Ac₃	858 °C	910 °C	864 °C	877 °C	835 °C

4.3.1.1 *Comportamiento de la austenita durante el calentamiento y el enfriamiento.*

De las curvas del cambio volumétrico contra la temperatura obtenidas en Gleeble exhibidas en la Figura 4.20, se identificaron las zonas principales que indican la transformación que caracteriza a la composición química del acero experimental.

La primera zona característica en la curva de dilatometría durante el calentamiento es el salto en la pendiente que refleja la transformación de una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (*BCC – Body Cubic Centred*), a una estructura cúbica centrada en las caras (*FCC – Face Cubic Centred*) [43, 175]. A la cual se le conoce como *Ac₁* y es identificada en el punto antes de que empiece la caída de volumen en el acero experimental. La segunda zona es donde comienzan los procesos difusivos y en la cual se presenta un porcentaje de las dos fases que, para conocer el porcentaje de ferrita y austenita en un punto específico de temperatura, es necesario realizar el método de la palanca. Para este caso de estudio no es indispensable conocer el porcentaje de cada fase en la transición durante el calentamiento. En la última zona es donde se presenta la completa formación de la austenita, conocida como temperatura *Ac₃*, que se puede identificar justo en donde la pendiente retoma su comportamiento lineal durante el calentamiento.

Cada curva presenta un comportamiento característico, resultado de los diferentes volúmenes atómicos que presentan las fases a diferente temperatura, y el efecto que genera cada condición de calentamiento en los fenómenos difusivos durante la transformación ferrita-austenita. Se puede apreciar la diferencia en el valor de temperatura obtenido en cada curva, de acuerdo con la velocidad de calentamiento a la que fue sometido. Ya que

un factor que influye en la velocidad de la transformación de la austenita es la velocidad tanto de calentamiento como de enfriamiento. Por lo que, a velocidades de calentamiento mayores, la cinética de crecimiento de la austenita es más lenta, y de acuerdo con la teoría de difusividad, esto se debe a que el calentamiento acelerado proporciona menos tiempo de difusión y tiende a aumentar las temperaturas críticas de transformación [176, 177].

En las curvas dilatométricas, de la Figura 4.20, se puede apreciar un incremento de temperatura bajo la condición de calentamiento a 30 °C/s, que está fuera del proceso difusivo, en lo que se debe considerar que la morfología del grano austenítico y los elementos en adición son influyentes en la cinética de transformación. Como el niobio (*Nb*), elemento alfégeno a un 0.048 % en peso contenido en la aleación, que favorece la fase ferrítica, incrementando la temperatura crítica en la transformación durante el calentamiento, comportamiento que se puede observar de los resultados de la prueba de dilatometría en comparación con lo obtenido por la simulación en JMatPro y entre cada una de las condiciones, como se muestran en la Figura 4.21.

En las Figuras 4.22 a la 4.24, se muestran las micrografías obtenidas de las probetas experimentales sometidas a los diferentes calentamientos para evaluar la formación de la austenita, y sometidas a un enfriamiento a temple. Se puede observar que, a un calentamiento de 5 °C/s, se genera la formación acelerada de la austenita, lo que provoca que no exista una completa disolución de la fase ferrítica dejando como evidencia zonas de ferrita heterogénea en la microestructura templada del acero. Que, dada la composición química del acero, a un enfriamiento acelerado, se tendrá una microestructura bainítica. En las micrografías de la Figura 4.23, resultantes de un calentamiento a 10 °C/s, se puede apreciar la homogeneidad que permite el proceso de difusión. Cabe mencionar que, dado el contenido del carbono en peso en la composición química del acero, se genera el impacto en la apreciación de las morfologías típicas bainítica en las micrografías.

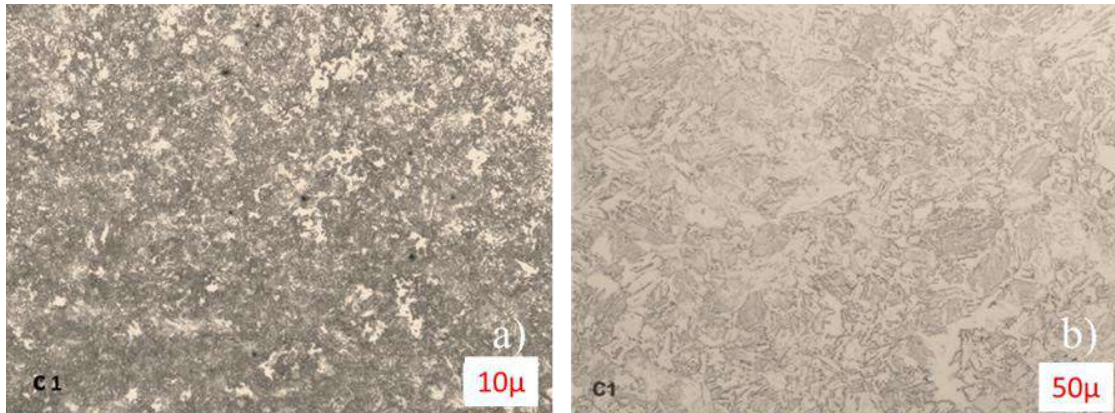


Figura 4. 22. Micrografías del Ciclo 1 de dilatometría a 5 °C/s a 950 °C con un enfriamiento a temple. Ataque con Nital a un 3%.

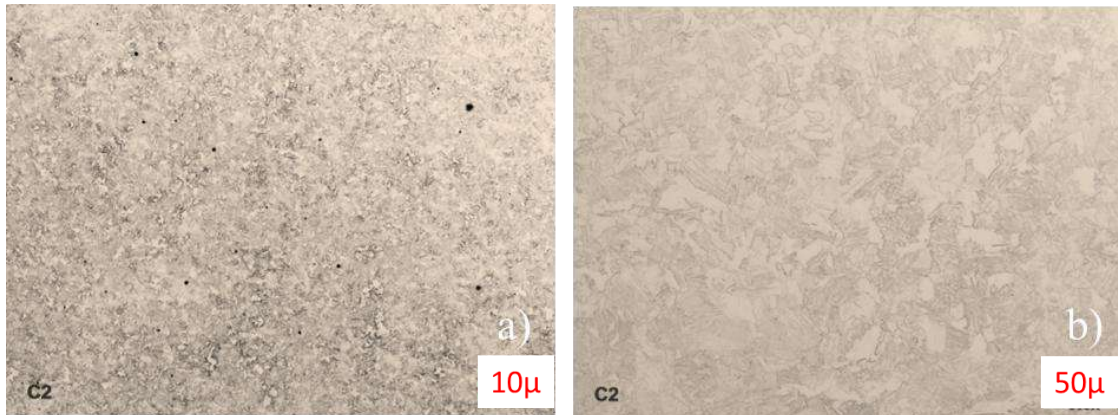


Figura 4. 23. Micrografías del Ciclo 2 de dilatometría a 10 °C/s a 950 °C con un enfriamiento a temple. Ataque con Nital a un 3%.

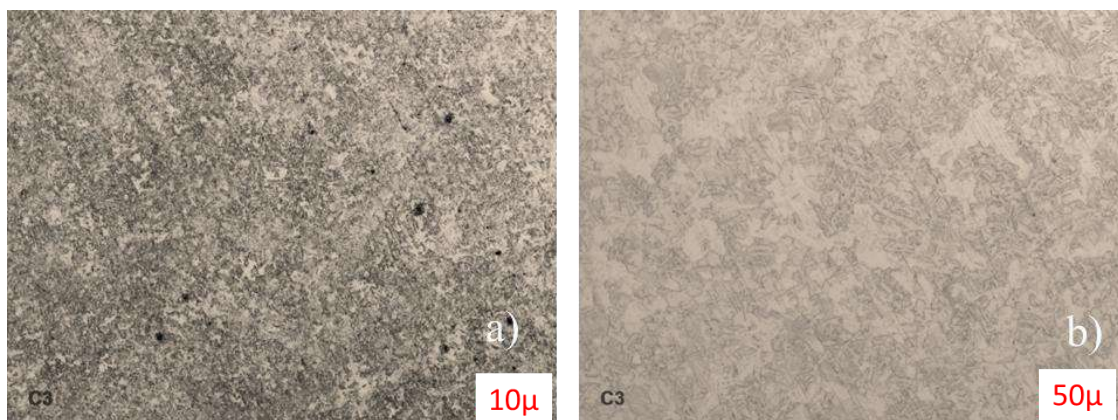


Figura 4. 24. Micrografías del Ciclo 3 de dilatometría a 30 °C/s a 950°C con un enfriamiento a temple. Ataque con Nital a un 3%.

Finalmente se muestran las micrografías en la Figura 4.24, a una velocidad de calentamiento a 30 °C/s, en la que se muestra una microestructura heterogénea con la mezcla de martensita y bainita característica de un enfriamiento a temple. Se puede observar cómo al tener el tiempo necesario para que se lleven a cabo los procesos de difusión, en la formación de la austenita durante el calentamiento, genera una disponibilidad de austenita para transformar durante el enfriamiento, en los diferentes microconstituyentes, de acuerdo con el enfriamiento que se le aplique al acero. Lo que directamente impactara en las temperaturas críticas de transformación durante el enfriamiento. En la Figura 4.25 se muestran las curvas resultantes de la prueba de dilatometría durante el enfriamiento a temple, a partir de la condición de calentamiento mostrada en la Figura 4.20.

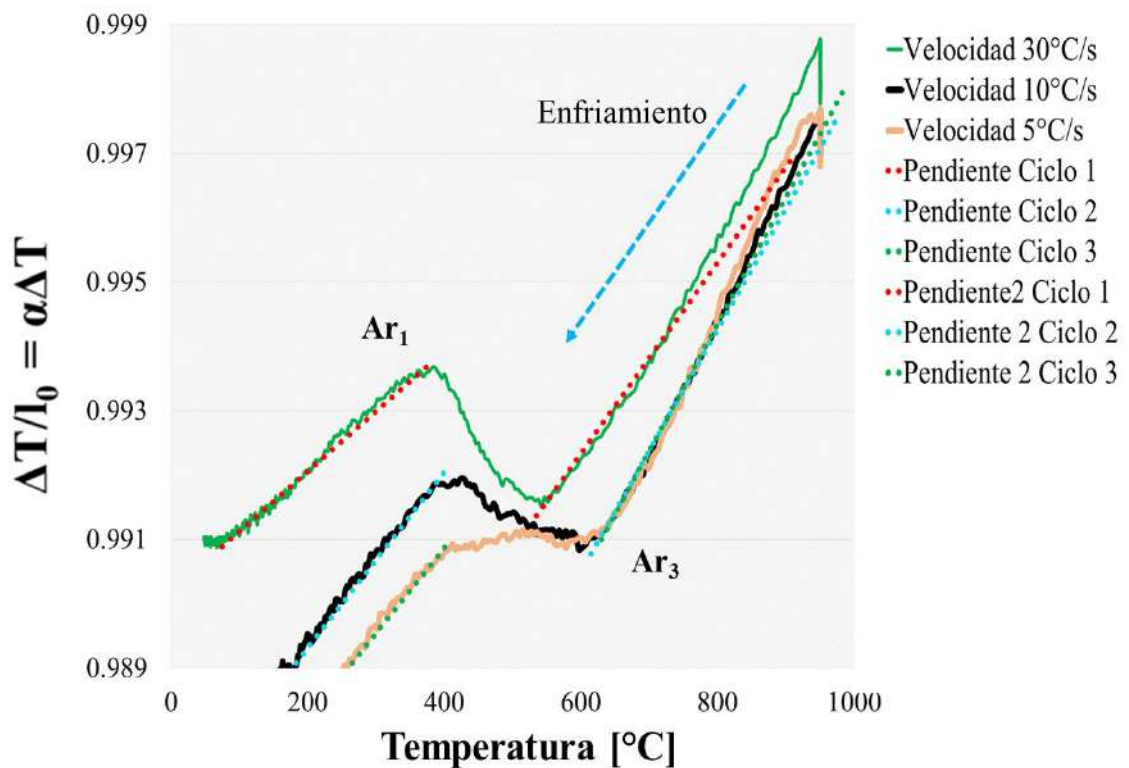


Figura 4. 25. Curvas de dilatometría durante el enfriamiento en un rango de temperatura de 100 °C/s a 30 °C/s para la identificación de Ar_1 y Ar_3 a partir de un calentamiento entre 5°C/s-30°C/s.

Se pueden apreciar los puntos críticos de temperatura divididos en las tres zonas principales, durante el enfriamiento. La primera zona corresponde a la estructura *FCC* en donde se tiene completa la austenita hasta 586.52 °C que corresponde a la temperatura crítica de transformación Ar_3 . La segunda zona que es la transición de transformación de estructura *FCC* a una *BCC*, en las que a partir del enfriamiento a temple se promueve la formación de la martensita. Finalmente, la tercera zona corresponde al fin de la transformación que corresponde a Ar_1 386 °C/s, temperatura crítica de transformación promedio bajo condiciones de calentamiento entre un rango de temperatura entre 5 a 30 °C/s con enfriamiento a temple. Se puede observar que el impacto de una mayor formación de austenita, a una velocidad de 30 °C/s, disminuye las temperaturas críticas de transformación en comparación a las de calentamiento de 5 °C/s y 10 °C/s, impactando directamente en las temperaturas de inicio de la transformación bainítica y martensítica durante enfriamiento a temple.

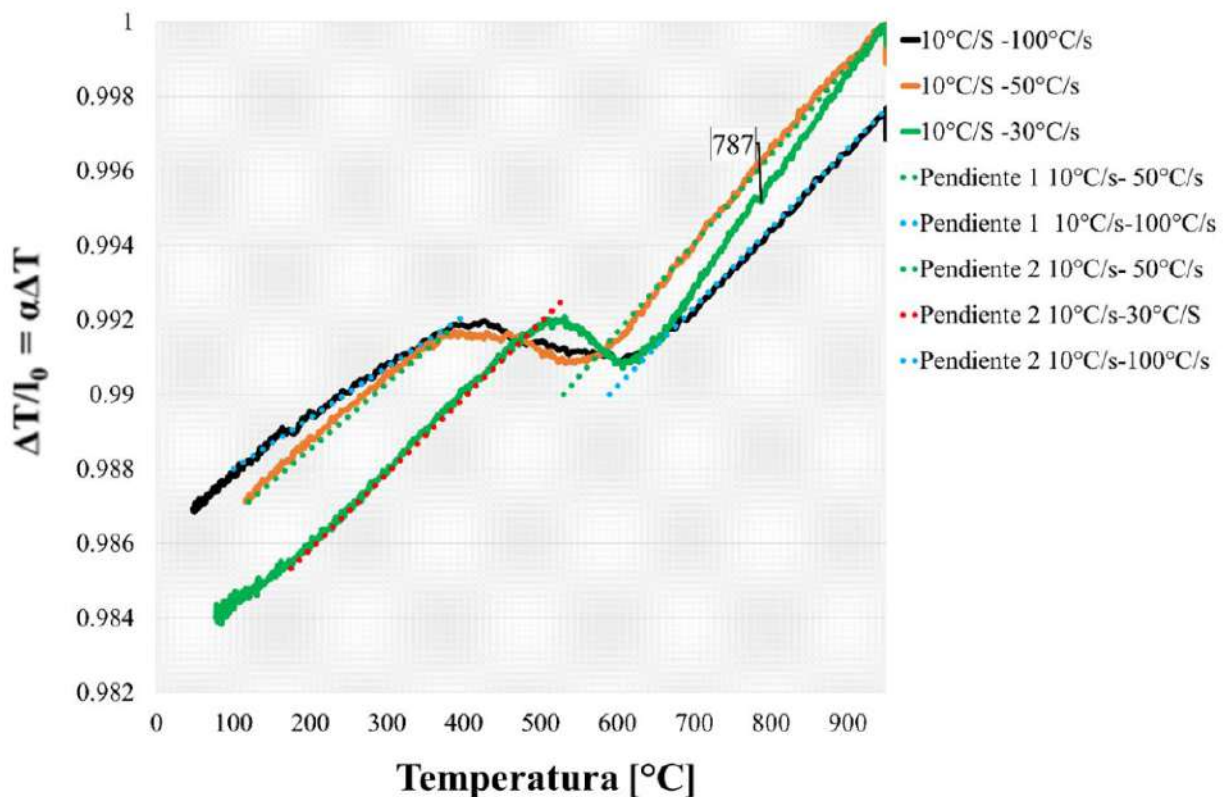


Figura 4. 26. Comparación entre las curvas de dilatación a 10°C/s de calentamiento con enfriamiento a 100, 50 y 30°C/s, para evaluación del efecto que genera la velocidad de enfriamiento.

En la Figura 4.26, se presenta el impacto en las temperaturas críticas de transformación durante el enfriamiento a partir de una condición de calentamiento a 10°C/s. Se aprecia el efecto que genera la velocidad de enfriamiento en la que se puede observar que, para una condición de enfriamiento lento, el acero transforma a una temperatura mayor, acortando la zona austenítica y favoreciendo a la fase ferrítica. En la curva durante el enfriamiento se puede observar la posible formación prematura de una ferrita alotrópica, marcando la Ar_3 a 632.45 °C y la Ar_1 a 507.57 °C, siguiendo el método del pendiente, en donde se pierde la linealidad de la curva con respecto a la pendiente. Esto genera una disminución en la cantidad de austenita disponible para transformar en los microconstituyentes característicos para velocidades medias y lentas de transformación, como lo es la perlita y la ferrita, las cuales influirían en las propiedades finales del acero [171-177].

En la Tabla 4.2, se presenta la recopilación de las temperaturas críticas de transformación del acero experimental bajo las diferentes condiciones de enfriamiento.

Tabla 4. 2. Compilación de las temperaturas obtenidas a las diferentes velocidades de enfriamiento.

Temperaturas críticas de transformación	Enfriamiento			Enfriamiento promedio °C
	5°C/s	10°C/s	30°C/s	
Ar_1	388	377	507	386.0
Ar_3	586	611	632	586.5

Obtenidos los resultados de las temperaturas críticas de transformación, y la influencia que generan las condiciones de calentamiento y enfriamiento en la composición química del acero experimental, se entiende el panorama de comportamiento de del acero experimental durante el proceso termomecánico.

4.3.2 Resultado de tratamiento térmico.

4.3.2.1 Tratamiento térmico en simulador Gleeble para estudio de precipitación.

De las simulaciones de tratamiento con las condiciones presentadas en la Tabla 3.4, se realizó la caracterización de las probetas tratadas térmicamente, para identificar la precipitación tanto en zonas de alta energía, como en la matriz del acero, con imágenes por microscopía electrónica de barrido, mostradas en las Figuras de la 4.27 a la 4.30.

En la Figura 4.27 inciso a), se muestra la microestructura resultante del tratamiento térmico a una temperatura de austenización a 1000°C a 200s, zona en la que se realizó el análisis sin ataque mostrada en el inciso b), de la que se obtuvo indicio de mini huecos, cavidades, que son indicativos de presencia de precipitación. A mayor magnificación se detectaron partículas en las mismas zonas, con un tamaño característico de 6 μm , a las cuales se realizó análisis de *EDS* para determinar la composición química. En los espectros mostrados en el inciso e) y f) se puede observar que la partícula con respecto a la matriz cuenta con una composición química característica a una inclusión.

En la Figura 4.28, se muestra el resultado de la simulación 840 °C a 40s, de la que se obtuvieron imágenes que evidencian potencialmente el carburo en la microestructura templada por la implementación del ataque químico de Nital y Vilella.

El inciso d), muestra a mayor magnificación el interior de la laja de martensita del inciso c), en la que se aprecia el alojamiento de posibles precipitados, que la capacidad del equipo no se logra apreciar a detalle. Por lo que para análisis del fin de precipitación a 840 °C a 200s, se obtuvo el análisis mostrado en la Figura 4.29 por microscopía electrónica de barrido de campo frío y directamente en las lajas de martensita, como se muestra en el inciso a), logrando identificar por *EDS*, un pequeño indicio de precipitación que corresponde a precipitados constituidos por niobio, como lo obtenido por simulación por computadora, como se presenta en el inciso b). Resultado que no es completamente determinante pero que demanda el análisis por técnicas de caracterización avanzadas, como lo es la microscopía de transmisión.

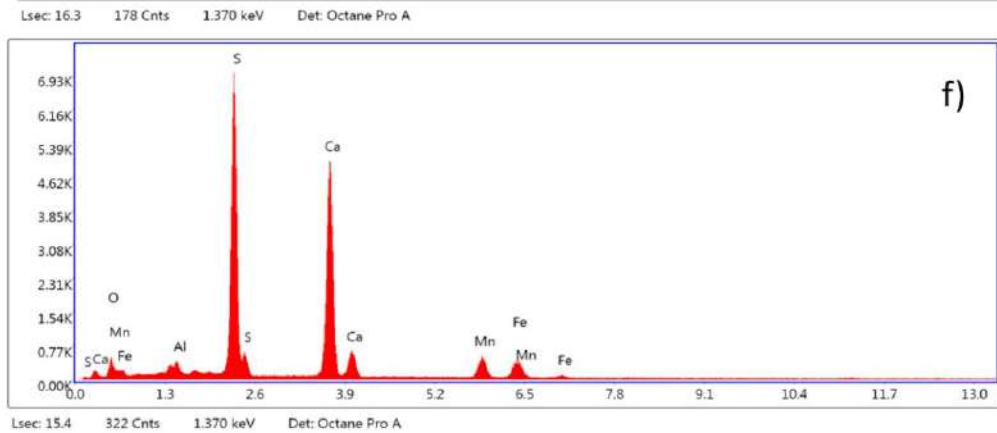
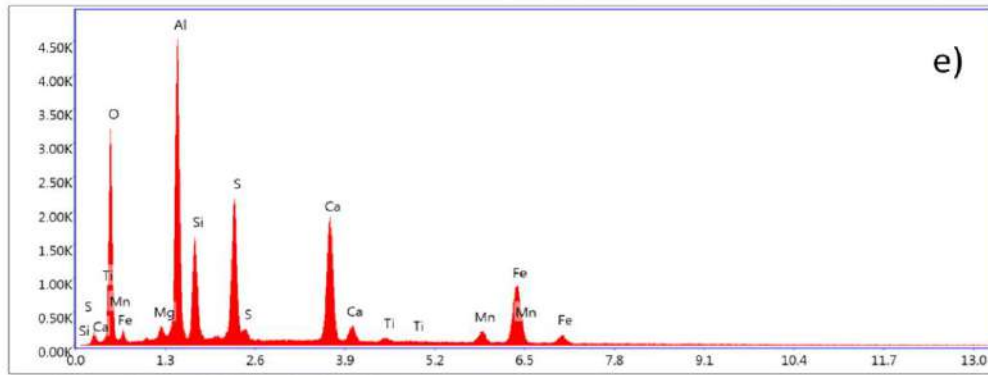
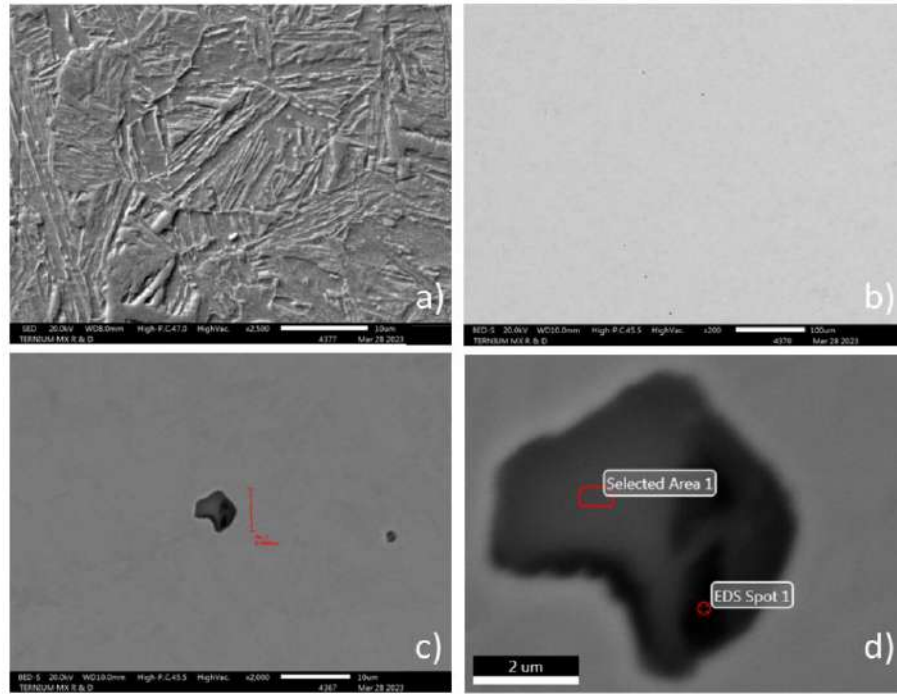


Figura 4. 27. Sulfuros e inclusiones. a) Microestructura revelada con Nital a un 3% a 10 μm . b) Muestra con vibro pulido a 100 μm . c) y d) Análisis de partícula en matriz. e) y f) Análisis por EDS de partícula y matriz.

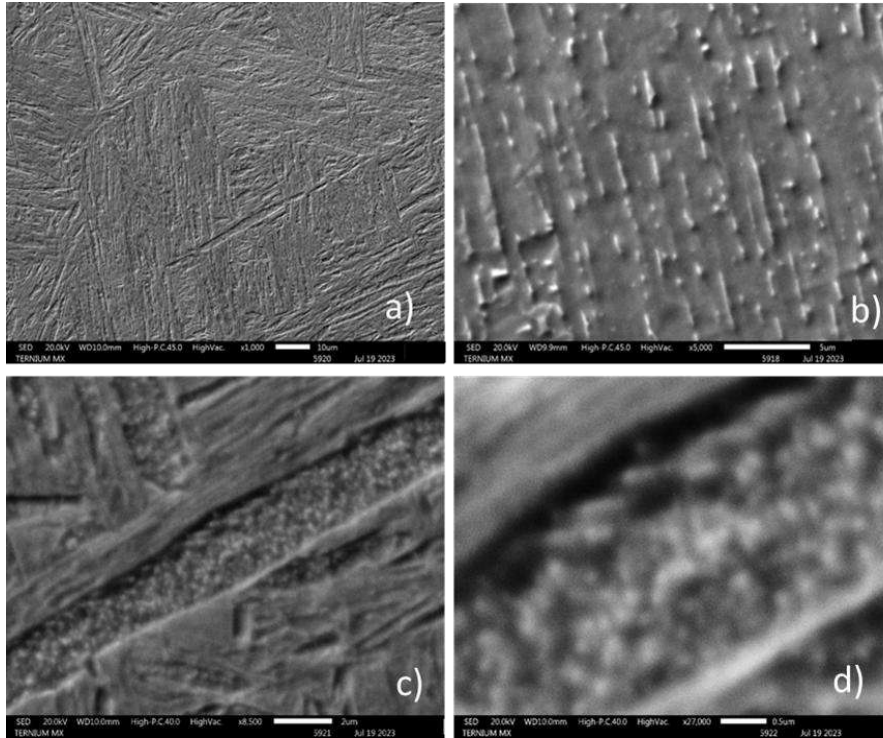


Figura 4. 28. a) Mapeo microestructural a 1000X. b) Evidencia de carburo en zona de lajas de martensita a 5000X. c) Laja de martensita a 8500X. d) Magnificación de laja de martensita con posible presencia de precipitados.

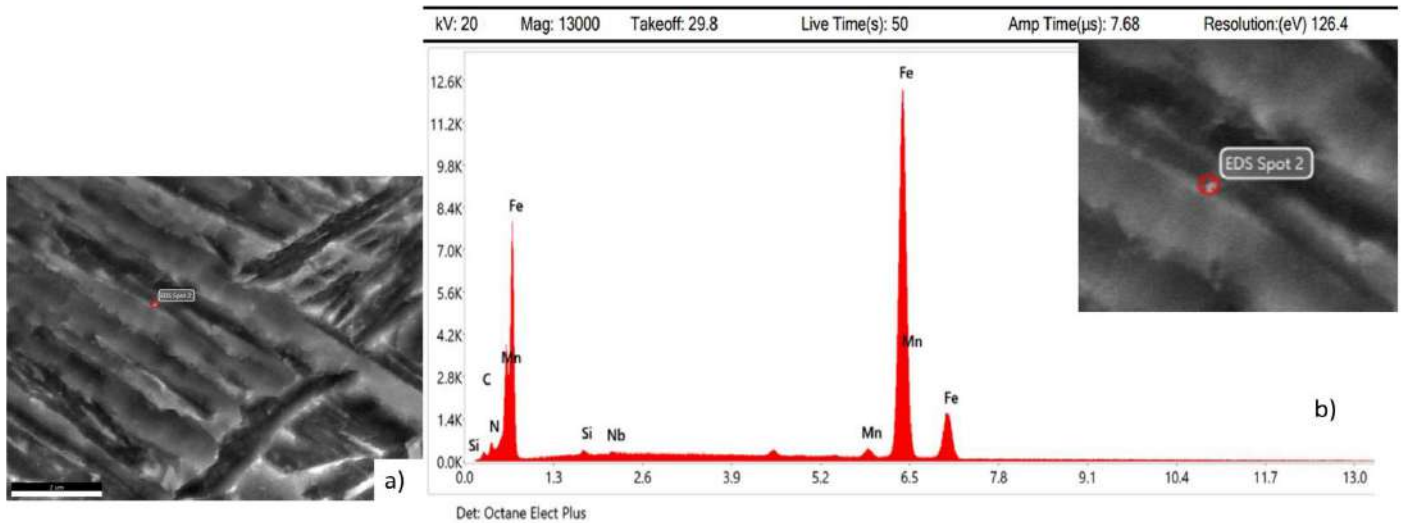


Figura 4. 29. Análisis de EDS a 20kV en zonas con indicios de precipitación. (a) Partícula nanométrica constituida por Nb, C, N. Imagen a 2 μ m. Nivel de energía L del niobio a 2.166ev, detección desde un voltaje de aceleración de 5kV.

4.4 Resultados de los ensayos de compresión en caliente con relajación de esfuerzos

4.4.1 Curvas de fluencia del acero experimental.

De las curvas de fluencia obtenidas, se identificó la deformación por debajo del esfuerzo pico (σ_p) y la deformación pico (ϵ_p), para poder realizar las pruebas de compresión en caliente, de tal forma que no pase a un estado de ablandamiento dinámico durante el proceso del ensayo, para la identificación de la cinética de precipitación.

Se obtuvieron las curvas de esfuerzo deformación, mostradas en las Figuras 4.30 y 4.31, bajo condiciones de $0.5s^{-1}$ y $1s^{-1}$ de velocidad de deformación, en las cuales se detectó que generan una curva de fluencia similar, para las dos condiciones de velocidad de deformación, presentando un leve incremento en los valores de deformación pico y esfuerzo pico, con forme disminuye la temperatura e incrementa la velocidad de deformación.

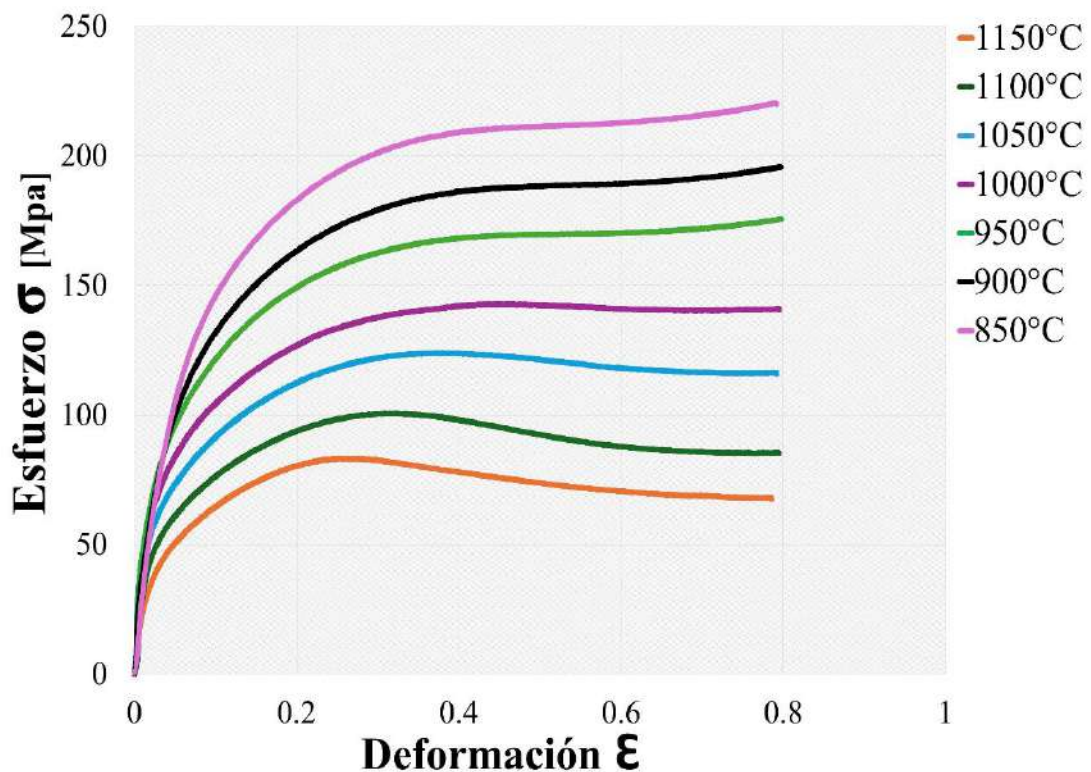


Figura 4. 30. Curva esfuerzo- deformación de las pruebas de compresión en caliente para la determinación de la deformación para pruebas de relajación de esfuerzos. Condición $0.5s^{-1}$ de velocidad de deformación.

En las curvas obtenidas de la condición a $0.5s^{-1}$ de velocidad de deformación, de la Figura 4.30, se puede observar que las curvas por debajo de $1000^{\circ}C$ presentan un comportamiento continuo por el fenómeno de restauración dinámica. Y por encima de $1050^{\circ}C$, se tiene la leve formación de una curvatura que podría reconocerse como la curva característica de pico simple, lo que en la literatura se describe, que la aparición de ciertas ondulaciones podría suponer que se genera una microestructura de grano fino, sin el crecimiento de grano en la microestructura deformada en caliente. Presentándose un comportamiento similar para la condición del incremento de la velocidad de deformación de $1s^{-1}$, remarcando el efecto en el incremento en los valores de σ_p y ϵ_p [57, 58, 64, 87].

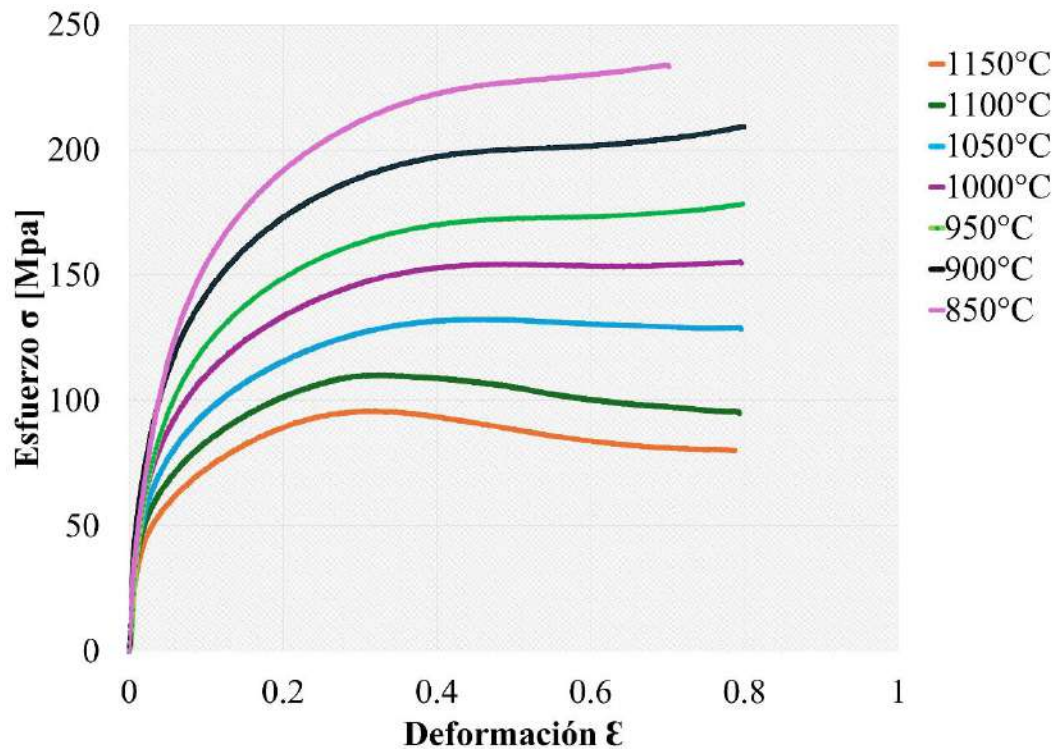


Figura 4. 31. Curva esfuerzo- deformación de las pruebas de compresión en caliente para la determinación de la deformación para pruebas de relajación de esfuerzos. Condición $1s^{-1}$ de velocidad de deformación.

Adicional de conocer los valores de deformación para las pruebas experimentales de compresión en caliente, se obtuvieron los valores de σ_p y ϵ_p , con la metodología mostrada en el Capítulo 3, Figura 3.18.

En la Tabla 4.3, se exhiben los valores de esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ϵ_p) de cada una de las condiciones experimentales de velocidad de deformación.

Tabla 4. 3. Recopilación de valores de σ_p esfuerzo pico y ϵ_p deformación pico de las curvas de fluencia obtenidas de las pruebas de compresión en caliente.

Temperatura	Velocidad de deformación $0.5s^{-1}$		Velocidad de deformación $1s^{-1}$	
	σ_p	ϵ_p	σ_p	ϵ_p
1150	83.07	0.269	95.76	0.317
1100	100.63	0.323	109.97	0.321
1050	123.79	0.360	132.31	0.429
1000	142.77	0.441	154.27	0.479
950	169.57	0.476	173.16	0.578
900	188.56	0.525	200.63	0.538
850	210.91	0.472	228.70	0.556

Para con los valores de esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ϵ_p), poder analizar el fenómeno de ablandamiento del material, y realizar la comprobación de los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento presentes en el acero experimental, durante el trabajo en caliente.

4.4.2 *Diagramas de cinética de precipitación (Precipitation, Temperature, Time – PTT)*

4.4.2.1 *Resultado de las pruebas de relajación de esfuerzos.*

En las Figuras 4.32 a la 4.35, se presentan el comportamiento del acero en función del esfuerzo y el tiempo del ensayo. En las cuatro condiciones de análisis se puede observar un comportamiento repetitivo, ya que, por debajo de $1000^{\circ}C$, se tienen curvas en las que, por el tiempo de ensayo, no es posible apreciar el inicio de precipitación. En las curvas por encima de $1000^{\circ}C$, se identificó el inicio (*Precipitation start, Ps*) y el fin

(*Precipitation finish, Pf*) de precipitación como se exhibió en la metodología, localizando el incremento de esfuerzo y donde la pendiente retoma el comportamiento característico del ablandamiento del acero.

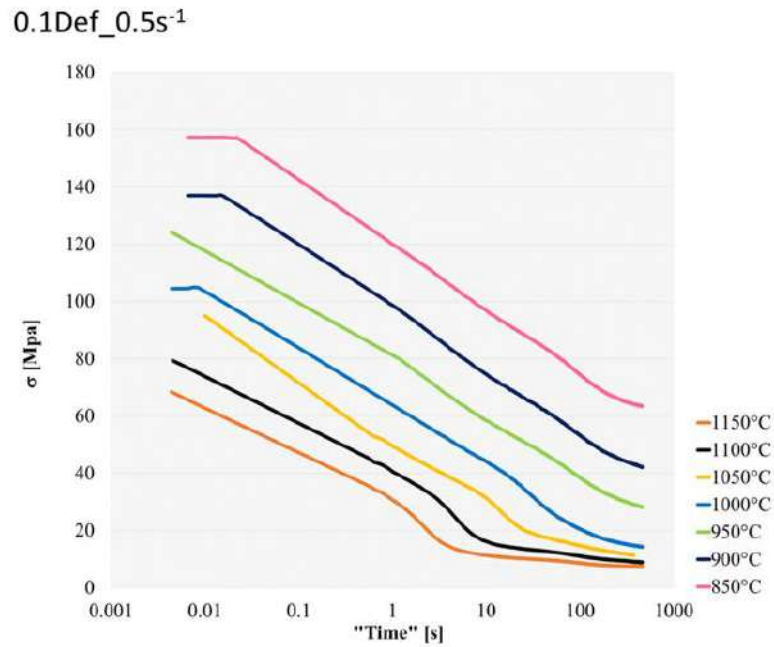


Figura 4. 32. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.1Def_0.5s⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.

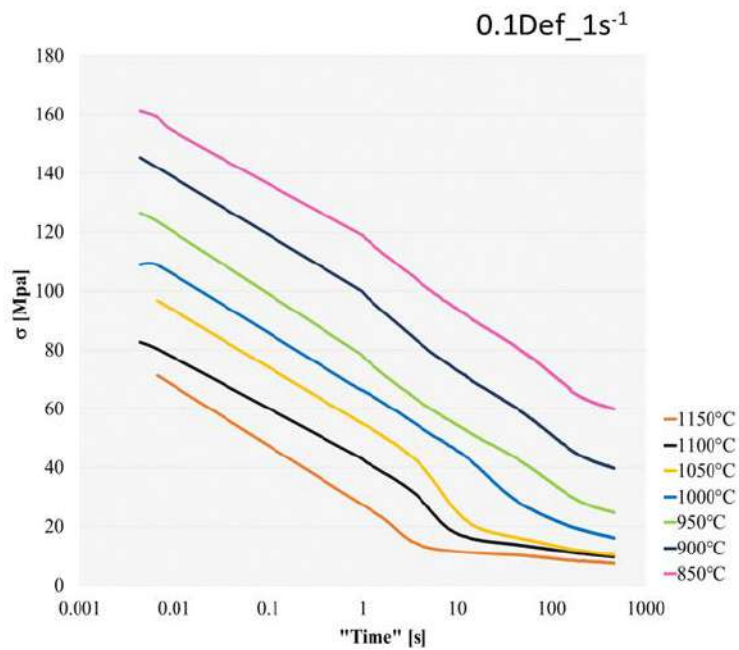


Figura 4. 33. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.1Def_1s⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.

0.2Def_0.5s⁻¹

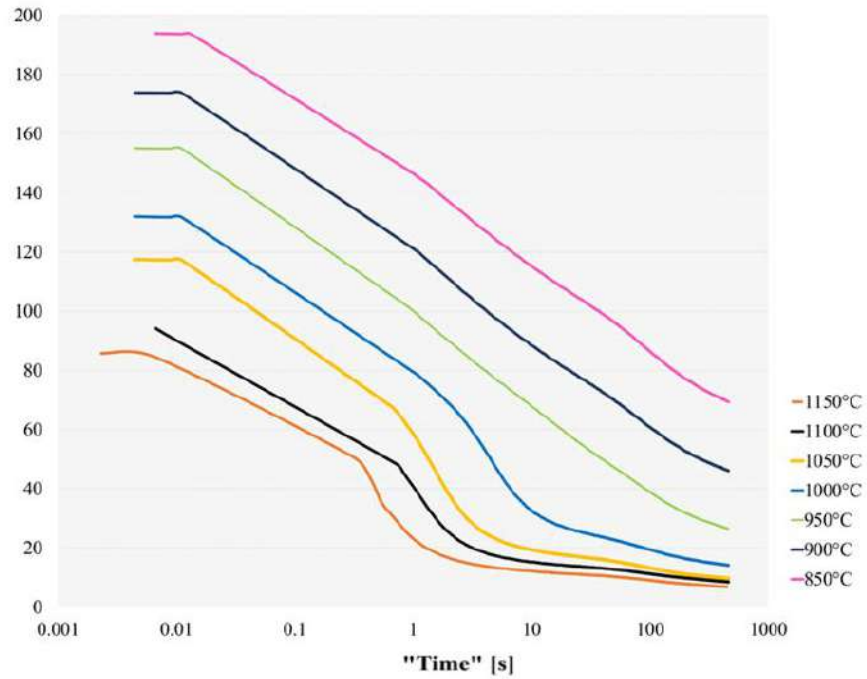


Figura 4. 34. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.2Def_0.5s⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.

0.2Def_1s⁻¹

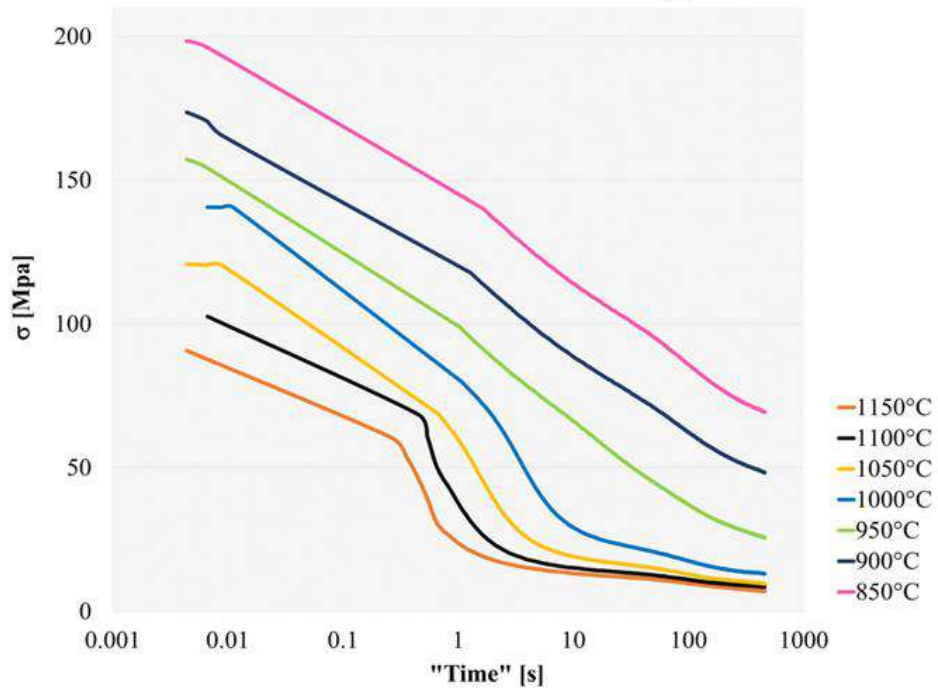


Figura 4. 35. Curvas de ablandamiento del acero experimental. Condiciones de deformación a 0.2Def_1s⁻¹ a temperaturas entre 1150°C y 850°C.

Se puede observar que, a temperaturas entre los 1150 °C y los 1000 °C, el comportamiento en las cuatro condiciones es similar y corresponde a la formación de una meseta de precipitación del tipo pendiente inclinada o plana. Esta característica puede asociarse al efecto de la concentración en peso del elemento a precipitar y la presencia de elementos terceros que intervienen en la precipitación inducida por deformación y que propician un retraso o inhibición del proceso de recristalización en la microestructura a alta temperatura [63, 64, 69, 123].

Tabla 4. 4. Recopilación de los puntos de inicio (Precipitation Start, P_s) y fin (Precipitation finish, P_f) de precipitación.

Condición	Temperatura	Inicio (P_s)	Fin (P_f)
0.1def; 0.5s ⁻¹ ;460s	1150	4.2	30.1
	1100	9.5	55.2
	1050	29.8	-
	1000	79.3	-
	950	-	-
	900	-	-
	850	-	-
	1150	5.0	52.8
0.1def; 1s ⁻¹ ;460s	1100	8.6	44.7
	1050	13.8	75.0
	1000	52.5	146.2
	950	-	-
	900	-	-
	850	-	-
	1150	6.8	42.5
	1100	5.9	41.2
0.2def; 0.5s ⁻¹ ;460s	1050	5.9	38.4
	1000	18.2	61.9
	950	-	-
	900	-	-
	850	-	-
	1150	4.7	50.6
	1100	5.9	47.9
	1050	11.9	49.5
0.2def; 1s ⁻¹ ;460s	1000	20.6	65.9
	950	-	-
	900	-	-
	850	-	-

En la Tabla 4.4, se muestran los valores de cada punto de inicio (P_s) y fin (P_f) de precipitación obtenidos de las condiciones de temperatura, deformación y velocidades de deformación, en las que fue posible la identificación de la pendiente de las curvas de ablandamiento obtenidas por las pruebas de compresión en caliente. Con estos valores se realizó la construcción de las curvas experimentales de la cinética de precipitación para el entendimiento de cuál es el mecanismo de precipitación que presenta el acero experimental durante el proceso de laminación en caliente.

4.4.2.2 *Construcción de diagramas de cinética precipitación, PTT.*

Con los valores de tiempo exhibidos en la Tabla 4.4 se realizó la gráfica mostrada en la Figura 4.36 que muestra las curvas experimentales de cinética de precipitación (PTT, tiempo, temperatura y precipitación), de cada condición de deformación y velocidad de deformación aplicado en las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos. El comportamiento de la cinética de precipitación, en función del tiempo y la temperatura, exhibe el corrimiento de las curvas hacia la izquierda, en comparación con las obtenidas por simulación, lo que indica la aceleración de la precipitación promovida por efecto de la deformación y la energía de activación dada por la temperatura [57, 58, 64, 87].

Las curvas experimentales adoptan la característica representativa de tipo “C”, comportamiento que está en función de la fuerza motora de precipitación y el proceso de difusión. Siendo que la fuerza motora se ve afectada por la formación de nuevas superficies y el acomodo de la matriz durante la deformación del acero.

En las curvas PTT, se puede observar que el punto en el que inicia la curva está cercano a la temperatura de disolución del precipitado en la aleación, y la nariz, que es la zona central de la curva, no se encuentra completamente marcada, ya que está la influencia de la concentración del elemento a precipitar y la alta difusividad que se tiene por efectos de la temperatura.

En las curvas a condiciones de baja deformación, en las que las mesetas son de tipo planas y alta temperatura, la zona de la nariz no es completamente distinguible, y

puede atribuirse al tamaño del compuesto, la fracción volumétrica y la distribución. Puede observarse en la curva de la condición de deformación de 0.2 a 0.5s-1 de velocidad de deformación, se presenta la formación de una nariz estable a 1050°C, y que diferencia de las demás condiciones, es distinguible. Se ha destacado que el contenido de C y N, son influyentes en la detección del inicio y el fin de precipitación, así como la microaleación de elementos que promueven la precipitación, como es el caso del Nb y el Ti con altos productos de solubilidad produciendo una mayor fuerza motora de precipitación que promueven la nucleación de elementos como lo es el Ti que provoca centros de nucleación para la precipitación del Nb (C, N) inducida por deformación [64, 69, 123].

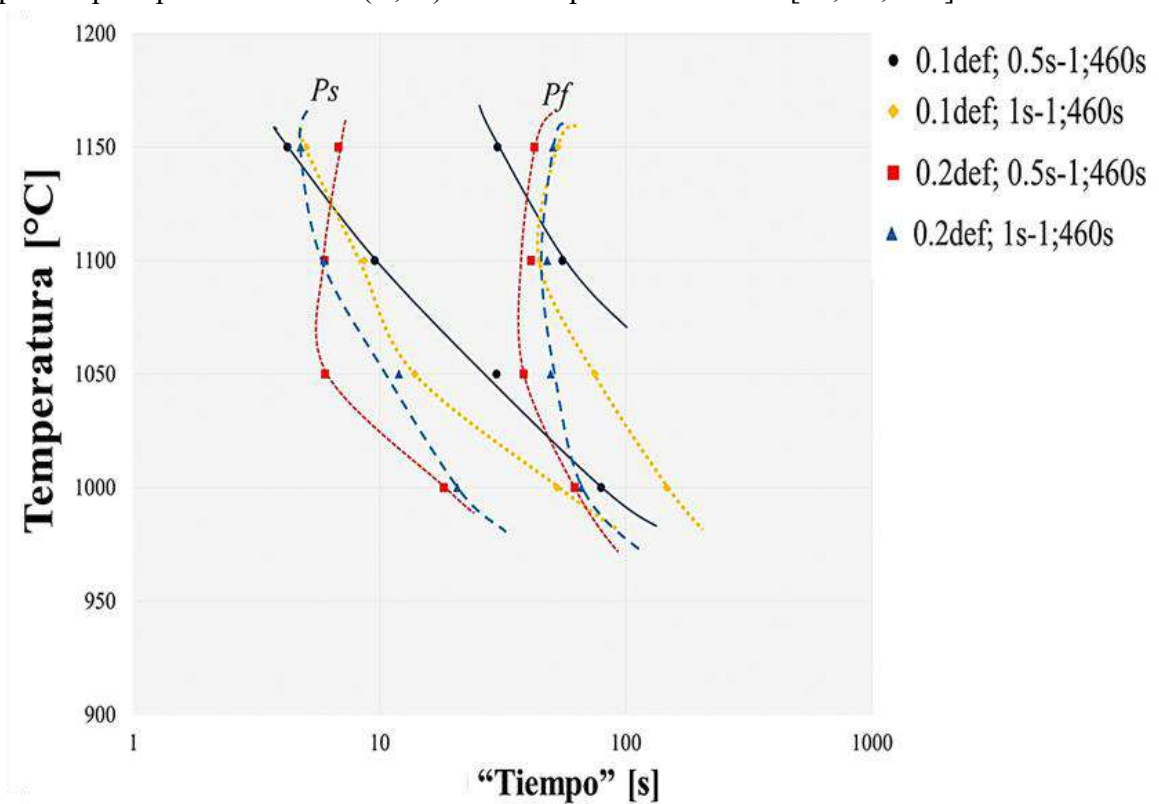


Figura 4. 36. Construcción de las curvas de cinética de precipitación (PTT) experimental del acero API 5XL PSL2.

Se puede observar la similitud en el comportamiento de la formación de la curva de cinética de precipitación a alta temperatura obtenida por simulación como experimentalmente, replicando la formación de la curva en "C" en la zona potencial de precipitación que va desde los 1000°C a los 1150°C, específicamente para la locación de precipitados en el límite de grano.

4.5 Cálculo del esfuerzo máximo para seguir deformando (MFS).

Para evaluar las temperaturas de no recristalización se realizó el cálculo del *MFS* y se obtuvieron los valores mostrados en las Tabla 4.5 y 4.6, en las respectivas condiciones de velocidad de deformación a 0.5s^{-1} y 1s^{-1} . En las Figuras 4.37 y 4.38 se exhibe las curvas del comportamiento del esfuerzo máximo (*Mean Flow Stress, MFS*) con respecto a la temperatura, con las que se identificó que la temperatura de no recristalización se presenta por encima de $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ o se encuentra localizada en el único cambio significativo mostrado entre $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $850\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tabla 4. 5. Recopilación de los valores del esfuerzo máximo (MFS) del acero API 5XL PSL2 a temperaturas experimentales bajo una velocidad de deformación de 0.5s^{-1} .

Temperatura [°C]	Velocidad de deformación 0.5s^{-1}			
	Deformación	Esfuerzo [MPa]	Temperatura 1/T	MFS
	ϵ	σ	T °C	
1150	0.74	82.8	0.70	17.10
1100	0.74	100.6	0.72	20.93
1050	0.72	124.0	0.75	27.77
1000	0.73	141.9	0.78	32.28
950	0.73	172.9	0.81	38.29
900	0.73	192.6	0.85	42.34
850	0.79	220.4	0.89	71.40

Tabla 4. 6. Recopilación de los valores de MFS del acero experimental a temperaturas experimentales a una velocidad de deformación de $1s^{-1}$.

Temperatura [°C]	Velocidad de deformación $1s^{-1}$			
	Deformación	Esfuerzo [MPa]	Temperatura 1/T	MFS
	ϵ	σ	T °C	
1150	0.78	95.93	0.702	53.37
1100	0.79	110.12	0.728	58.351
1050	0.79	132.54	0.755	71.48
1000	0.79	155.48	0.785	85.26
950	0.79	178.45	0.817	95.69
900	0.79	209.36	0.852	116.59
850	0.70	234.01	0.89	234.01

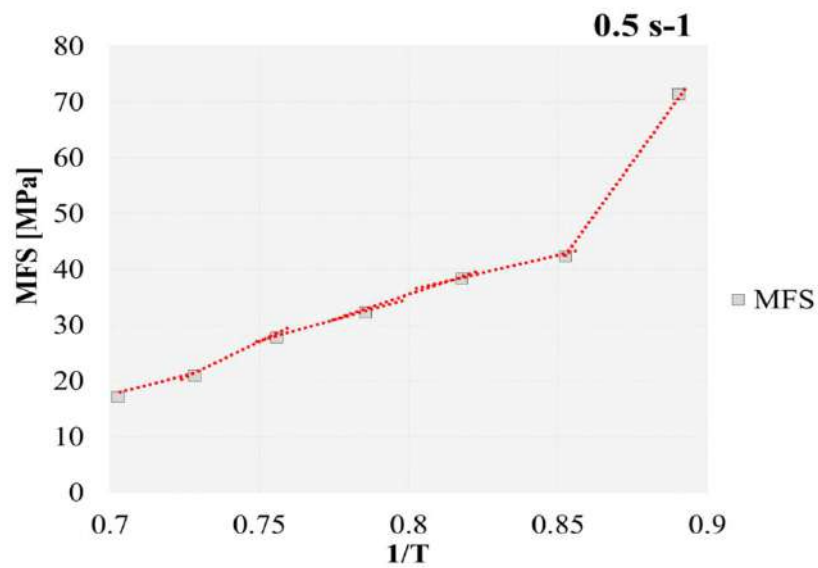


Figura 4. 37. Gráficas de MFS contra la temperatura del acero experimental a una velocidad de deformación de $0.5s^{-1}$.

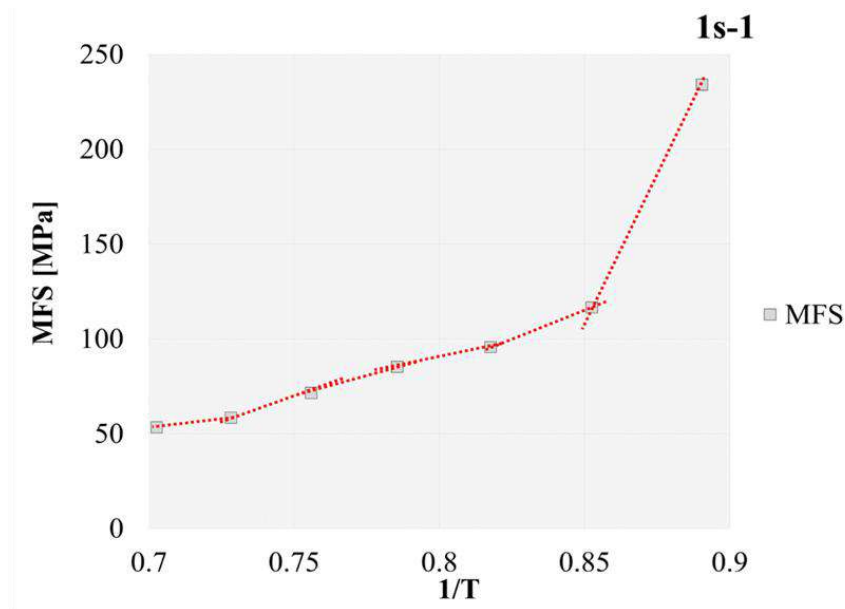


Figura 4. 38. Gráficas de MFS contra la temperatura del acero experimental a una velocidad de deformación de $1s^{-1}$.

En ambas gráficas, 4.37 y 4.38 se pueden observar los siete puntos de *MFS* para cada una de las temperaturas experimentales, desde $1150^{\circ}C$ a $850^{\circ}C$, y el primer cambio en la curva en un rango de $900^{\circ}C$ - $930^{\circ}C$, el cual coincide con la temperatura crítica de transformación Ac_3 , obtenida por las pruebas de dilatometría y lo obtenido por simulación por JMatPro. Haciéndose la correlación del resultado obtenido de las curvas de ablandamiento y la obtención de las mesetas planas que indican el retraso en la recristalización por efectos de la precipitación, se demuestra con la curva del *MFS* contra el inverso de la temperatura, que durante el proceso de laminación en caliente no presenta un mecanismo de recristalización dinámica, lo que será sustentado con el resultado de la caracterización de la microestructura deformada en caliente [57, 58, 69, 97, 123].

4.5.1 Retraso de la recristalización por efectos de la precipitación.

Para la validación del retraso de e la recristalización de la microestructura experimental, de las probetas obtenidas de las pruebas de relajación de esfuerzos, en las Figuras 4.39 a la 4.42, se presentan las micrografías a $50\mu m$ de los barridos generados en la microestructura revelada por la inmersión de las muestras en la solución de ácido pícrico y clorhídrico, para identificar indicios de nucleación y crecimiento de grano que exhiban la recristalización. En las cuatro condiciones, a las diferentes temperaturas de entre

1150°C hasta 850°C, se tiene evidencia el retraso e inhibición del mecanismo de recristalización durante la deformación en caliente, ya que no se presentan indicios de centros de nucleación y crecimiento de grano en la microestructura. Se reconoce que el tamaño y la morfología del grano austenítico, no presenta una deformación significativa, lo que lleva a intuir que la deformación dada no afectó la morfología inicial del tamaño de grano austenítico previo a la deformación. Se detectó que con forme disminuye la temperatura, se exhibe la evidencia de un engrosamiento de los límites de grano, el cual podría atribuirse a diferentes factores como lo son, la capacidad de ataque químico para revelar el límite de grano, la presencia de un mecanismo de precipitación y la formación de una ferrita alotrópica, que es característica en aceros HSLA de alta aleación y resistencia. La formación prematura de la ferrita alotrópica está sustentado con los resultados de la descomposición de la austenita derivado de un calentamiento de 10°C/s durante un enfriamiento de 30 °C/s, mostrado en la discusión de la Figura 4.26 [63, 64, 123].

Adicionalmente, se discute que en aceros microaleados, por efecto de la deformación, se puede presentar una precipitación preferencial de compuestos constituidos de $M_{23}C_6$, que son carburo enriquecido de Cr, Mo, V. Las cuales pueden generar la formación de micro cavidades alrededor de las partículas, lo que respaldaría el engrosamiento del límite de grano de las muestras deformadas en las micrografías presentadas.

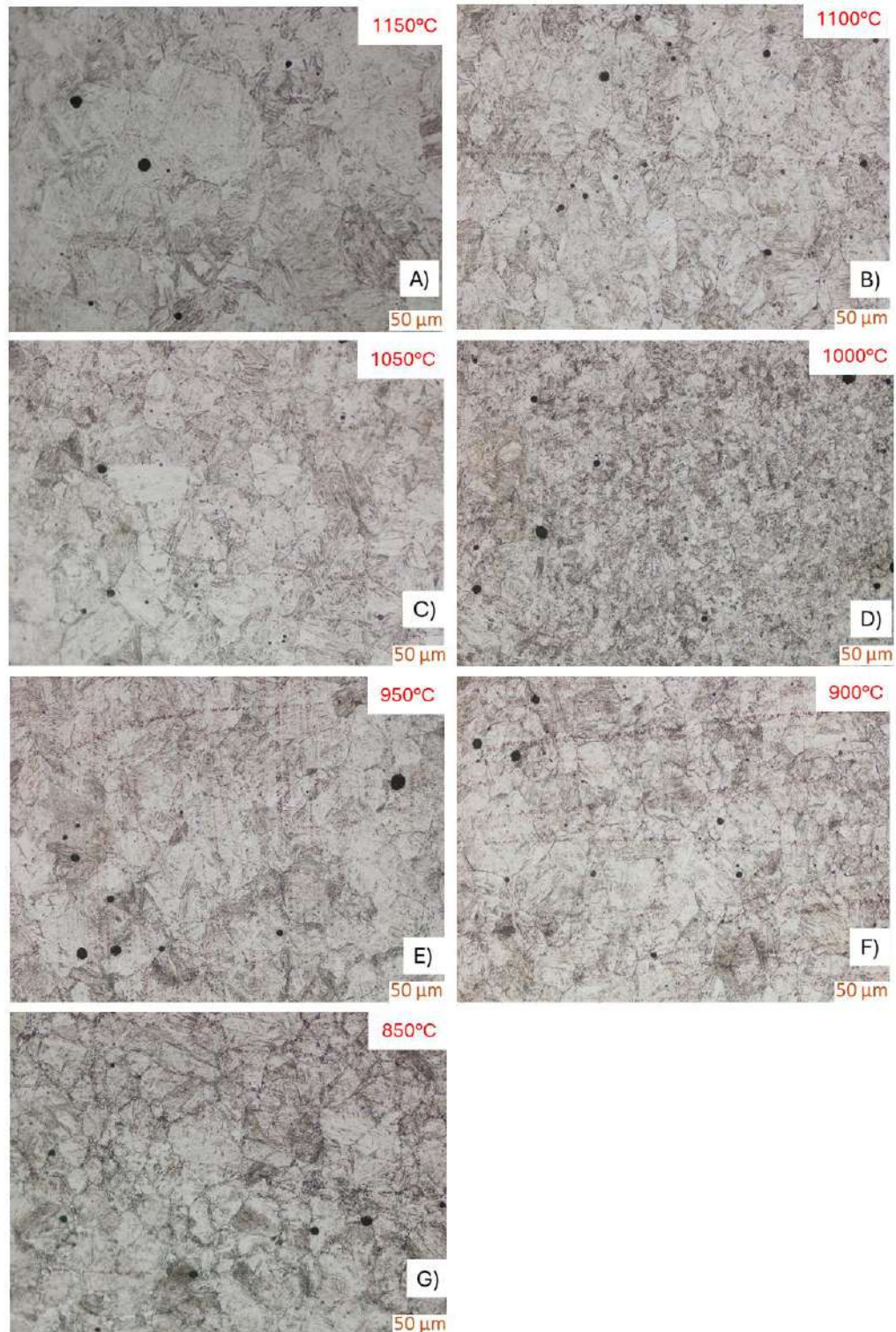


Figura 4. 39. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a $0.1 \text{ Def}_{0.5\text{s}^{-1}}$.

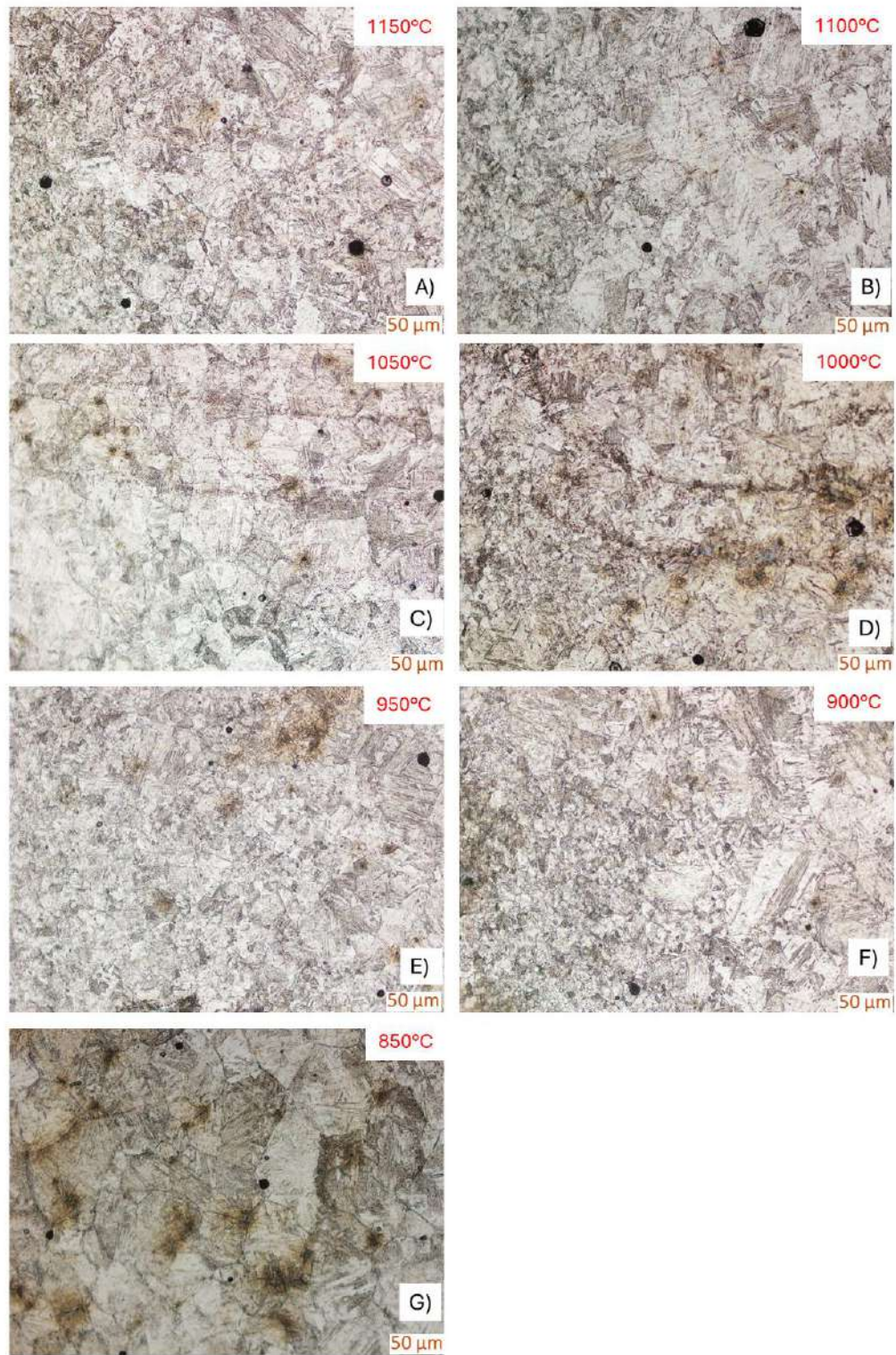


Figura 4. 40. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a $0.1 \text{ Def}_1 \text{ s}^{-1}$.

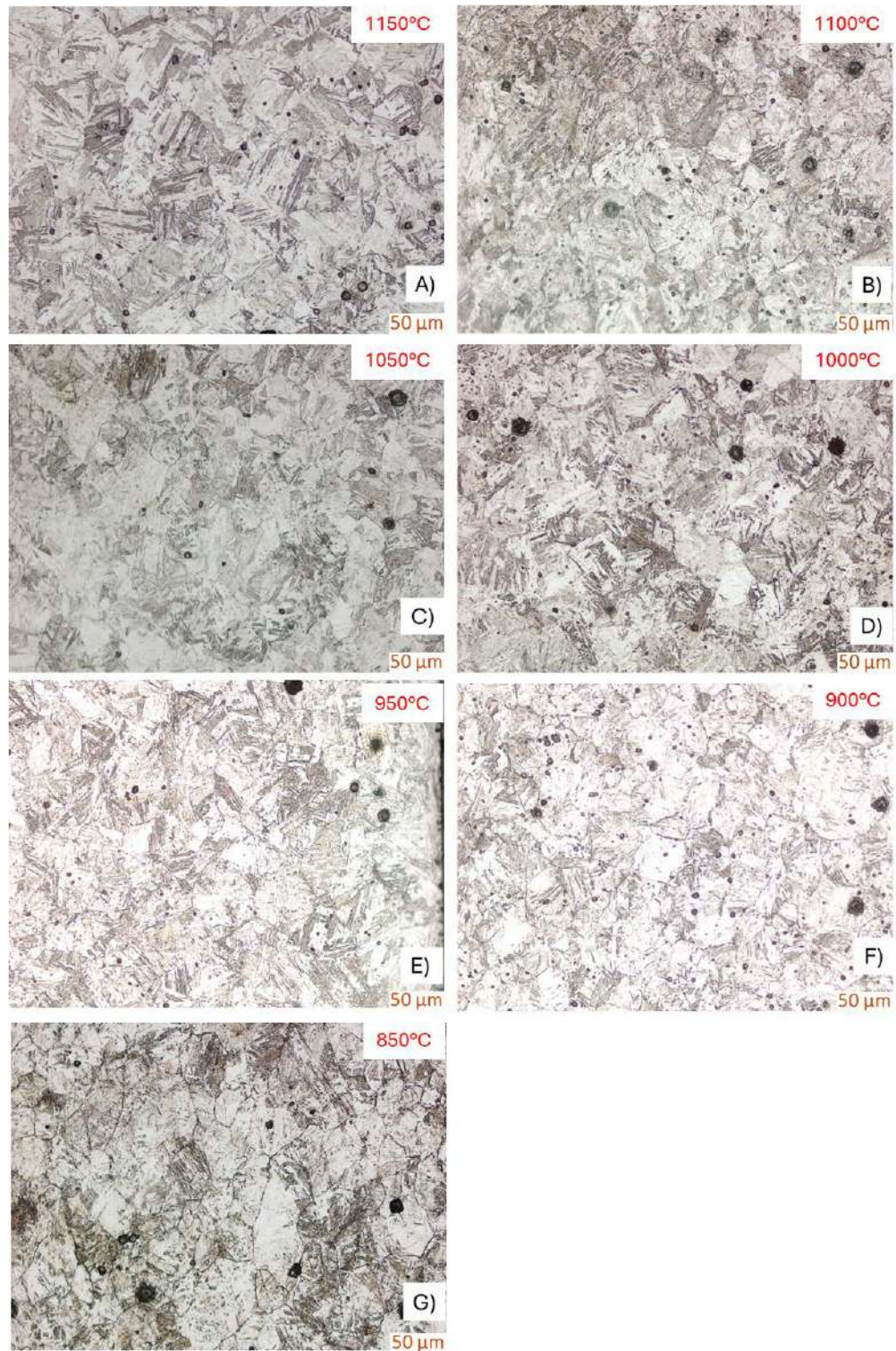


Figura 4. 41. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a $0.2 \text{ Def}_1 \text{s}^{-1}$.



Figura 4. 42. Determinación del retraso de la recristalización en probetas resultantes de las pruebas de compresión en caliente con relajación de esfuerzos a $0.2 \text{ Def}_1 \text{s}^{-1}$.

En la Figura 4.43 se muestra el esquema representativo de la precipitación intergranular preferencial, que coincide con el resultado del fenómeno del engrosamiento del límite de grano austenítico deformado, en las cuatro condiciones de deformación y conforme disminuye la temperatura. Lo que apunta a la identificación del mecanismo de precipitación inducida por deformación que presenta el acero experimental durante el proceso de laminación en caliente.

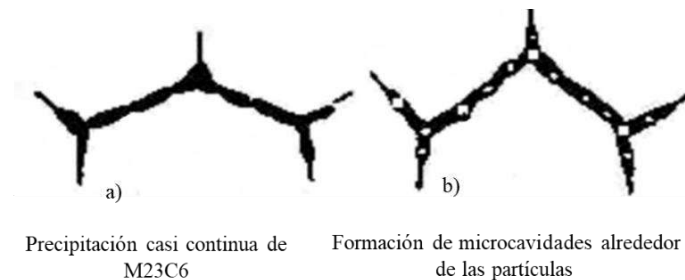


Figura 4. 43. Precipitación de Nb (C, N) o M23C6 (carburo enriquecido de Cr, Mo, V) [58,64,121,145,148].

En la Figura 4.44 se representa el efecto que genera la precipitación intergranular inducida durante la deformación en caliente, retardando el mecanismo de recrystalización por la anulación en la formación de centros de nucleación y crecimiento de grano.

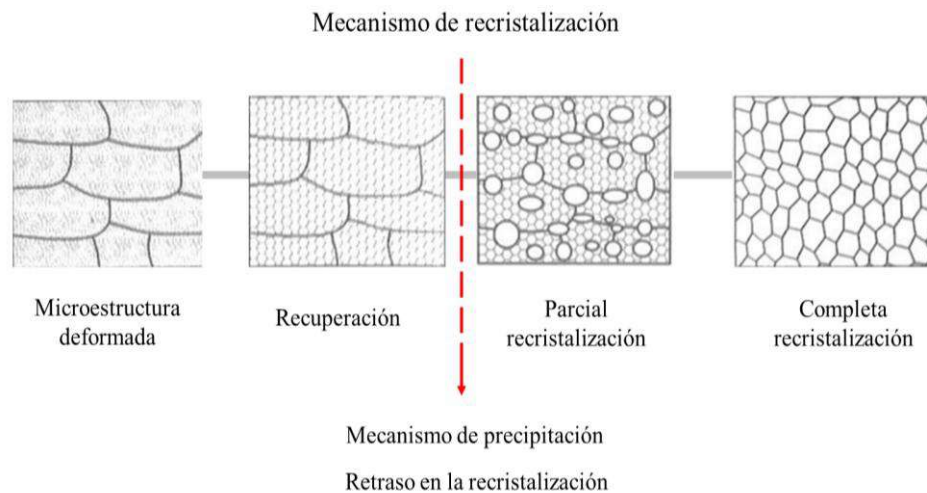


Figura 4. 44. Retraso de la recrystalización efectos de la precipitación inducida por deformación en el acero experimental [128,135,139].

A partir de este hallazgo, se sustenta la caracterización exhaustiva de la microestructura para determinar el mecanismo de precipitación que presenta el acero de alta aleación y resistencia.

4.6 Análisis de la interacción de los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento.

Para validar el comportamiento de la microestructura por efecto de la deformación en caliente y la interacción que se presenta entre el ablandamiento y endurecimiento, se obtuvieron las curvas de deformación pico contra la velocidad de deformación y deformación contra la constante de Zener, utilizando los valores mostrados en la Tabla 4.3 [138-145].

4.6.1 Determinación del ϵ_p / velocidad de deformación (s-1).

En la Figura 4.45 se presenta la deformación pico (ϵ_p) contra la velocidad de deformación en las dos condiciones experimentales. En ambas condiciones se puede observar un comportamiento continuo con una tendencia creciente en todas las temperaturas considerando que, si el comportamiento de las curvas es continuo, significa que no se presenta la interacción entre los dos mecanismos de endurecimiento y ablandamiento. Experimentalmente se tiene la limitante de contar con solo dos velocidades de deformación que no permite la apreciación del retraso de la recrystalización por efecto de la precipitación inducida por deformación, provocando que sea necesario la aplicación de mayor deformación para promover la generación de nucleación y crecimiento de grano.

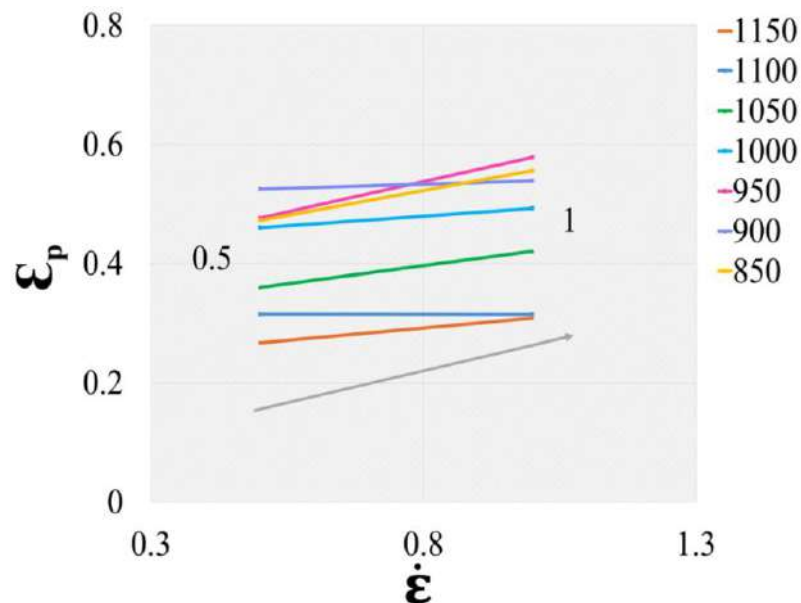


Figura 4. 45. Representación gráfica de la dependencia de la deformación pico (ϵ_p) de la velocidad de deformación (s-1) en las diferentes temperaturas experimentales.

4.6.2 Determinación de Z: ϵ_p / Z .

Siguiendo con la comprobación del retraso de la recrystalización en la Figura 4.46, se muestra la relación de la velocidad de deformación con respecto a los valores de Z desde 1150 °C a 850°C, de izquierda a derecha.

De esta gráfica se puede respaldar el retraso de la recrystalización por la dependencia de ϵ_p con los valores de Z, en las que se puede observar que desde temperaturas altas los valores de ϵ_p se van incrementando con forme incrementa Z, lo que respalda que para que se lleve a cabo un proceso de ablandamiento en la microestructura es necesario el incremento de la deformación [143, 145-148]. De esta forma se lograrían la formación de nuevos granos y el ablandamiento general de la microestructura. Este comportamiento puede asociarse al efecto que generan los elementos microaleantes, y específicamente el mecanismo de precipitación localizado en los límites de grano, que promueve que, durante el proceso de deformación en caliente, la recrystalización no progrese.

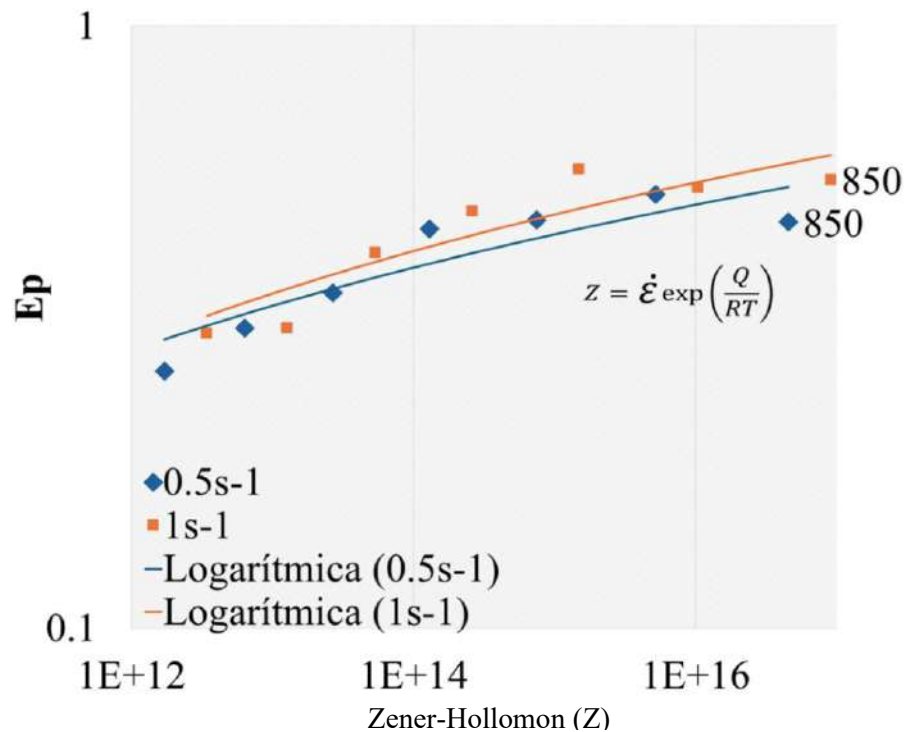


Figura 4. 46. Representación gráfica de la dependencia de la deformación pico (ϵ_p) del parámetro de Zener-Hollomon (Z) [143].

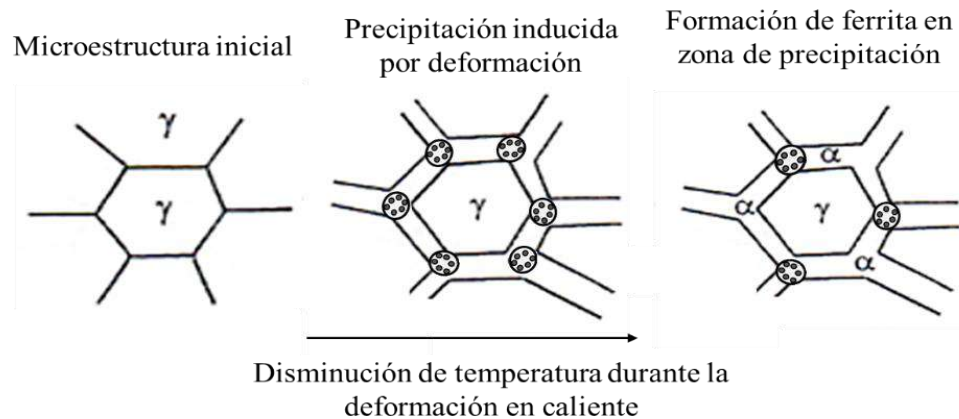


Figura 4. 47. Formación de la ferrita en zona de precipitación inducida por deformación con forme disminuye la temperatura [47,63,123].

Se puede apreciar que, a una temperatura de 850°C, se presenta una caída en los valores de deformación pico (ϵ_p), la cual puede asociarse a un ablandamiento. Este mecanismo podría estarse debiendo a las zonas potenciales de precipitación en los límites de grano, que durante la deformación promueven la nucleación y formación de ferrita inducida por deformación en la zona de precipitación y que se encuentra esquematizado en la Figura 4.47.

4.7 Caracterización microestructural: Precipitación.

En relación con los hallazgos obtenidos de la caracterización por microscopía óptica, para el entendimiento y determinación del mecanismo de precipitación del acero experimental, se obtuvo el análisis microestructural de las muestras con compresión en caliente con relajación de esfuerzos por microscopía electrónica de barrido. Anteriormente se presentaron los resultados del análisis de precipitación en la matriz del acero de las muestras con solo tratamiento térmico, los cuales no presentaron un comportamiento contundente para determinar el mecanismo de endurecimiento en la matriz del acero. Por lo que se continuó la exploración, pero ahora con las muestras bajo la condición de deformación. A continuación, se presentan los barridos las zonas centrales de la muestra y el desglose de los hallazgos microestructurales.

4.7.1 Precipitación: caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB).

De las muestras observadas por microscopía óptica se obtuvieron las micrografías exhibidas en las Figuras 4.39 a la 4.42 en las que se logró identificar un indicio de formación de precipitación preferencialmente localizada en el límite de grano, y por lo que se obtuvieron las imágenes de MEB mostradas en las Figuras mostradas a continuación [60, 66, 71, 87, 89].

En la Figura 4.48 se muestran las imágenes de *MEB*, a una condición de deformación de 0.1 y de velocidad de deformación de 0.5 s^{-1} , en la que se puede observar que con forme disminuye la temperatura se tiene la evidencia del revelado del límite de grano con posible presencia de precipitación. Hallazgo que fue obtenido en el análisis microestructural por microscopía óptica, solo a una temperatura de 850°C , evidenciando que el fenómeno de engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado comienza apareciendo desde los 1150°C hasta los 850°C , y va evolucionando con forme disminuye la temperatura. En las imágenes de *MEB*, se puede observar la mezcla de morfologías típica de la martensita y la bainita, resultado del enfriamiento a temple dado en cada una de las pruebas. En las imágenes se identifica el límite de grano (LG), así como también las zonas del límite en las que se tiene la formación de cavidades por indicios de precipitación (LG-P) [101, 103, 110, 111]. Obsérvese que para la condición 2, de 0.1 de deformación y 1 s^{-1} de velocidad de deformación, mostrada en la Figura 4.49, se exhibe la aparición de cavidades dentro del paquete original que corresponde al grano austenítico deformado. Este comportamiento se puede atribuir a la respuesta de la microestructura por el incremento de la velocidad de deformación, y la generación de paquetes de subestructuras dentro del paquete original del grano austenítico deformado (LG-P-s) [87,88, 112-119]. Por lo que la precipitación inicial y preferencialmente localizada en los límites de grano, cómo se expone en la condición mostrada en la Figura 4.48, migran a las zonas de las subestructuras por efectos de la deformación, la velocidad de deformación y las condiciones de temperatura y tiempo, reconocidas como paquetes de subestructuras.

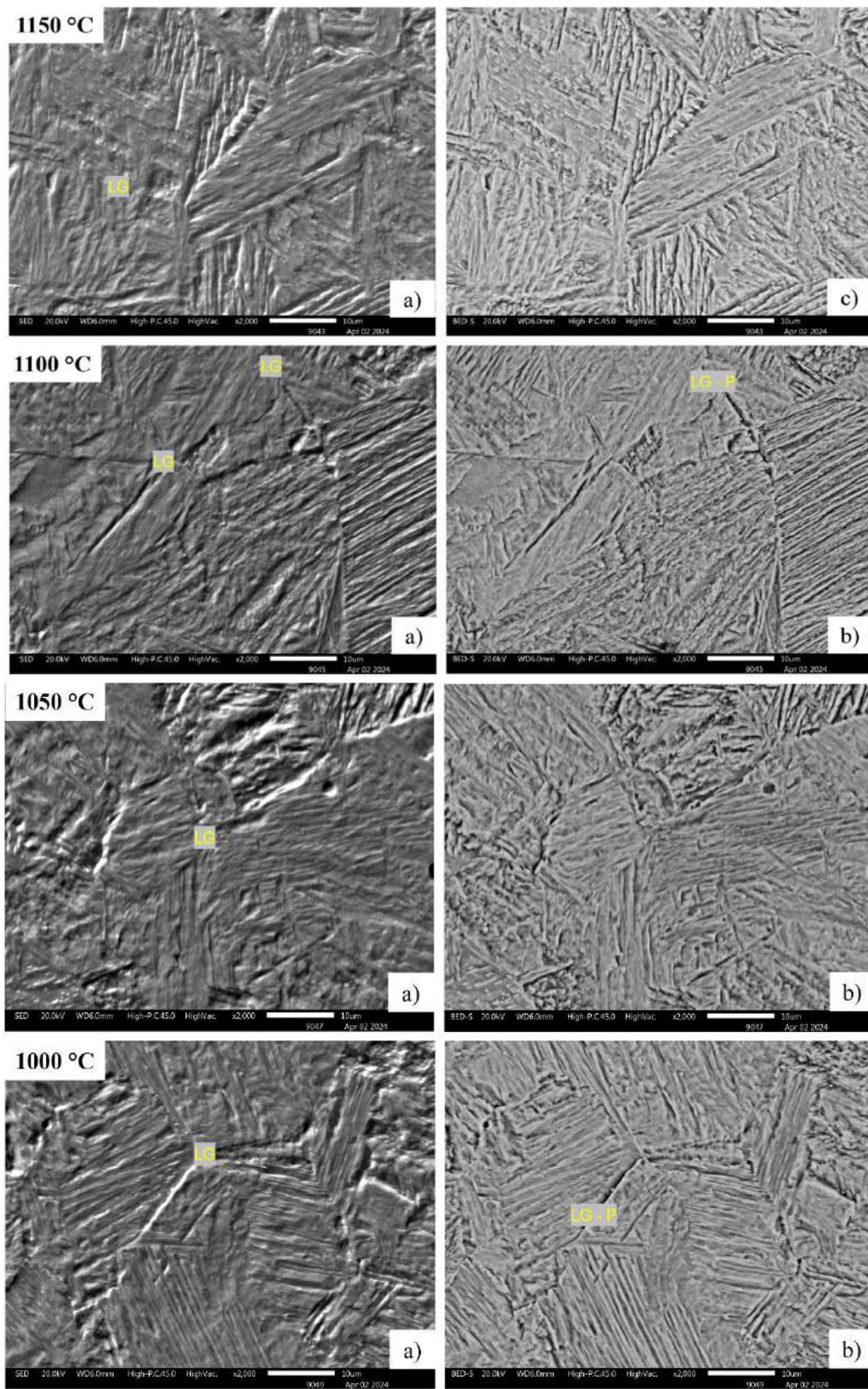


Figura 4. 48. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. a) SED, b) BEDS a 2000x, 0.1 Def_0.5s⁻¹.

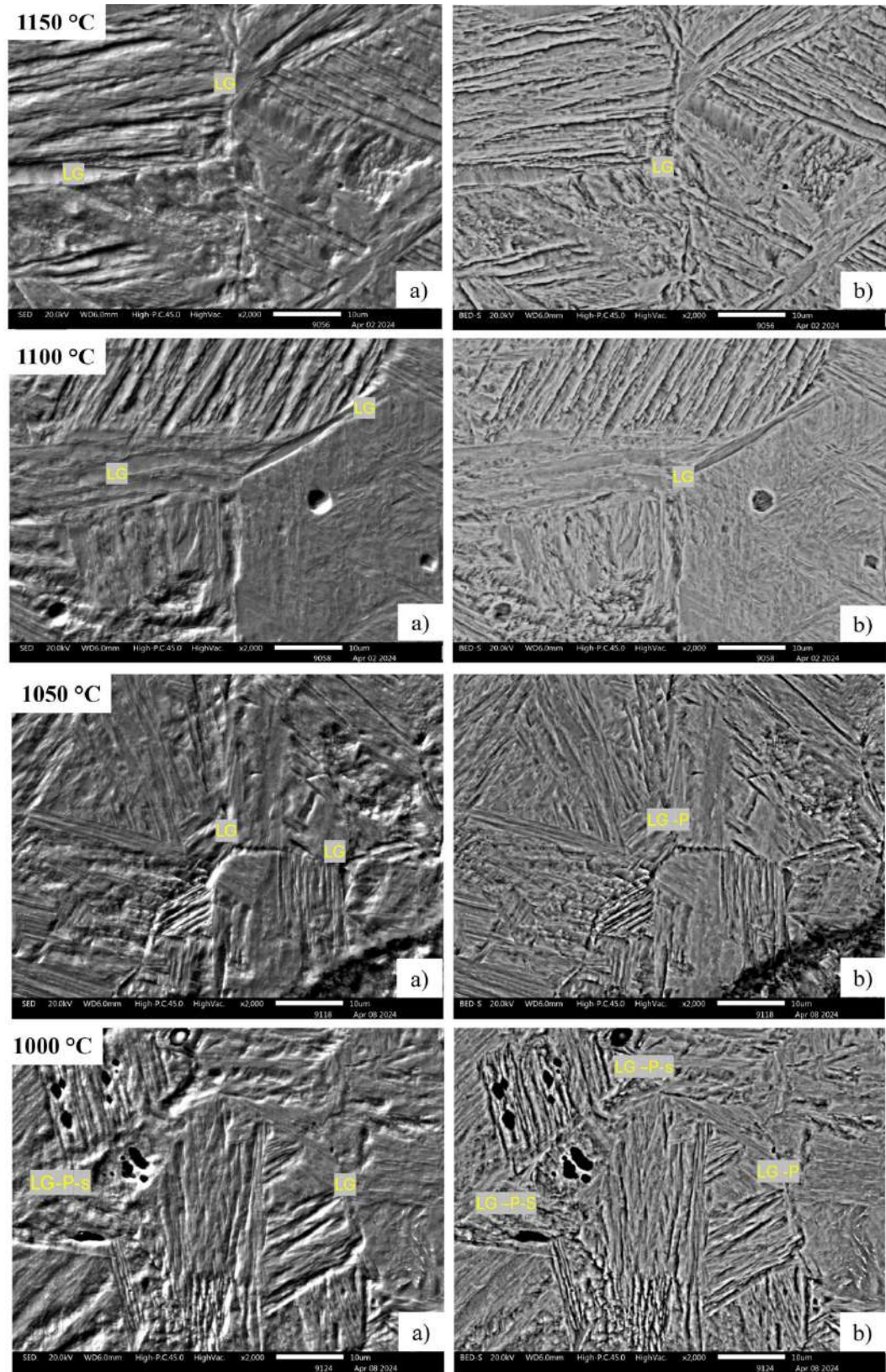


Figura 4. 49. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. A) SED, B) BEDS a 2000x, 0.1 Def_{1s}⁻¹.

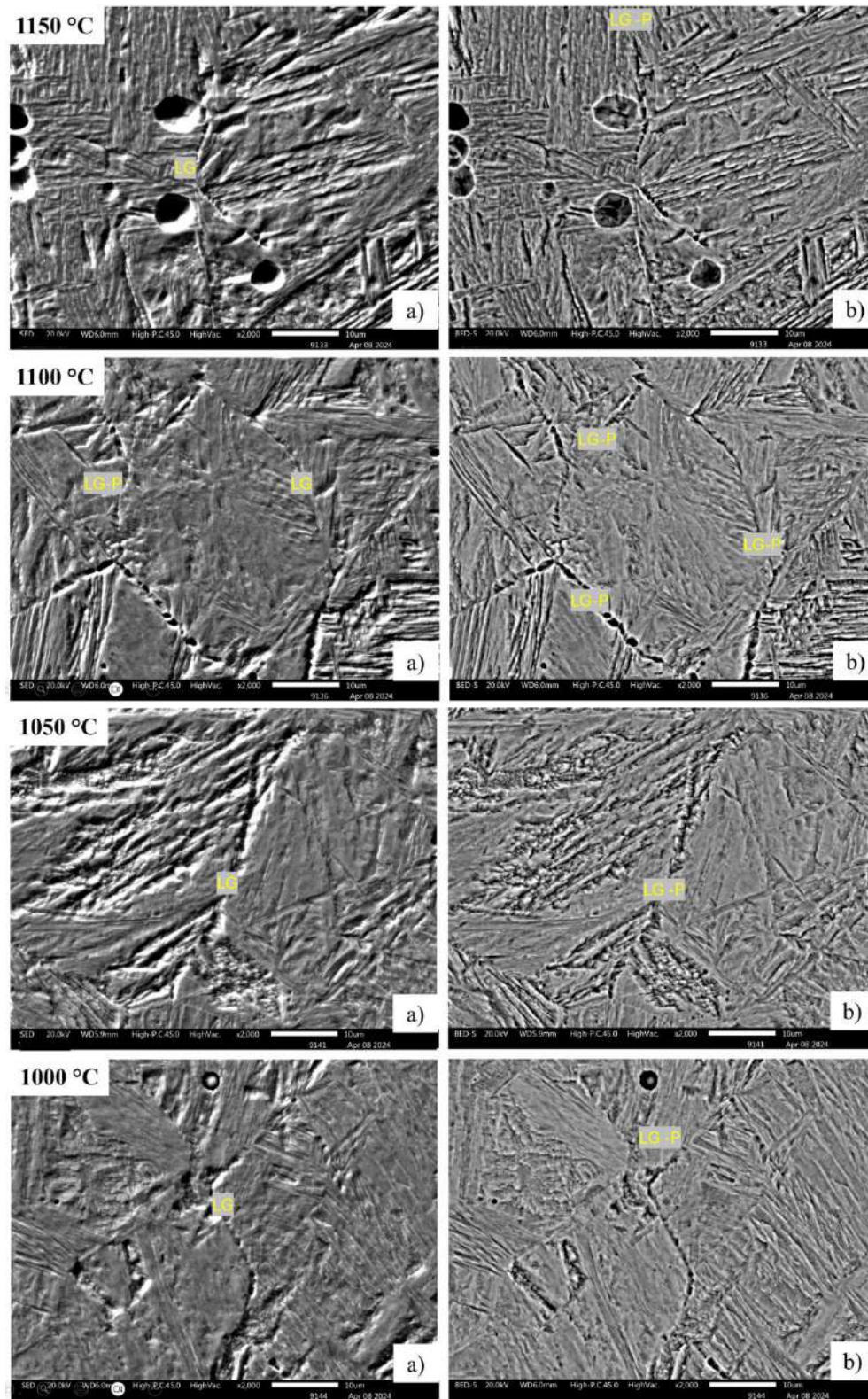


Figura 4. 50. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. A) SED, B) BEDS a 2000x, 0.2 Def_0.5s⁻¹.

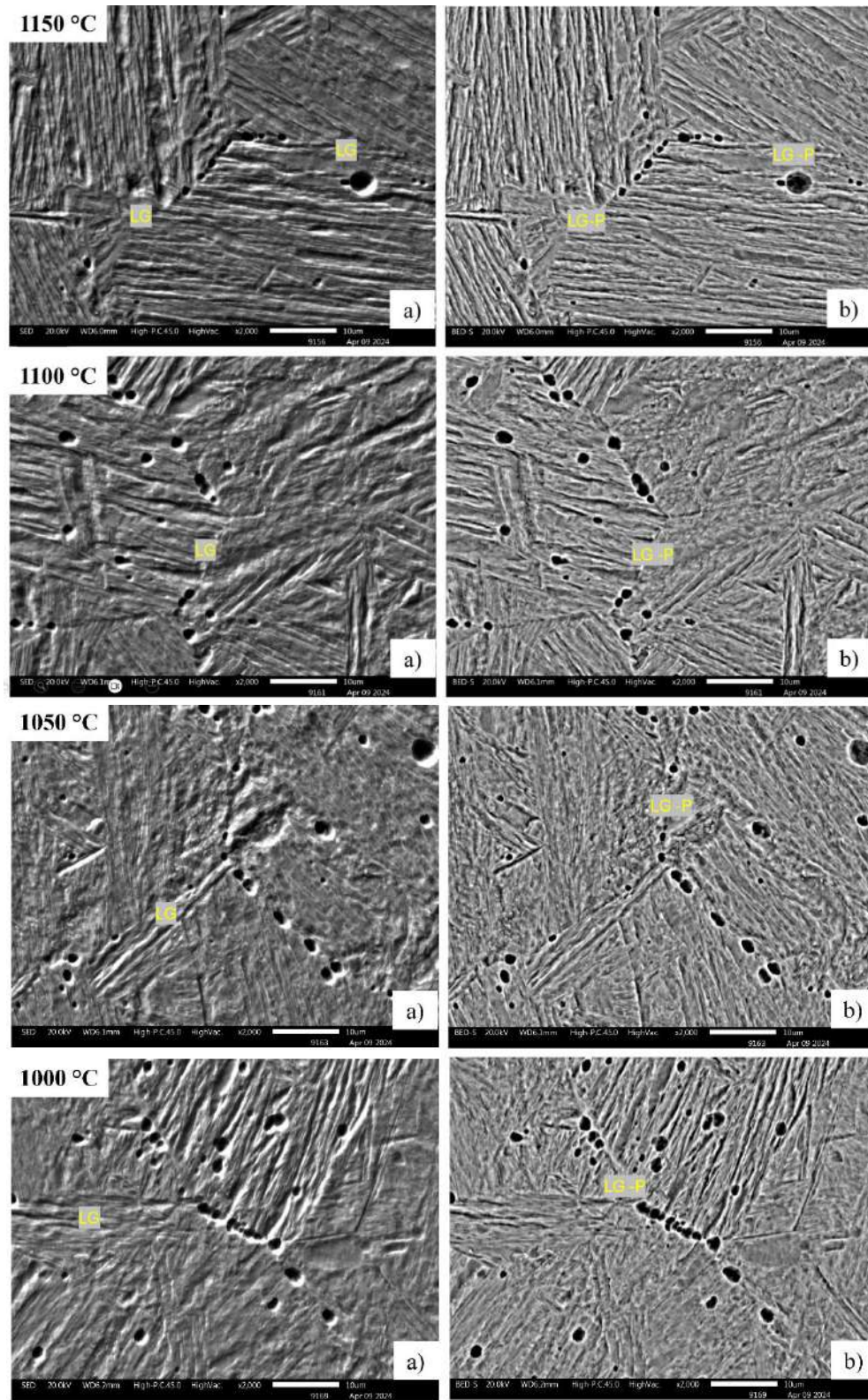


Figura 4. 51. Imágenes de los límites de grano austenítico deformado revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. A) SED, B) BEDS a 2000x, 0.2 Def_{1s}⁻¹.

La precipitación preferencialmente localizada dentro de los paquetes de subestructura generados por la deformación, como la exhibida en la Figura 4.49 inciso b) de la condición 0.1 de deformación y 1 de velocidad de deformación, se acomodan de tal forma que podrían estar chocando unos con otros lo que propicia la formación de cavidades de mayor tamaño en los límites de los paquetes de subestructuras. Este comportamiento está exhibido en el esquema de la Figura 4.52, en el que se presenta la evolución del paquete original, que es el grano austenítico antes y después de la deformación (a). En el inciso b) se muestra el ejemplo de la formación de los paquetes de subestructura, marcados con las líneas rojas, y la locación preferencial de la precipitación que se presenta inicialmente en el límite de grano, y evoluciona con forme progresa la deformación (c), hasta que terminan colisionando unos con otros formando cavidades de mayor dimensión, y que no son específicamente resultado de un único precipitado. De la que resalta la dependencia de la deformación acumulada y la velocidad de deformación para que la precipitación progrese durante el proceso de laminación en caliente [85-88, 123].

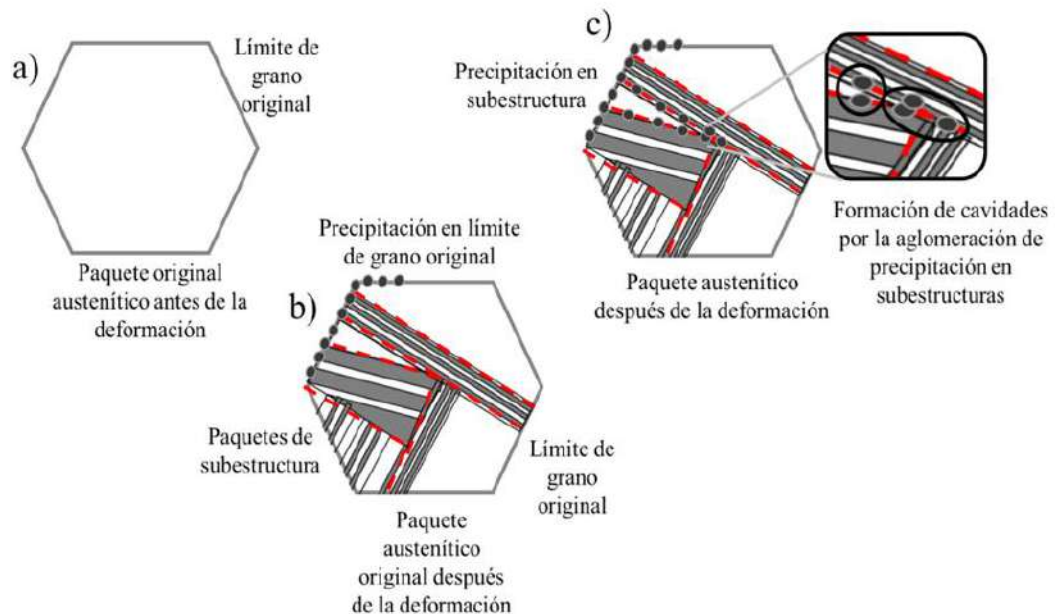


Figura 4. 52. Esquema representativo de comportamiento de la microestructura bajo una condición de deformación de 0.1 y 1 de velocidad de deformación durante las pruebas experimentales.

En las imágenes de la Figura 4.50, condición de 0.2 de deformación y 0.5 de velocidad de deformación, se repite el comportamiento de precipitación en el límite de grano original austenítico deformado, con una distribución completamente homogénea y consecutiva por todo el borde y que se identifica con las flechas rojas en cada una de las imágenes. Esto anterior, se puede atribuir al incremento de la deformación y la precipitación dinámica que provoca la aparición de precipitados inducidos por deformación en los límites de grano. En amarillo se nombraron las zonas de posible precipitación en la subestructura que propicia la aparición de zonas de cavidades por la descohesión de la microestructura por lo largo de toda la zona de alta energía. En la Figura 4.51, se muestran las imágenes de la condición de mayor deformación y velocidad de deformación, en la que se identifica claramente el incremento de la dimensión de las cavidades formadas en el límite de grano, y mayormente distribuidas.

En la gráfica de la Figura 4.53 se presenta la recopilación de tamaños de las cavidades de la condición de 0.2 de deformación y 1 de velocidad de deformación a 1100°C de temperatura.

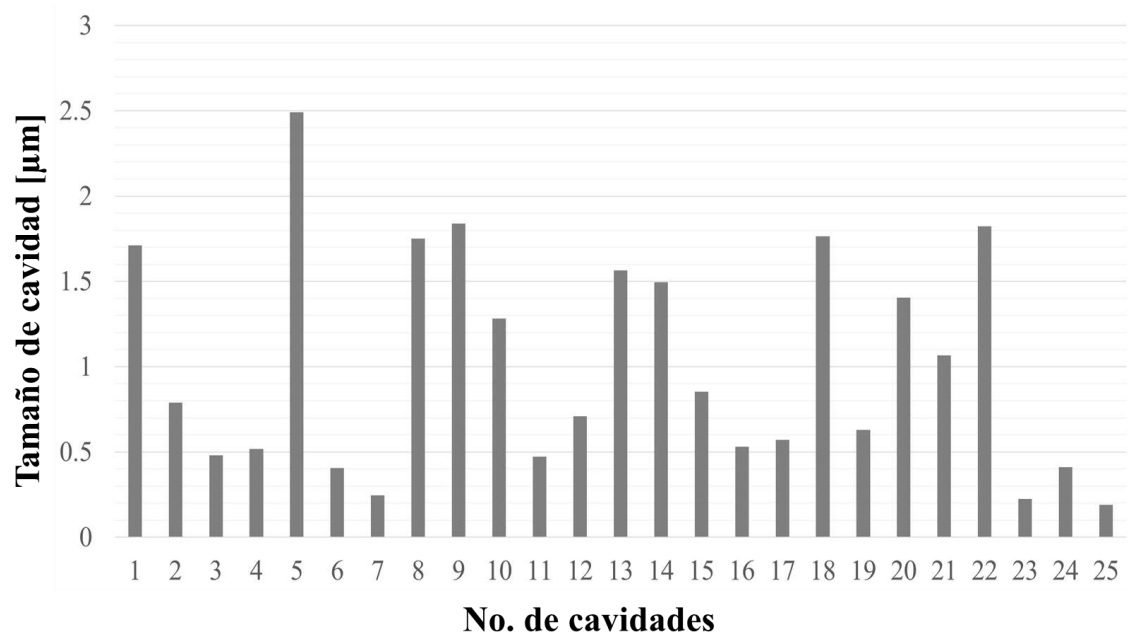


Figura 4. 53. Medición del tamaño de las cavidades en el límite de grano de la muestra a 1100°C bajo una condición de deformación de 0.2 y una velocidad de deformación de $1s^{-1}$.

Se obtuvo la validación del engrosamiento del límite de grano a una temperatura de 850°C, en todas las condiciones experimentales [120,121]. En la Figura 4.54, se muestra la evidencia de que con forme disminuye la temperatura progresa la descohesión del material, el cual puede respaldarse con la discusión de la caracterización microestructural por microscopio óptico, en el que se observa la formación de una ferrita alotromórfica por transformación prematura y la aparición de los precipitados en el límite de grano [[124,125,127]. Adicionalmente, esta descohesión se puede presentar a partir de la preparación de la muestra, durante el proceso de pulido y el ataque con la solución de ácido pícrico y ácido clorhídrico, lo cual evidencia aún más el engrosamiento en las zonas de alta energía. En la Figura 4.55 se presenta la micrografía de la detección del engrosamiento de la microestructura deformada y que va a progresando con forme se incrementan las condiciones experimentales. en la Figura 4.56 se muestran las imágenes a 850°C, que es la menor temperatura, que respalda la formación y locación preferencial y progresiva de los precipitados en el límite de grano.

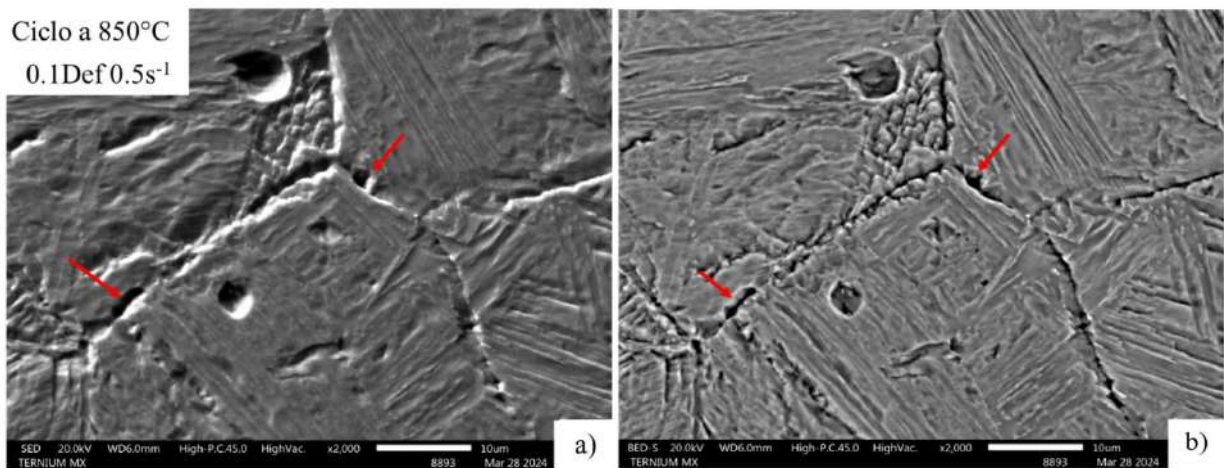


Figura 4. 54. Engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado a 850°C, revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. a) SED, b) BEDS, 0.1 Def_0.5s⁻¹.

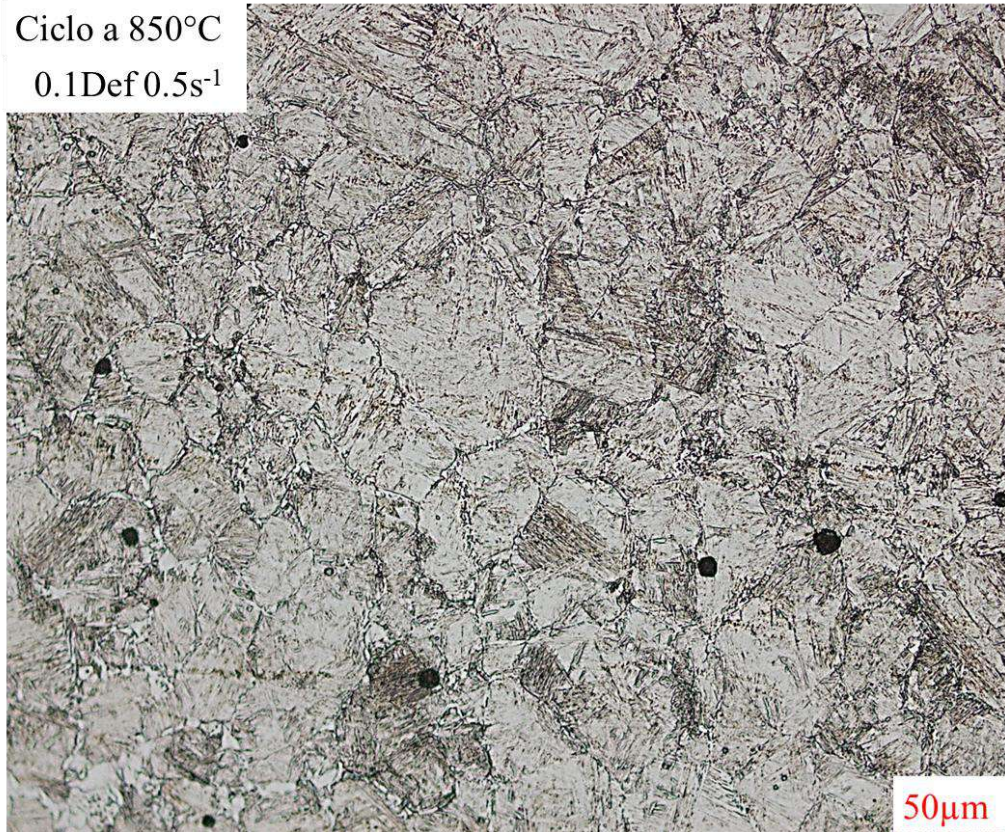


Figura 4. 55. Imagen de MO a 50X del engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado revelado con ataque químico de ácido pícrico y clorhídrico de la condición 0.1def 0.5s⁻¹.

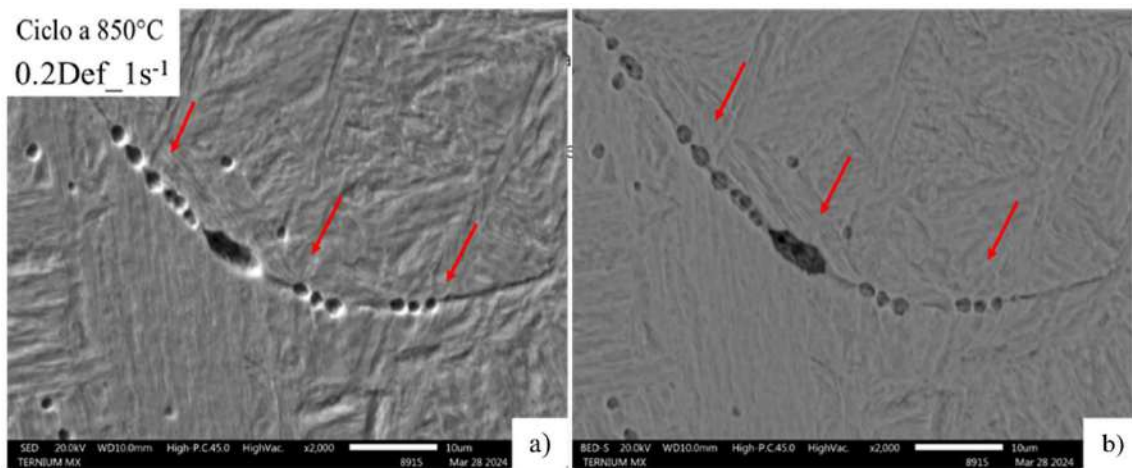


Figura 4. 56. Engrosamiento de los límites de grano austenítico deformado a 850°C, revelado con solución de ácido pícrico y clorhídrico. a) SED, b) BEDS, 0.2 Def_1s⁻¹.

4.7.2 Precipitación: caracterización por difracción de electrones retordispersados (EBSD).

La técnica de difracción de electrones por retrodispersión, EBSD (Electron backscatter diffraction), se incorporó como una herramienta complementaria por los hallazgos exhibidos de la caracterización microestructural [179].

En la Figura 4.57 se muestra el resultado de generar un mapa de Figura de polos inversos (IPF), en el que se identificaron zonas de precipitación inducida por deformación por la reconstrucción cristalográfica de las fases potencialmente presentes como lo es el Ti-NbC, NbC, TiC-N y Ferrita, con los cuales fue posible el identificar la precipitación de acuerdo con la orientación que se presenta en los planos cristalográficos.

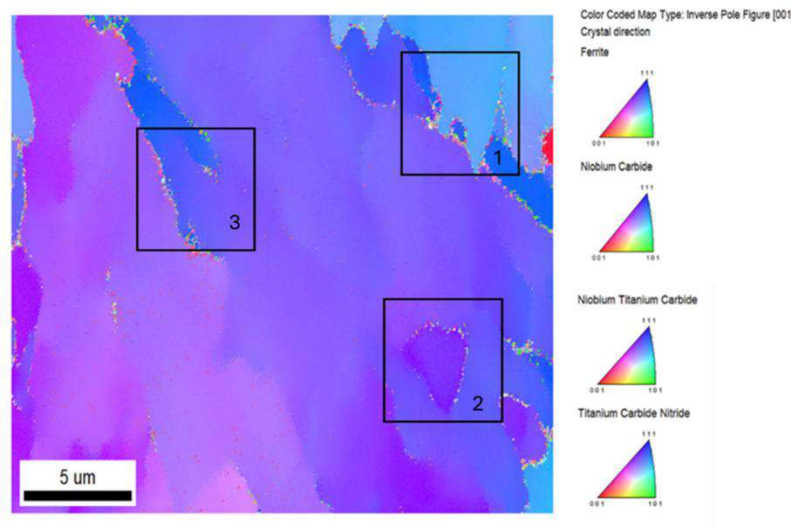


Figura 4. 57. Mapa de IPF de la condición de 0.1 de deformación y $0.5s^{-1}$ de velocidad de deformación a $1050^{\circ}C$ en la zona del bode.

En la Figura 4.58 se presenta la magnificación de la zona 1 del mapa de IPF, al que adicionalmente se sumó el mapa de calidad de imagen para identificar los valores característicos que identifican a un defecto en el ordenamiento cristalino. En esta figura se resaltan las zonas de potencial precipitación a las que se le adiciono un filtro tipo gris que identifica a los valores de calidad de imagen en la microestructura deformada, que podrían ser indicativos de la precipitación preferencialmente localizada identificada en las islas de colores asociadas a la densidad de planos con la misma orientación.

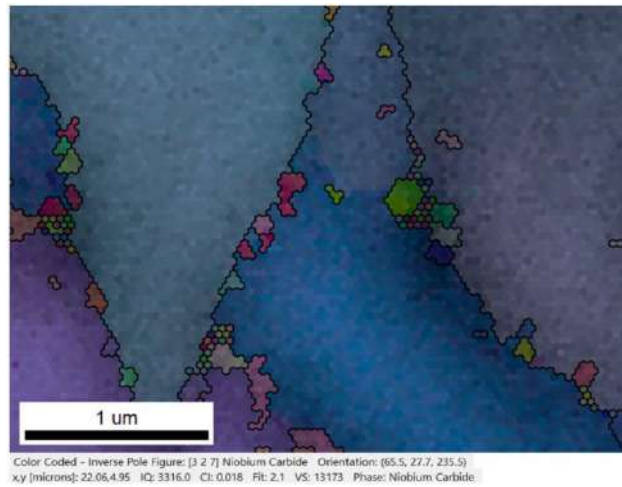


Figura 4. 58. Mapa de IPF + IQ de la microestructura deformada con compresión en caliente con relajación de esfuerzos a 1050°C.

En la Figura 4.59 se presenta el resultado obtenido del mapa de IPF y calidad de imagen, en a), y el reindexado de las zonas potenciales de precipitación con la herramienta del OIM-*ChiScan Points*, inciso b) y c), de donde se detectaron los valores de IQ que corresponden a un carburo de Nb.

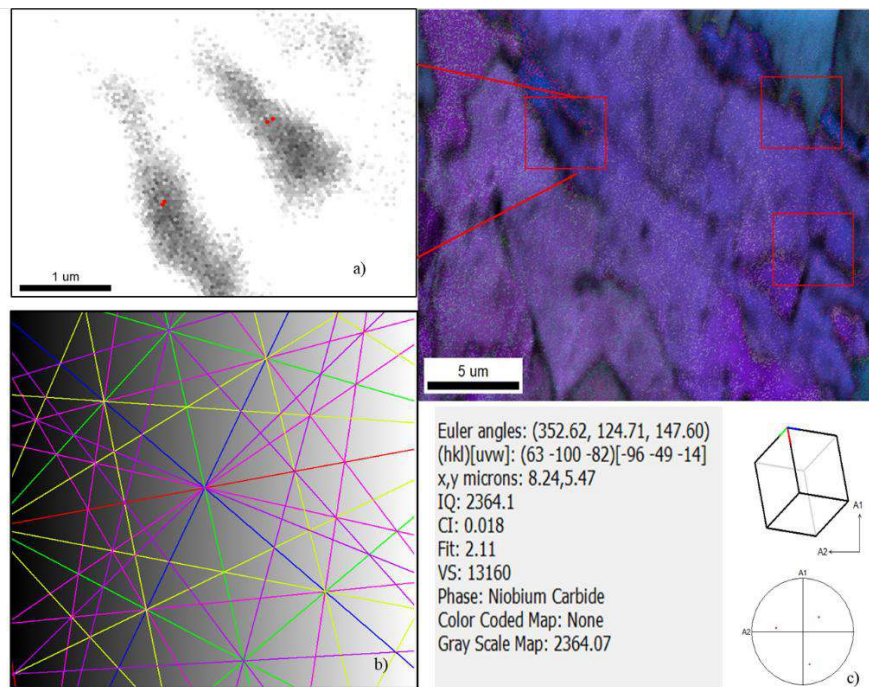


Figura 4. 59. Determinación de la precipitación en el límite de la subestructura con el ChiScan Pints.

De los valores identificados en el análisis de la Figura 4.59, se reconocieron los valores de IQ que distinguen al precipitado localizado preferentemente en los límites de grano, por lo que se realizó el particionado de la data para valores de IQ por debajo de 2500.

En la Figura 4. 60 se muestra el mapa de IQ resultante de los valores del particionado de los datos a 5um de magnificación.

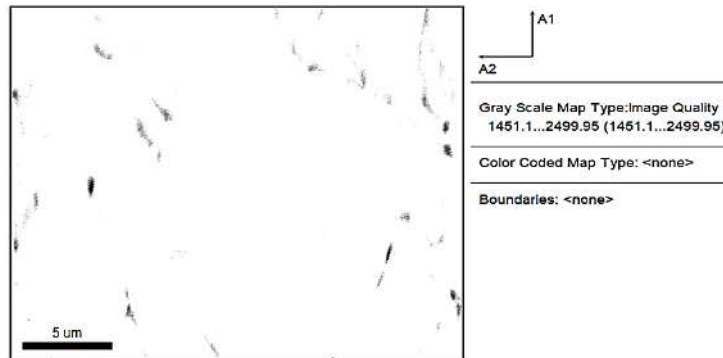


Figura 4. 60. Mapa de calidad de imagen de la partición de data a 2500 en la condición de 0.1 de 0.5 s^{-1} en zona de borde.

Se obtuvo el mapa IPF con la reconstrucción cristalográfica de las fases, que muestra la densidad de planos (hkl) en las zonas magnificadas de la Figura 4.61.

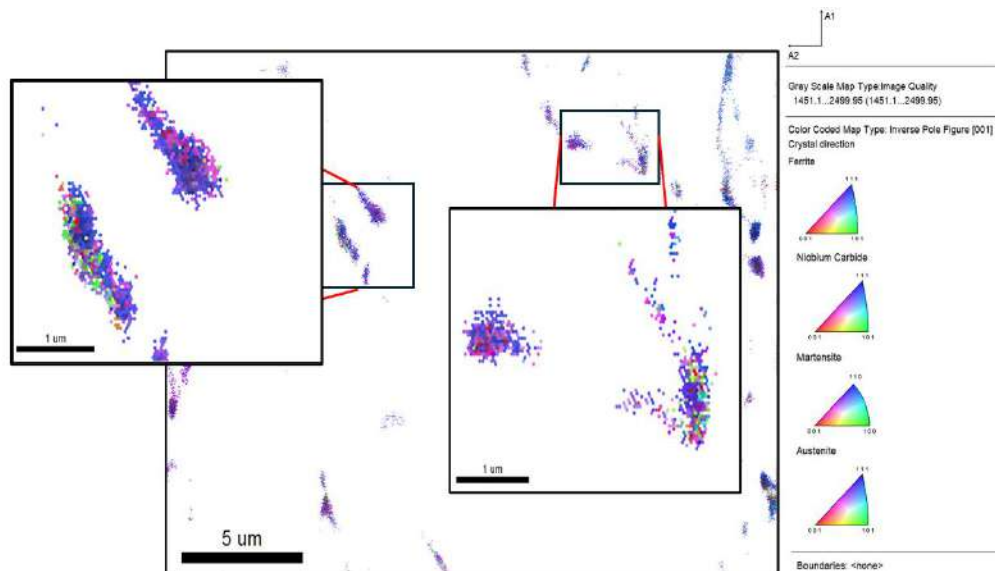


Figura 4. 61. Mapa IPF con la reconstrucción cristalográfica de las fases, con la densidad de planos (hkl) en las zonas de posible precipitación.

Los resultados de EBSD evidenciaron la precipitación preferencialmente localizada en la zona central de la muestra a 1 μm , así como la densidad de planos (hkl) que corresponden a la orientación de cada una de las fases de acuerdo con el sistema cristalino dado, mostrando la validación de la localización de un carburo de niobio con dirección cristalográfica en [9 6 14], a partir del análisis del *ChiScan Points*. Para esclarecer la localización del límite de grano, se realizó el análisis entre los granos vecinos para diferenciar la rotación de ángulo entre límites de grano de alta y baja energía. En la Figura 4.62 se puede observar el análisis complementario de la rotación de ángulo, la determinación de las fases en la muestra y las zonas de calidad de indexado que evidencia las zonas de difracción. Por lo que se pudo identificar la precipitación de NbC inducida por deformación localizada en los límites de la subestructura por los valores de rotación de baja energía que van de 0° a 15° [57, 58, 97, 148,179].

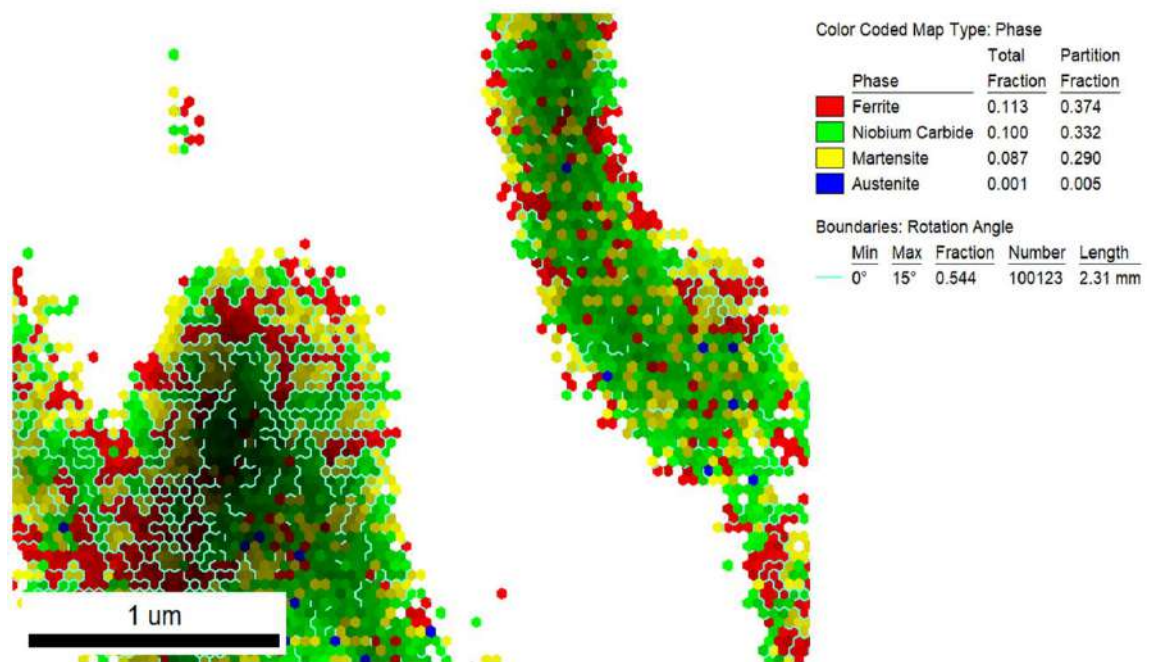


Figura 4. 62. Determinación de la precipitación en el límite de la subestructura con el *ChiScan Points* en la zona central de la condición de 0.1 de 0.5 s-1 en zona del centro.

En la Figura 4.63 se presenta los resultados que evidencian la precipitación inducida por deformación preferencialmente localizada en los límites de grano de alta energía, con una rotación de ángulo entre 15° y 62.7° [57, 58, 97, 148,179].

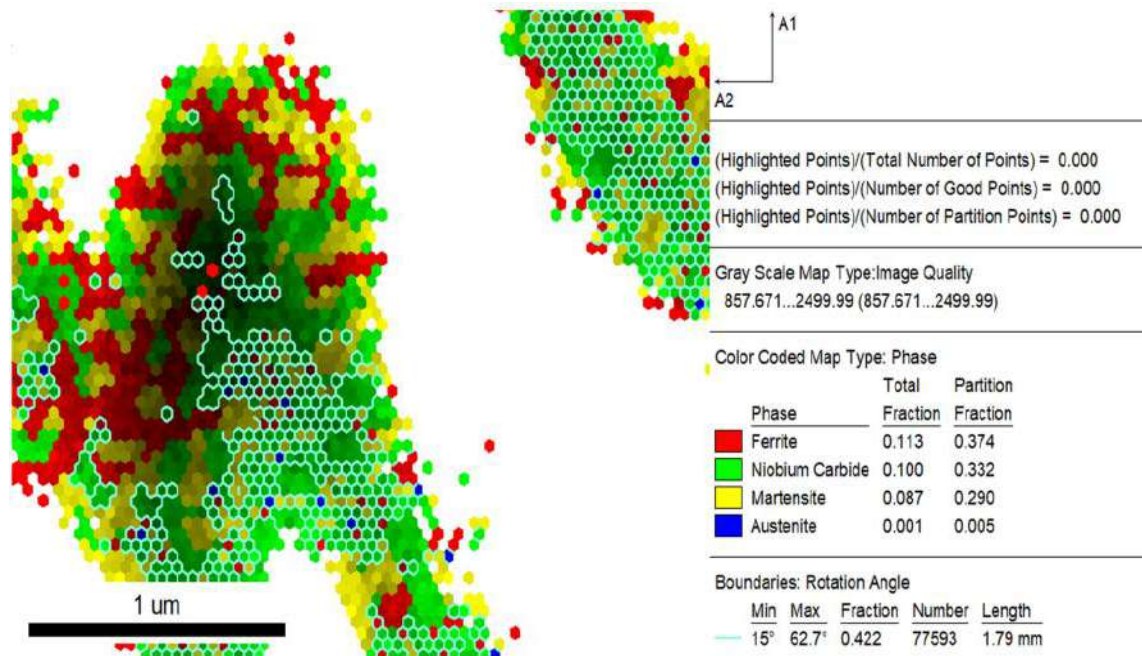


Figura 4. 63. Identificación de fases en el límite de la subestructura en la condición de 0.1 de 0.5 s-1 en zona del centro de la muestra.

En el mapa de fases se puede observar que adicional a la localización del carburo de niobio en el límite de grano, se identifica la localización de ferrita y martensita. Recordemos que, en el análisis por dilatometría, para la evaluación de la descomposición de la austenita en enfriamientos lentos, se detectó la formación prematura de una fase por encima de A_{C3} . Con el análisis microestructura se detectó el ensanchamiento de los límites de grano conforme disminuía la temperatura, debido a que la precipitación inducida por deformación promueve zonas de nucleación en los límites de grano para la localización de ferrita obtenida por deformación. Por lo que la presencia de la ferrita en el límite de grano coexistiendo en el límite de la subestructura valida todos los resultados de la caracterización del acero experimental. La existencia de la martensita se puede atribuir al efecto de la transformación a enfriamientos acelerados que promovieron una transformación no difusiva en la microestructura. Por lo que se reconoce que la

caracterización complementaria permite generar un amplio panorama del comportamiento del acero experimental bajo las condiciones de deformación en caliente.

4.7.3 *Precipitación: caracterización por microscopía de transmisión (TEM).*

Los resultados obtenidos de las laminillas de las condiciones establecidas en la Tabla 3.6 del Capítulo III, se muestran en las Figuras 4.64 a la 4. 74.

En la Figura 4.64 se presenta la imagen de microscopía electrónica de transmisión de barrido (*STEM*, por sus siglas en inglés), que se obtuvo del barrido de punto a punto de la condición experimental 1, con el haz de electrones enfocado perpendicularmente en la superficie de la muestra. La imagen se obtuvo a una magnificación de $1\ \mu\text{m}$ en la que se pudo identificar la precipitación, preferencialmente localizada en la subestructura de la microestructura deformada [116, 117,131,136-139].

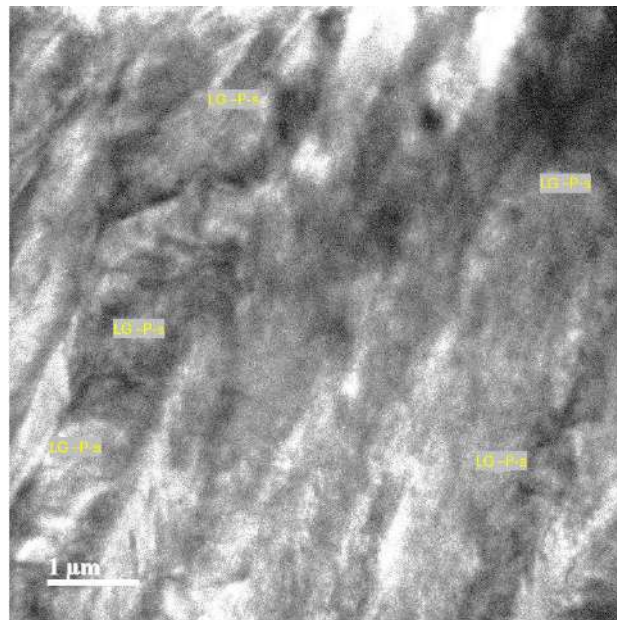


Figura 4. 64. Precipitación localizada en subestructura obtenida por STEM en campo claro (BF, Bright Field) de la condición experimental 1 a una magnificación de magnificación de $1\ \mu\text{m}$.

En la Figura 4.65 se presentan imágenes de la condición 1 en campo oscuro (Dark-Field TEM) a 10 nanómetros (nm), en la que se pudo identificar la difracción del principio del mecanismo de precipitación localizada (D-P) en función de la deformación

que genera la segregación hacia las zonas de la subestructura, y que de acuerdo con la energía de activación y la deformación dada se generará la precipitación [169, 170, 181, 182].

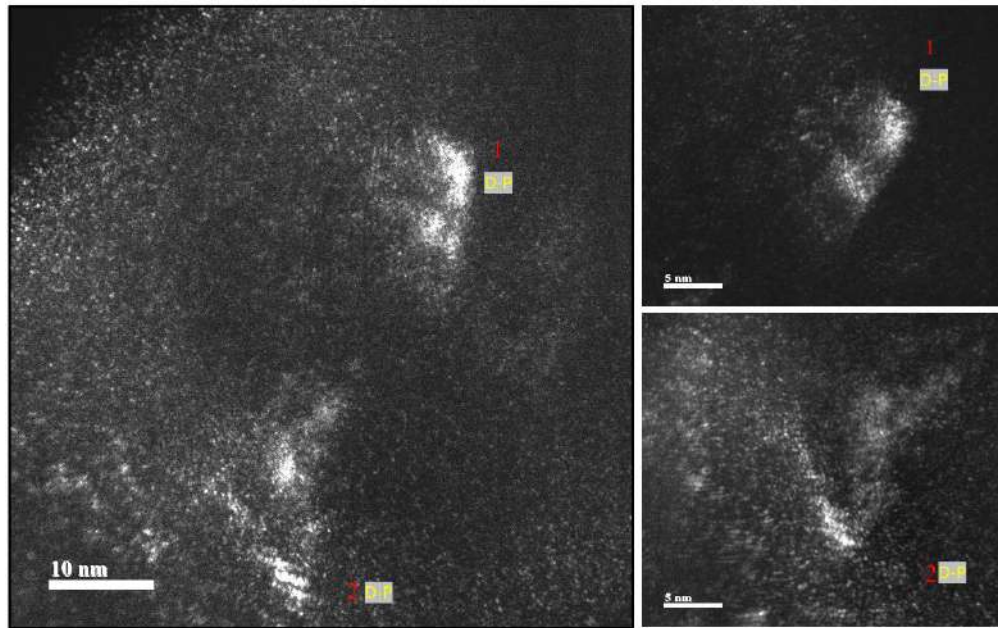


Figura 4. 65. a) Identificación de segregación en imagen de campo obscuro (DF, Dark Field) a 10nm de la condición 1. b) Zona 1 magnificada a 5nm. c) Zona 2 a 5nm.

En la Figura 4.66 se presenta el desglose de imágenes de STEM a 100 nm en las se puede observar la formación de colonias de precipitados a lo largo del límite de la subestructura. En la carnetización microestructural realizada con MEB se reconoció la formación de cavidades a lo largo del límite del grano austenítico deformado, que de primera instancia se reconocieron como precipitados con tamaño de 0.5 a 2.5 μm , mostrado en la Figura 4.53 del apartado 4.7.1 *Precipitación: caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB)*.

En la Figura 4.66a) se evidencia la subestructura en la que se puede apreciar el acomodo de precipitados en los límites de bajo ángulo generada por la deformación (LBAs). En el inciso b), se presenta el ejemplo de una colonia de precipitados generando una interfaz con respecto a la matriz. Esta formación se puede atribuir a la nucleación que se genera en las zonas de precipitados en el límite de grano en donde coexiste la formación de ferrita obtenida por deformación, que evidencia que es necesario la aplicación de mayor

deformación para lograr la completa distribución tanto en los límites de grano como en la matriz, para lograr el refinamiento de grano y el endurecimiento por precipitación [178-182]. En el inciso c), se exhibe el resultado del acomodo de los precipitados en los límites de grano que migran hacia la deformación durante la formación de nueva subestructura durante el proceso de deformación.

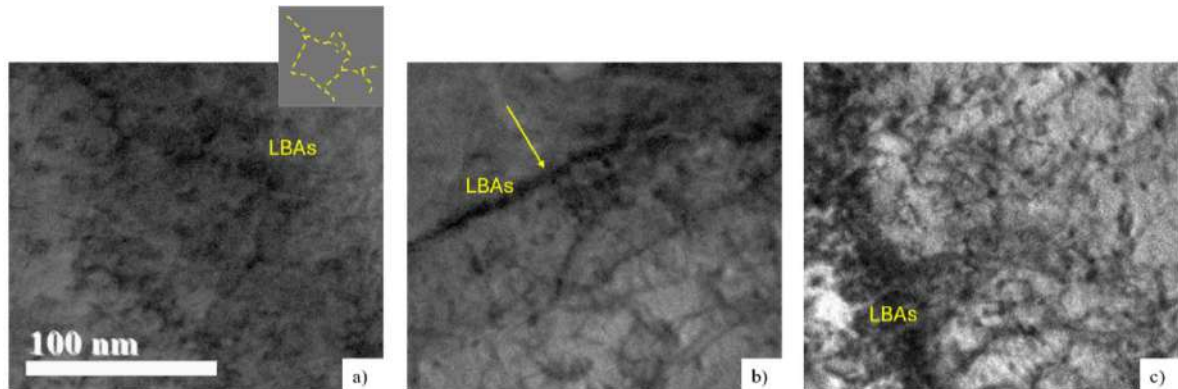


Figura 4. 66. Imagen de STEM (BF, Bright Field) de la precipitación en la microestructura de la condición 2. a) Subestructura con precipitación localizada. b) Colonia de nano precipitados. c) Interfaz de la precipitación en límite de subestructura y matriz.

A partir del resultado de la Figura 4.66, se realizó el mapeo en las mismas zonas con la modalidad de campo oscuro (DF) por transmisión en las que se pudo identificar a 50 nm la morfología que presentan los nano precipitados de alta resolución. En la figura 4.67 a), se pudo medir la distancia interatómica que es igual a 0.642 Armstrong (Å) a una magnificación de 20 nm. En el inciso b), se puede apreciar precipitados con poca calidad de imagen que presentan un tamaño de entre 5 a 10 nm [183, 184].

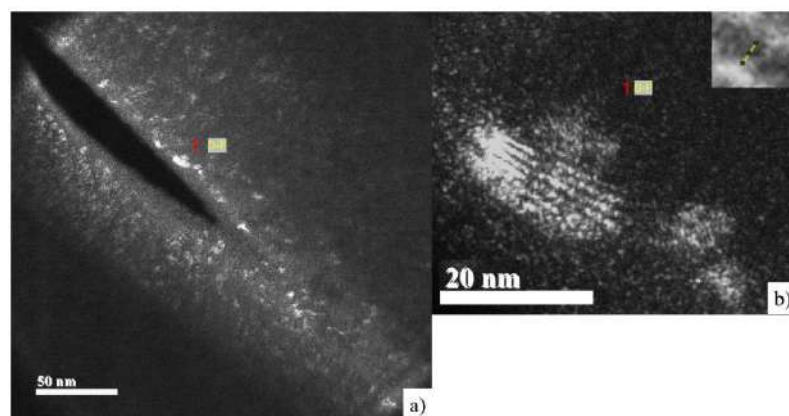


Figura 4. 67. Imagen de campo oscuro (DF) para la identificación de precipitados de alta resolución inducidos por deformación en la condición 2.

En la Figura 4.68 se presenta el análisis de la condición 3 obtenido por *STEM* a una magnificación de 500nm, se puede apreciar la interfaz que genera la precipitación inducida por deformación. En el inciso a) se presenta la identificación de la precipitación preferencialmente localizada en el límite de grano y dentro de la matriz de la subestructura. En el inciso b) y c) se tiene la evidencia de la subestructura en la que los precipitados se encuentran generando una distribución coherente con respecto a la matriz, generando un patrón del tipo atigrado en la matriz del acero.

La distribución y acomodo de la precipitación se puede atribuir al incremento de la deformación en comparación con las condiciones anteriores en las que la precipitación se quedaba completamente sobre el límite de la subestructura y en forma de colonias [170-173]. En esta condición de análisis se puede observar la interacción de las dislocaciones en la subestructura deformada y los precipitados inducidos por deformación, en la que el acomodo y dispersión son resultado del proceso termomecánico. En los incisos b) y c), se exhibe la evidencia de la interacción y la zona de dislocaciones que se identifican con las zonas más oscuras en la muestra, reconocidos como murallas de dislocaciones.

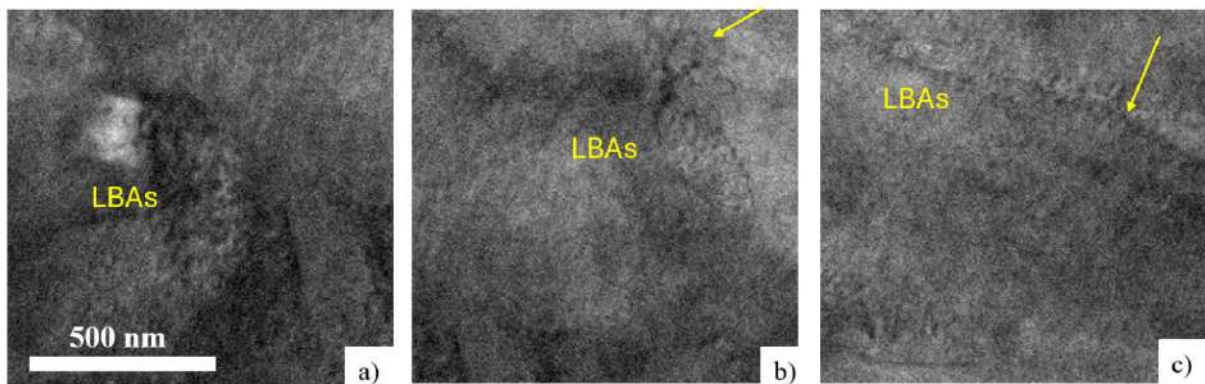


Figura 4. 68. Imagen de STEM (BF) de la condición 3. c) distribución de la nano precipitación en la subestructura. b) Interfaz coherente con acomodo atigrado. c) Acomodo lineal de la precipitación en la matriz del acero.

En la Figura 4.69 se muestra la morfología de un nano precipitado resultado del análisis de la condición 3 con la modalidad de campo oscuro a una magnificación de 5 nm. La morfología y el tamaño de un nano precipitado, a comparación de la nano precipitación en la condición 2, exhiben un tamaño de entre 3 y 5 nm, y se encuentran

distribuido en la matriz del acero, generando una interfaz del tipo planar (Figura 4.68c)) debido al efecto de la temperatura y al incremento de la deformación que promueve la nano precipitación en la matriz del acero. En la Figura 4.69a), se exhibe la medición del ancho de las bandas que conforman la huella del nano precipitado, que coincide con el radio covalente de los átomos que aproximadamente tienen un tamaño de $0.1433\text{nm} \pm 0.01$, que coincide con el radio covalente del Nb que se distingue por ser de 1.37 \AA . Esta precipitación es característica de aceros de alta microaleación que presentan elementos como el Nb y Ti, que son elementos típicos para precipitar a alta temperatura, los cuales se alojan en la matriz del acero generando una interfaz relacionada a la deformación y al movimiento de las dislocaciones. El tamaño y la interfaz que presenten influenciara la fuerza de fijación de los límites de grano austenítico para promover el mecanismo de endurecimiento a partir del refinamiento de grano [180-185].

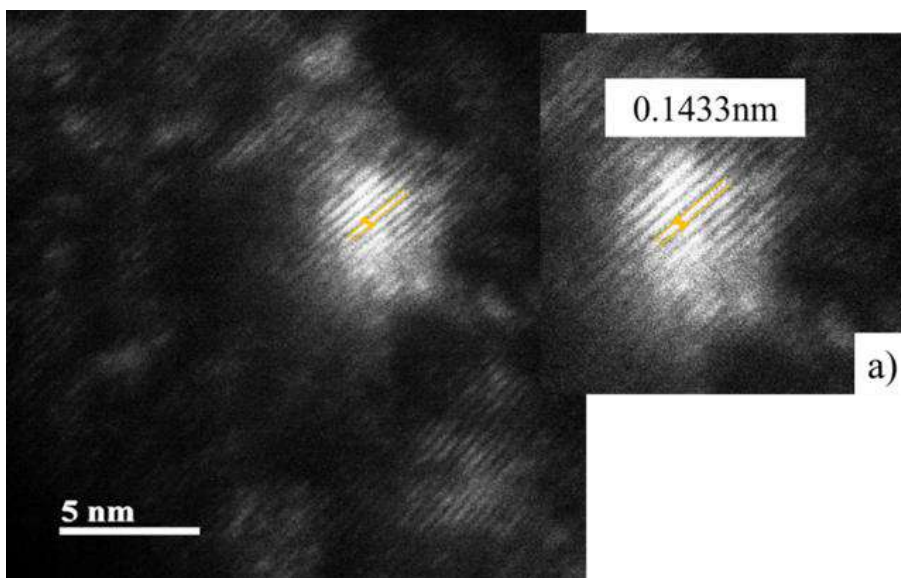


Figura 4. 69. Imagen de campo oscuro (DF) de la condición 3 a una magnificación de 5 nm. a) Medición del radio covalente atómico que distingue al nano precipitado.

En la Figura 4.70 se presenta el resultado del incremento de la deformación a una temperatura de $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, que por el efecto de la deformación se genera una interfaz de tipo planar, con un acomodo coherente de los precipitados con respecto a la matriz. En la imagen de STEM no se aprecia claramente la morfología de la subestructura deformada, pero se puede observar la migración de la precipitación del límite de grano, en la parte inferior izquierda, hacia la matriz, los cuales son responsables del impacto en la resistencia

por la interfaz coherente, la morfología esférica y el tamaño en el que se encuentran. Siendo que a mayor deformación la cinética de precipitación promueve la fracción volumétrica, el tamaño y el cómo se encuentran en la matriz [186].

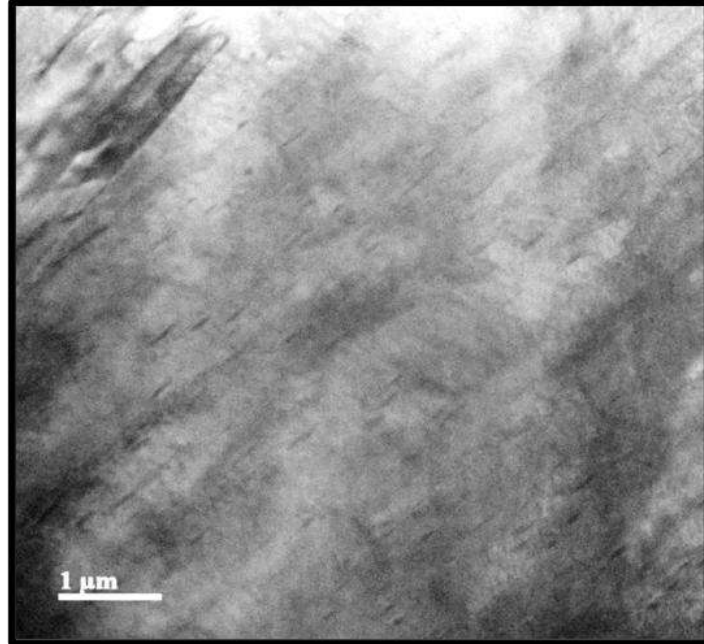


Figura 4. 70. Imagen de campo claro de la condición 4 a 1 μm que representa la interfaz de tipo planar extendida en la matriz del acero.

En la Figura 4.71 se aprecia la imagen de campo oscuro de la condición 4 para análisis de la precipitación por el incremento de la deformación y la velocidad de deformación. Se identificó que se tiene nano precipitación en la subestructura de límites de bajo ángulo (LABs, por sus siglas en inglés) con tamaños de entre 3 y 5 nm. Se pudo observar que la distribución de estos se encuentra en distancias entre 20 y 30 nm las cuales podrían estar respaldando la formación de colonias de precipitados a lo largo del límite de grano, como la evidenciada en la condición 2, donde se tuvo el incremento de la velocidad de deformación y un tamaño de radio covalente de 1.37 Å. Aunque se reconoce que por la característica de la composición química los precipitados de NbC, no son los únicos que podrían estar formándose por efecto de la deformación, sino que también podrían estarse generando centros de nucleación para albergar a elementos como el Ti, Cr y Mo [170, 182, 185, 186].

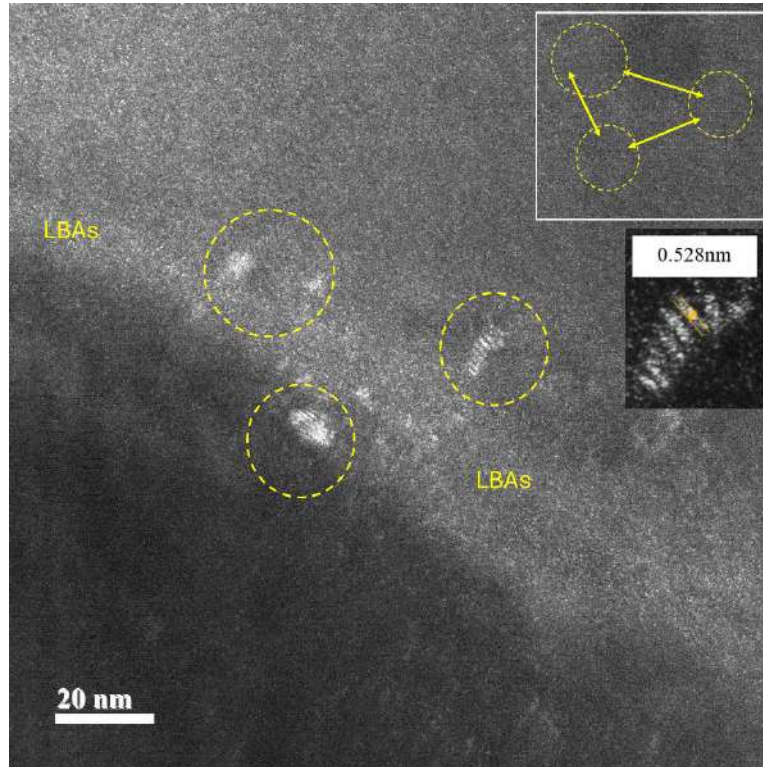


Figura 4. 71. Imágenes de campo oscuro (DF) de la condición 4. a) Nano precipitados de 3 a 5 nm en límite de subestructura. b) y c) Medición del radio atómico en precipitado de alta resolución.

Para terminar con la validación de la constitución de la precipitación inducida por deformación durante el proceso de laminación en caliente del acero, se presentan los resultados obtenidos del análisis por difracción de electrones realizado con microscopía de transmisión.

En la Figura 4.72 se presenta la imagen de campo oscuro que exhibe las zonas donde se realizó el análisis de difracción de electrones. En la imagen se observa la Z1, que corresponde al límite de la subestructura generada por la deformación, y Z2, que corresponde a la zona donde se localizó la precipitación con interfaz coherente inducida por la deformación en la condición 2. Esta distinción de zonas se realizó para poder identificar el orden atómico que caracteriza a la matriz y al orden atómico que identifica al precipitado y su constitución [185, 187].

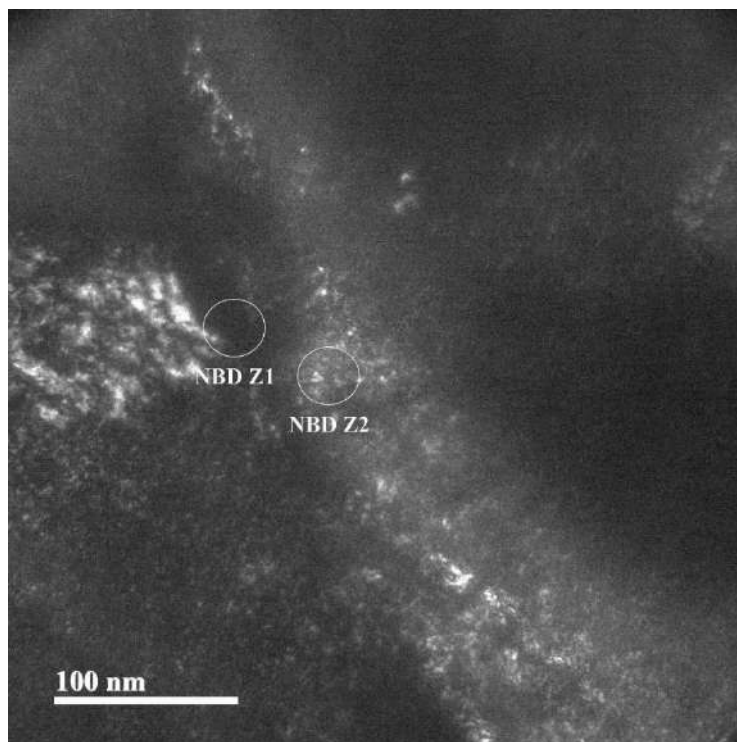


Figura 4. 72. Imagen de campo oscuro de las zonas analizadas por difracción de electrones para determinar la constitución de la precipitación en la condición 2.

La medición de los ángulos se realizó con el programa *ImageJ*, utilizando como vector de dispersión del haz de electrones difractado (G), el punto de origen 000.

La Figura 4.73 muestra los resultados del análisis del patrón de difracción de electrones (SAED) de la zona 1 (Z1), exhibiendo puntos de difracción definidos y distribuidos simétricamente como una estructura cristalina orientada, considerando que el acero tiene una estructura cúbica BCC, y que el precipitado NbC está asociado a una estructura cristalina FCC [43, 64, 123, 170]. Para el análisis del patrón de difracción de electrones, la medición se ejecutó desde el haz directo hasta cada uno de los puntos vecinos, como se muestra en el inciso a). Se obtuvieron las mediciones mostradas en el inciso b), las cuales corresponden a d_{hkl} según la relación $d_{hkl} = 1/R$, donde R es la distancia medida en nm^{-1} .

La asignación de los planos (hkl) se llevó a cabo comparando los valores experimentales con los valores teóricos reportados para una estructura cristalina típica de

NbC, la cual se reconoce como FCC con un parámetro de red $a = 0.447 \text{ nm}$ [105, 158, 159, 183, 184]. El inciso c) se presenta un modelo 3D que revela la simetría correspondiente al arreglo atómico de la celda unitaria de la estructura cristalina (FCC) para NbC y su comparación con los puntos del patrón de difracción. Las líneas punteadas amarillas y verdes representan los bordes del fragmento de una celda unitaria representativa de una estructura cristalina FCC extendida [185, 186], mientras que los puntos rojos representan la disposición de los átomos de Nb y los azules los átomos de C.

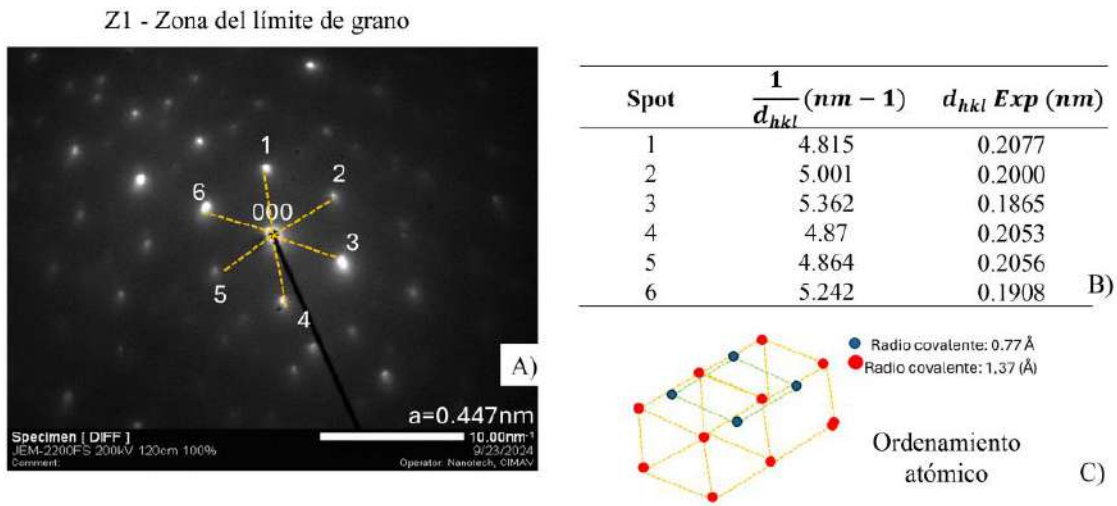


Figura 4. 73. Patrón de difracción de la Z1 para identificación de la matriz.

La Tabla 4.7 muestra una comparación de los valores de d_{hkl} con los cuales se asocia el plano candidato mediante la aproximación del valor teórico. También muestra que el patrón de difracción presenta precipitados en el límite de grano asociados a la estructura cristalina del NbC, coincidiendo con los planos (200) y (220), que presentan una estructura tipo NaCl con un parámetro de red entre 0.446 y 0.448 nm. Este parámetro de red puede variar según la temperatura, el proceso y la composición química [181-186].

Se identificó que las distancias experimentales están asociadas con planos que serían prohibidos para una estructura cristalina FCC pura, como (210), (211) y (310), pero que por comparación son los que más coinciden. Esto podría deberse a la presencia de átomos en posiciones intersticiales que permiten la aparición de reflexiones, así como a la

participación de Ti, generando Ti–NbC, que son los que presentan mayor coincidencia en la comparación de d_{hkl} [159,160, 172, 182, 187].

Tabla 4.7. Comparación experimental vs. teórica para la identificación de planos en cada punto de Z1.

Punto	$\frac{1}{d_{hkl_{experimental}}}$	$d_{hkl_{experimental}}$ (nm)	$d_{hkl_{Teorico}}$	Plano candidato
1	4.815	0.2077	0.2235	(200)
2	5.001	0.2000	0.2000	(210)
3	5.362	0.1865	0.1865	(211)
4	4.87	0.2053	0.2235	(200)
5	4.864	0.2056	0.2235	(200)
6	5.242	0.1908	0.1908	(310)

A partir de estas difracciones, fue posible reconocer que en el patrón de difracción existe una diversidad de planos asignados, y esto puede deberse a que el eje de zona no está completamente alineado con una dirección de alta simetría. Adicionalmente, en la muestra existe un efecto de deformación, defectos que generan doble difracción, la participación de otras fases secundarias o tensiones residuales que modifican el espacio interplanar. Para verificar la asociación de los planos para una estructura FCC, que corresponde al NbC, se utilizó la tarjeta ICDD de NbC (PDF 65-8782), donde se reporta que para un NbC con una estructura tipo NaCl y grupo espacial Fm-3m, se tienen los siguientes valores: d_{111} , d_{200} , d_{220} , d_{311} , d_{222} , d_{400} , d_{331} , d_{420} , d_{422} , d_{444} , d_{620} , d_{622} , etc. [189-191].

La Figura 4.74 a) presenta los resultados del análisis del patrón de difracción de electrones (SAED) de la zona 2 (Z2), el cual muestra la medición desde el punto de origen hasta los puntos de difracción, de la misma manera que para Z1. La Figura 4.74 b) muestra las distancias y la distancia d_{hkl} obtenida para identificar el plano característico de cada difracción asociada a una estructura cristalina FCC, considerando un parámetro de red característico del NbC, $a=0.447$ nm. La Figura 4.74 c) muestra el modelo 3D que exhibe simetría considerando el ordenamiento atómico para una estructura FCC, creado por las líneas amarillas que representan las aristas de la celda cúbica y las líneas verdes y moradas que representan la ubicación del Nb en las caras, identificado con los puntos rojos. Aquí, los átomos de C, representados por puntos azules, exhiben un alojamiento en los intersticios octaédricos en el ordenamiento FCC del NbC, al igual que la estructura típica del NaCl [177-180, 187, 188, 191-193], en la cual el C está rodeado por seis átomos de Nb colocados en los vértices y en las caras.

Z2—Zona de límite de grano.

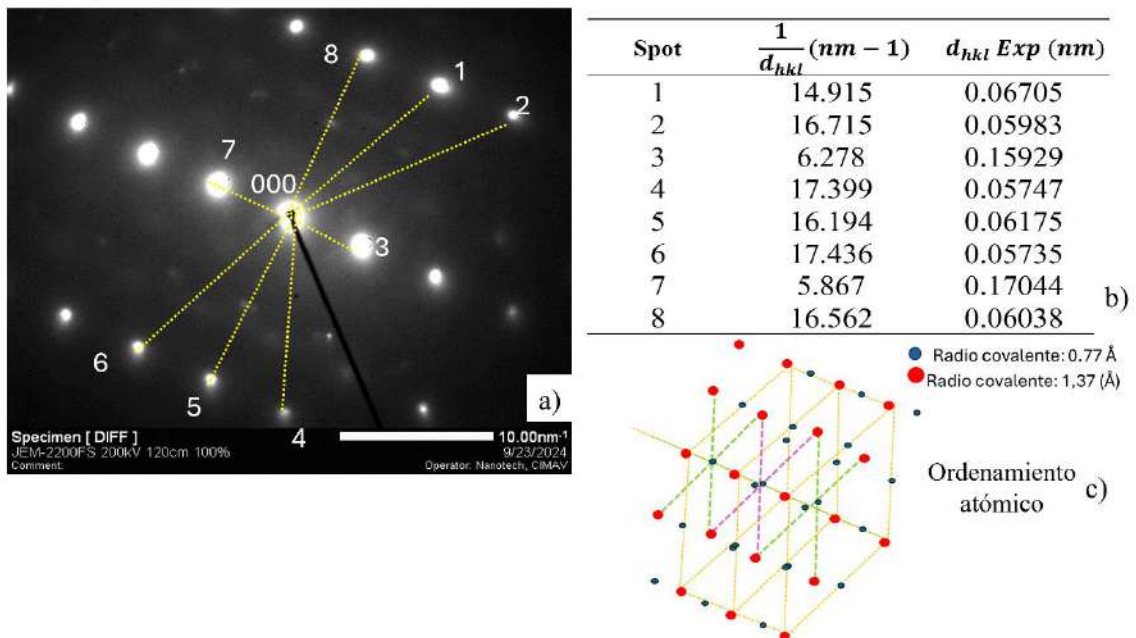


Figura 4. 74. Identificación de la constitución del precipitado inducido por deformación con interfaz coherente con la matriz.

La Tabla 4 muestra una comparación entre las distancias d_{hkl} teórica y experimental, considerando el parámetro de red $a=0.447$ nm típico del NbC [188, 191-193]. Se identificaron los planos permitidos para la estructura FCC, específicamente (220), (444), (622) y (620), todos los cuales coinciden con la estructura del NbC. Se encontró que la

medición de d_{hkl} desde el centro hasta los puntos más lejanos coincide con los planos de alto orden (444), (622) y (620), los cuales son los planos más alejados del centro, mientras que en el caso del plano (220) se trata de un plano de bajo orden y se reconoce como una reflexión cercana al centro. En ambos casos, se trata de planos asociados con reflexiones permitidas para FCC al cumplir con la condición de los índices de Miller (hkl) y que también concuerdan con la información reportada en la ficha del NbC, ICDD (PDF 65-8782) [43-44]. En el análisis comparativo de las distancias d_{hkl} , se calculó y reportó la diferencia. Se observó que el punto 7 con una d_{hkl} de 0.1704, asociado al plano (220), muestra una diferencia del 7.78%, lo cual puede asociarse al método de medición debido a la precisión al asignar la distancia y trazar la línea en el patrón de difracción. Sin embargo, la mayoría de las distancias presentan una diferencia menor al 4%, lo que sugiere que el análisis de difracción es aceptable [191-193].

Tabla 4.8. Comparación experimental vs. teórica para la identificación de planos de cada punto en Z2.

Punto	$\frac{1}{d_{hkl_{experimental}}}$	$d_{hkl_{experimental}}$ (nm)	$d_{hkl_{Teorico}}$	Plano candidato	Diferencia (%)
1	14.915	0.0670	0.0645	(444)	3.88%
2	16.715	0.0598	0.0597	(622)	0.17%
3	6.278	0.1593	0.1581	(220)	0.76%
4	17.399	0.0575	0.0597	(622)	3.68%
5	16.194	0.0618	0.0620	(620)	0.32%
6	17.436	0.0574	0.0597	(622)	3.85%
7	5.867	0.1704	0.1581	(220)	7.78%
8	16.562	0.0604	0.0620	(620)	2.58%

4.8 Determinación del mecanismo de precipitación en un acero de alta aleación y resistencia.

A partir de los resultados obtenidos de la caracterización microestructural mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), la identificación de la precipitación

preferencialmente localizada, la validación de dicha precipitación en la subestructura de la microestructura deformada por difracción de electrones retrodispersados (EBSD), y el análisis de la interfaz entre los precipitados y la matriz en zonas de alta energía, se determinó el mecanismo de precipitación del acero experimental, característico de una composición química con elementos en adición como Ti, Nb, V, Cr, etc. y diseñado como acero de alta resistencia.

En la Figura 4.75 se presenta el comportamiento del mecanismo de precipitación característico del acero experimental API 5XL PSL2, basado en los resultados obtenidos de la caracterización microestructural.

El mecanismo distintivo del acero experimental es la precipitación en austenita con una distribución localizada, que presenta una interfaz coherente con la matriz [61,148,170,177,178, 182-188]. La evidencia muestra que los precipitados se localizan en los límites de grano debido a la deformación inducida experimentalmente. La literatura respalda que este fenómeno, caracterizado por una distribución localizada, surge a partir de la segregación de átomos de carbono, nitrógeno y niobio. Estos elementos son los principales responsables de formar compuestos complejos como carbonitruros de niobio (Nb (C, N)) durante el proceso de laminación en caliente.

La caracterización mediante MEB permitió observar la formación de cavidades típicas de la descohesión en los límites de grano, causadas por la presencia de precipitados inducidos por deformación. acero. Se determinó que el tamaño de las cavidades observadas en las muestras caracterizadas por MEB no correspondía al tamaño típico de los nano-precipitados asociados con la composición química del acero. En su lugar, se identificaron colonias de precipitados con dimensiones entre 3 y 5 nanómetros. Estas colonias, debido a las condiciones experimentales de temperatura, deformación y velocidad de deformación, presentaron una dispersión limitada en la matriz del acero. Esto se evidenció debido a la fracción volumétrica de carbonitruros de niobio localizada en el límite de la subestructura, que corresponde a la suma de la fracción volumétrica de átomos de niobio, carbono y nitrógeno en la matriz y la fracción volumétrica de este elemento que después del proceso de deformación comienzan a segregarse hacia el límite de la

subestructura, en donde ambas son dependientes de la deformación y la velocidad de deformación aplicada al acero.

Se determinó que la precipitación inducida por deformación de carburos de niobio, localizada preferentemente en los límites de grano, son los responsables de provocar el endurecimiento de la matriz del acero por que generan una interfaz coherente de tipo planar, como se ilustra en la Figura 4.70. En el que se evidencia completamente la relación de la temperatura, deformación y la velocidad de deformación.

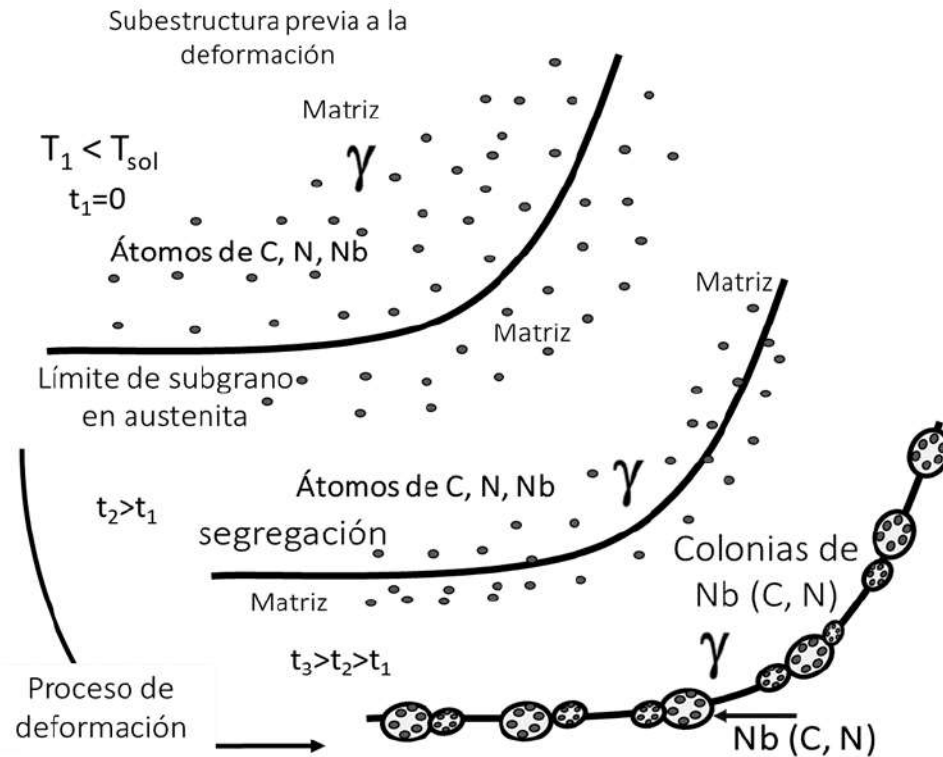


Figura 4. 75. Determinación del mecanismo de precipitación del acero experimental a partir de las pruebas experimentales y la caracterización microestructural (MEB, EBSD, TEM).

Capítulo V

Conclusiones

De acuerdo con los resultados experimentales y las simulaciones por software de la composición química, se concluye que el mecanismo de precipitación del acero experimental se encuentra bajo la influencia de la deformación (ϵ), la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y la temperatura (T).

Se evidenció la precipitación a alta temperatura y la constitución de los compuestos que se caracterizan por tener tamaños de entre 3 y 5 nanómetros con una localización preferencial en el límite de grano por los resultados obtenidos por la simulación por software con JMatPro V14 y ThermoCalc. De esta manera, se permite conocer las fases precipitantes a alta temperatura a partir de una composición química dada, los tamaños y la localización de los precipitados en la zona austenítica. Así como en la microestructura comprender el comportamiento metalúrgico del acero, identificando que el endurecimiento por precipitación inducida por deformación ocurre únicamente cuando se tiene el control de la temperatura (T), la de deformación (ϵ) y la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) durante el proceso termomecánico.

Se evidenció que, durante el incremento de la deformación y la velocidad de deformación a temperaturas entre 1150°C y 1000°C, se presenta un mecanismo de precipitación con distribución localizada preferencialmente en los límites de grano, promoviendo el control de los granos austeníticos desde el inicio y conforme progresa la deformación. Culminando en un mecanismo de precipitación con una interfaz coherente de tipo planar que favorece al endurecimiento de la microestructura del acero.

Es necesario contemplar que el análisis experimental se ejecutó sin deformación acumulada, lo que influyó en la localización y comportamiento de la precipitación inducida por deformación que fue identificada por la microscopía de transmisión.

Recomendaciones

De los resultados obtenidos y las conclusiones planteada en los capítulos anteriores, se exponen las siguientes recomendaciones para trabajos a futuro para determinar el mecanismo de precipitación durante el proceso de laminación en caliente.

Realizar las simulaciones de precipitación utilizando el programa computacional ThermoCalc para el entendimiento y determinación de la relación de resultados para el diseño y desarrollo de nuevos materiales.

Para evaluar el efecto del *Nb* en las temperaturas críticas de transformación, en la inhibición de la recrystalización y la formación de precipitado, se propone realizar la metodología planteada para esta investigación con al menos 3 diferentes concentraciones en porcentaje de peso de *Nb*.

Para realizar la sinergia del comportamiento del acero con el acero obtenido del proceso termomecánico se propone realizar pruebas experimentales de torsión en caliente, que permitan conocer el comportamiento del acero con deformación acumulada, para determinar el efecto en la morfología, tamaño e interfaz que presente la precipitación inducida por deformación. Se propone la caracterización por microscopía de transmisión en laminillas con menor espesor para mejor la calidad y nitidez de las imágenes. Realizar el análisis de *TEM* en más zonas extendidas en la microestructura del acero, para determinar el mecanismo de precipitación inducido por deformación.

Referencias bibliográficas

- [1] Baker, T. N. (2016). Microalloyed steels. *Ironmaking & Steelmaking*, 43(4), 264-307. <https://doi.org/10.1179/1743281215Y.0000000063>
- [2] Villalobos, J. C., Del-Pozo, A., Campillo, B., Mayen, J., & Serna, S. (2018). Microalloyed steels through history until 2018: Review of chemical composition, processing and hydrogen service. *Metals*, 8(5), 351. <https://doi.org/10.3390/met8050351>.
- [3] Mohammadi Joo, M., Collins, L., Henein, H., & Ivey, D. G. (2018). Canadian HSLA steel pipelines: History and technology developments. *ERA*. <https://doi.org/10.7939/r3-wvqv-qg18>
- [4] Xu, Z.-W., Liu, X.-M., & Zhang, K. (2019). Mechanical properties prediction for hot rolled alloy steel using convolutional neural network. *IEEE Access*, 7, 1-10. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2019.2909586>.
- [5] Šimeček, P., & Hajduk, D. (2006). Prediction of mechanical properties of hot rolled steel products. *ITA Ltd.*
- [6] Keeler, S. (2017). Advance high-strength steels application guidelines (Versión 6.0). WorldAutoSteel, World Steels Association.
- [7] American Petroleum Institute (API). (2004). API Specification 5L: Specification for line pipe (43^a ed.). API Publishing Services.
- [8] American Petroleum Institute (API). (2012). API Specification 5L: Specification for line pipe (45^a ed.). API Publishing Services.
- [9] American Petroleum Institute (API). (2018). API Specification 5L: Specification for line pipe (46^a ed.). API Publishing Services.
- [10] Octal Steel. (2024). API 5L Pipe Specification (46th Edition Updated on 2024). Recuperado de <https://www.octalsteel.com/api-5l-pipe-specification>.
- [11] Padrón Domínguez, O. (2017). Efecto del desplazamiento del electrodo en soldadura circunferencial por arco sumergido en tubería de acero API-5L-X70.
- [12] Altos Hornos de México (AHMSA). (2019). Manual de especificaciones y garantías AHMSA (MEGA 04, 1^a ed.).
- [13] Bhattacharya, D. (2014). Microalloyed steels for the automotive industry. *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, 11(4), 371-383.
- [14] Schmitt, J.-H., & Iung, T. (2018). New developments of advanced high-strength steels for automotive applications. *Comptes Rendus Physique*, 19(6), 414-430. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2018.11.004>.
- [15] Matlock, D. K., & Speer, J. G. (s.f.). Processing opportunities for new advanced high-strength sheet steels. Colorado School of Mines.
- [16] Branco, R., & Berto, F. (2021). High-strength low-alloy steels. *Metals*, 11(1000). <https://doi.org/10.3390/met11071000>.
- [17] Materials Science and Technology. (2009). On the strength of microalloyed steels - An interpretive review. *Materials Science and Technology*. <https://doi.org/10.1179/174328409X455233>.
- [18] Billur, E., & Altan, T. (s.f.). Challenges in forming advanced high-strength steels. Engineering Research Center for Net Shape Manufacturing (ERC/NSM).
- [19] Téllez López, D. M. R. (s.f.). Caracterización de aceros avanzados y estudio de su resistencia mecánica y conformabilidad. Available online: <1080224650.pdf>
- [20] American Institute of Steel Construction (AISC). (2016). Especificación para construcciones de acero (ANSI/AISC 360-16).
- [21] Uranga, P. (2019). Advances in microalloyed steels. *Metals*, 9(279). <https://doi.org/10.3390/met9030279>.

- [22] Procesos. (2020). Effect of the chemical composition on the structural state and mechanical properties of complex microalloyed steels of the ferritic class. *Processes*, 8(646). <https://doi.org/10.3390/pr8060646>.
- [23] Ashby, M., Shercliff, H., & Cebon, D. (2007). *Materials engineering, science, processing and design*. Elsevier.
- [24] Guo, C., Chi, H., Zhou, J., Gu, J., Ma, D., & Dong, L. (2025). Evolution of microstructure and mechanical properties of ultra-high-strength heat-resistant bearing steel during long-term aging at 500°C. *Materials*, 18(639). <https://doi.org/10.3390/ma18030639>.
- [25] Uranga, P., & Rodríguez-Ibabe, J. M. (2020). Thermomechanical processing of steels. *Metals*, 10(641).
- [26] Felker, C. A., Speer, J. G., De Moor, E., & Findley, K. O. (2020). Hot strip mill processing simulations on a Ti-Mo microalloyed steel using hot torsion testing. *Metals*, 10(334). <https://doi.org/10.3390/met10030334>.
- [27] Poliak, E. I., Pottore, N. S., Skolly, R. M., Umlauf, W. P., & Brannbacka, J. C. (2009). Thermomechanical processing of advanced high-strength steels in production hot strip rolling. *La Metallurgia Italiana*.
- [28] Marmulev, A. V., Kaputkina, L. M., Herman, G., & Poliak, E. I. (2014). Effects of thermomechanical processing on uniformity of microstructure and properties of AHSS. *Materials Science Forum*, 783-786, 967-972. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.967>.
- [29] Błoniarczyk, R., Majta, J., Rutkowski, B., Korpała, G., Prahl, U., Janiszewski, J., & Lisiecka-Graca, P. (2021). How the thermomechanical processing can modify the high strain rate mechanical response of a microalloyed steel. *Materials*, 14(6062). <https://doi.org/10.3390/ma14206062>.
- [30] Auto/Steel Partnership Joining Project. (2020). Advanced high-strength steel (AHSS) weld performance study for autobody structural components.
- [31] Sulzbach, G. A. S., Rodrigues, M. V. G., Rodrigues, S. F., Lima, M. N. S., Loureiro, R. C. P., Sá, D. F. S., & Abreu, H. F. G. (2022). Optimization of thermomechanical processing under double-pass hot compression tests of a high Nb and N-bearing austenitic stainless-steel biomaterial using artificial neural networks. *Metals*, 12(1783). <https://doi.org/10.3390/met12111783>.
- [32] Hanoglu, U., & Šarler, B. (2019). Hot rolling simulation system for steel based on advanced meshless solution. *Metals*, 9(788).
- [33] Lu, Z., Zhou, D., Yu, D., & Xiao, H. (2024). Research on dynamic modelling, characteristics and vibration reduction application of hot rolling mills considering the rolling process. *Machines*, 12(629). <https://doi.org/10.3390/machines12090629>.
- [34] Montemayor de la Garza, K. (2022). Diseño de pases de laminación en caliente para la producción de postes a partir del reciclado de riel de ferrocarril de acero 1075 (Tesis de licenciatura). Universidad Autónoma de Nuevo León. Available online: [1080312649.pdf](https://doi.org/10.1080312649.pdf)
- [35] Markulik, S., Nagyova, A., Turisova, R., & Villinsky, T. (2021). Improving quality in the process of hot rolling of steel sheets. *Applied Sciences*, 11(5451). <https://doi.org/10.3390/app11125451>.
- [36] Endo, S., & Nakata, N. (2015). Development of thermo-mechanical control process (TMCP) and high-performance steel in JFE Steel. *JFE Technical Report*, 20.
- [37] de Oliveira Abreu, L. G., de Faria, G. L., de Faria, R. J., Matsubara, D. B., & Porcaro, R. R. (2024). Optimizing rolling strategies for API 5L X80 steel heavy plates produced by thermomechanical processing in a reversible single-stand mill. *Metals*, 14(746). <https://doi.org/10.3390/met14070746>.
- [38] Zuñiga Pineda, L. F. (s.f.). Efecto del proceso termomecánico en la microestructura de un acero de fase compleja (CP). Available online: [1080328931.pdf](https://doi.org/10.1080328931.pdf)
- [39] Illescas Fernández, S. (2007). Estudio del efecto de los elementos microaleantes en un acero HSLA (Tesis de maestría).
- [40] Ortega Reyes, R., Haro Rodríguez, S., Sustaita Torres, I. A., Pérez González, F. A., & Cola, R. (2019). *Transformación de carburos ricos en niobio durante el envejecimiento de dos aleaciones resistentes al calor*. *Ingenierías*, 22(82).

- [41] Zaitsev, A., Arutyunyan, N., & Koldaev, A. (2023). Hot ductility, homogeneity of the composition, structure, and properties of high strength microalloyed steels: A critical review. *Metals*, 13(6), 1066. <https://doi.org/10.3390/met13061066>.
- [42] García Jacobo, R. (2019). *Efecto de la potencia láser del proceso HLAW en uniones de aceros HSLA 550 sobre la microestructura y propiedades mecánicas*. Corporación Mexicana de Investigación en Materiales.
- [43] Callister, W. D., Jr. (s.f.). *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales* (Vol. 1, Edición e-book). ISBN: 978-84-291-9560-6.
- [44] Zhang, Y., & Ma, Y. (2025). Research progress on titanium–niobium micro-alloyed high-strength steel. *Materials*, 18(2), 325. <https://doi.org/10.3390/ma18020325>
- [45] Kong, D., Zhou, J., Dong, W., Cai, L., & Qu, C. (2024). Effect of initial intergranular ferrite size on induction hardening microstructure of microalloyed steel 38MnVS6. *Crystals*, 14(9), 827. <https://doi.org/10.3390/cryst14090827>.
- [46] Chatterjee, D. (2017). Behind the development of advanced high strength steel (AHSS) including stainless steel for automotive and structural applications - An overview. *Materials Science and Metallurgy Engineering*, 4(1), 1-15. <https://doi.org/10.12691/msme-4-1-1>.
- [47] Prazmowski, M., Paul, H., Rozumek, D., & Marcisz, E. (2014). Influence of the microstructure near the interface on the fatigue life of explosively welded carbon steel/Zr clads. *Key Engineering Materials*, 592–593, 704–707.
- [48] Przybyłowicz, K. (1999). *Podstawy teoretyczne metaloznawstwa*. WNT.
- [49] Skoblik, R., Rydz, D., & Stradomski, G. (2010). Analysis of asymmetrical rolling process of multilayer plates. In *Solid State Phenomena* (Vol. 165, pp. 348–352). Trans Tech Publications Ltd.
- [50] Stradomski, G., Rydz, D., Garstka, T., Pałega, M., Dyl, T., Szarek, A., Szarek, J. Ł., & Dembiczak, T. (2022). Influence of asymmetric rolling process on the microstructure properties of bimetallic sheet metals. *Materials*, 15(6), 2013. <https://doi.org/10.3390/ma15062013>.
- [51] Nishioka, K., & Ichikawa, K. (2012). Progress in thermomechanical control of steel plates and their commercialization. *Science and Technology of Advanced Materials*, 13, 023001. <https://doi.org/10.1088/1468-6996/13/2/023001>.
- [52] Musolanda, V., Akinlabia, E. T., & Jen, T. C. (2006). Effect of weight per meter of reinforced bar on mechanical properties and microstructure. *International Journal of Mechanical Engineering and Robotics Research*, 7, 126-130.
- [53] Tamura, I., Sekine, H., Tanaka, T., & Ouchi, C. (1988). *Thermomechanical processing of high-strength low-alloy steels*. Butterworth & Co.
- [54] Alaneme, K. K., & Okotete, E. A. (2019). Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*.
- [55] Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H., & Jonas, J. J. (2013). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002>.
- [56] Tang, S., Li, X., Li, J., Liu, Z., & Wang, G. (2022). Role of microalloying elements on recrystallization kinetics of cold-rolled high strength low alloy steels. *Metals*, 12(10), 1741. <https://doi.org/10.3390/met12101741>.
- [57] Akbari, Z., Mirzadeh, H., & Cabrera, J.-M. (2014). A simple constitutive model for predicting flow stress of medium carbon microalloyed steel during hot deformation. *Materials and Design*. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.04.005>
- [58] Cabrera, J. M., Al Omar, A., & Prack, J. M. (s.f.). (1997). Simulación de la fluencia en caliente de un acero microaleado con un contenido medio de carbono - II parte. Recristalización dinámica: inicio y cinética. *Consejo Superior de Investigaciones Científicas*. <http://revistademetalurgia.revistas.csic.es>

- [59] Alcelay, I., Peña, E., & Al Omar, A. (s.f.), (2016), Estudio del comportamiento termo-mecánico de un acero microaleado de medio carbono durante un proceso de conformado en caliente usando una red neuronal artificial. *Departamento de Ingeniería Mecánica, EPSEM, Universidad Politécnica de Cataluña*.
- [60] Kostryzhev, A., Killmore, C., & Pereloma, E. (2021). Effect of processing parameters on interphase precipitation and mechanical properties in novel Cr, V, Nb microalloyed steel. *Metals*, 11(107). <https://doi.org/10.3390/met11010107>
[Effect of Processing Parameters on Interphase Precipitation and Mechanical Properties in Novel CrVNb Microalloyed Steel](https://doi.org/10.3390/met11010107)
- [61] Dutta, B., & Palmiere, E. J. (2003). Effect of prestrain and deformation temperature on the recrystallization behavior of steels microalloyed with niobium. *Metallurgical and Materials Transactions A*.
- [62] Al Omar, A. (1996). Caracterización dinámica de dos aceros microaleados de medio carbono mediante ensayos de compresión a alta temperatura. Aplicación de mapas de procesado. *Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya*.
- [63] Altamirano Guerrero, G. (2014). Estudio de la deformación plástica en caliente de aceros avanzados de ultra-alta resistencia (AUHSS) microaleados con boro. *Tesis doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo*.
- [64] Cabrera Marrero, J. M. (1995). Caracterización mecánico-metalúrgica de la conformación en caliente del acero microaleado de medio carbono 38MnSiVS5. *Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya*.
- [65] Zhang, Z.-H., Liu, Y.-N., Liang, X.-K., & She, Y. (2008). The effect of Nb on recrystallization behavior of a Nb micro-alloyed steel. *Materials Science and Engineering A*, 474, 254–260. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.04.062>
- [66] Perrard, F., & Scott, C. (2007). Vanadium precipitation during intercritical annealing in cold rolled TRIP steels. *Automotive Research Center, Arcelor Research S.A.*
- [67] Mondy, P. R., Sarma, V. S., & Sankaran, S. (2011). Development of ultra-fine grained dual phase microalloyed steels through severe cold rolling and intercritical annealing. *Indian Institute of Technology Madras*, 64, 89-92.
- [68] Papa Rao, M., Subramanya Sarma, V., & Sankaran, S. (2016). Microstructure and mechanical properties of V-Nb microalloyed ultrafine-grained dual-phase steels processed through severe cold rolling and intercritical annealing. *Metallurgical and Materials Transactions A*.
- [69] Akhtar, M. N., Khan, M., Khan, S. A., Afzal, A., Subbiah, R., Ahmad, S. N., Husain, M., Butt, M. M., Othman, A. R., & Bakar, E. A. (2021). Determination of non-recrystallization temperature for niobium microalloyed steel. *Materials*, 14(2639). <https://doi.org/10.3390/ma14102639>.
- [70] Kreyca, J., Kahlenberg, R., Jacob, A., Kozeschnik, E., & Povoden-Karadeniz, E. (2023). Analysis of recrystallization kinetics concerning the experimental, computational, and empirical evaluation of critical temperatures for static recrystallization in Nb, Ti, and V microalloyed steels. *Metals*, 13(884). <https://doi.org/10.3390/met13050884>.
- [71] Zhang, Q., Huo, X., Li, L., Chen, S., & Lu, C. (2022). Correlation between precipitation and recrystallisation during stress relaxation in titanium microalloyed steel. *Metals*, 12(1920). <https://doi.org/10.3390/met12111920>.
- [72] Zhao, Y., Zheng, J., Chen, L., & Liu, X. (2022). Static recrystallization behavior of low-carbon Nb-V-microalloyed forging steel. *Metals*, 12(1745). <https://doi.org/10.3390/met12101745>.
- [73] Kaikkonen, P. M., Somani, M. C., Karjalainen, L. P., & Kömi, J. I. (2021). Flow stress behaviour and static recrystallization characteristics of hot deformed austenite in microalloyed medium-carbon bainitic steels. *Metals*, 11(138). <https://doi.org/10.3390/met11010138>.
- [74] Mayo, U., Isasti, N., Rodríguez-Ibabe, J. M., & Uranga, P. (2019). Interaction between microalloying additions and phase transformation during intercritical deformation in low carbon steels. *Metals*, 9(10), 1049. <https://doi.org/10.3390/met9101049>.

- [75] Klančnik, G., Foder, J., Bradaškja, B., Kralj, M., Klančnik, U., Lalley, P., & Stalheim, D. (2022). Hot deformation behavior of C-Mn steel with incomplete recrystallization during roughing phase with and without Nb addition. *Metals*, *12*(10), 1597. <https://doi.org/10.3390/met12101597>.
- [76] Xue, H., Yuan, H., Guo, K., Zhang, Z., & Zhang, M. (2021). Microstructure evolution and recrystallization temperature change of cold-rolled Fe–19Mn–0.6C twinning-induced plasticity steel during annealing. *Metals*, *11*(8), 1181. <https://doi.org/10.3390/met11081181>.
- [77] Krbat'a, M., Eckert, M., Križan, D., Barényi, I., & Mikušová, I. (2019). Hot deformation process analysis and modelling of X153CrMoV12 steel. *Metals*, *9*(10), 1125. <https://doi.org/10.3390/met9101125>.
- [78] Sobotka, E., Kreyca, J., Kahlenberg, R., Jacob, A., Kozeschnik, E., & Povoden-Karadeniz, E. (2023). Analysis of recrystallization kinetics concerning the experimental, computational, and empirical evaluation of critical temperatures for static recrystallization in Nb, Ti, and V microalloyed steels. *Metals*, *13*(5), 884. <https://doi.org/10.3390/met13050884>.
- [79] Homsher, C. N., & Van Tyne, C. J. (2013). Empirical equations for the no-recrystallization temperature in hot rolled steel plates. *Materials Science and Technology (MS&T) 2013, October 27-31*, Montreal, Quebec, Canada.
- [80] Park, M., Kang, M. S., Park, G. W., Choi, E. Y., Kim, H. C., Moon, H. S., Jeon, J. B., Kim, H., Kwon, S. H., & Kim, B. J. (2019). The effects of recrystallization on strength and impact toughness of cold-worked high-Mn austenitic steels. *Metals*, *9*(9), 948. <https://doi.org/10.3390/met9090948>.
- [81] Sharifi, S. S., Bakhtiari, S., Shahryari, E., Sommitsch, C., & Poletti, M. C. (2024). The influence of thermomechanical conditions on the hot ductility of continuously cast microalloyed steels. *Materials*, *17*(18), 4551. <https://doi.org/10.3390/ma17184551>.
- [82] Sauer, M., Fabík, R., Schindler, I., Kawulok, P., Opěla, P., Kawulok, R., Vodárek, V., & Rusz, S. (2023). Analysis of the microstructure development of Nb-microalloyed steel during rolling on a heavy-section mill. *Materials*, *16*(1), 288. <https://doi.org/10.3390/ma16010288>.
- [83] Luo, L., Zhang, J., Fu, H., Chen, F., Qin, J., & Li, Y. (2024). Effects of partially replacing Mo with Nb on the microstructure and properties of high-strength low-alloy steel during reverse austenization. *Metals*, *14*(8), 896. <https://doi.org/10.3390/met14080896>.
- [84] Mohrbacher, H. (2019). Metallurgical effects of niobium and molybdenum on heat-affected zone toughness in low-carbon steel. *Applied Sciences*, *9*(9), 1847. <https://doi.org/10.3390/app9091847>
- [85] Zaitsev, A., Koldaev, A., Arutyunyan, N., Dunaev, S., & D'yakonov, D. (2020). Effect of the chemical composition on the structural state and mechanical properties of complex microalloyed steels of the ferritic class. *Processes*, *8*(6), 646. <https://doi.org/10.3390/pr8060646>.
- [86] Zurutuza, I., Isasti, N., Detemple, E., Schwinn, V., Mohrbacher, H., & Uranga, P. (2021). Effect of Nb and Mo additions in the microstructure/tensile property relationship in high-strength quenched and quenched and tempered boron steels. *Metals*, *11*(1), 29. <https://doi.org/10.3390/met11010029>.
- [87] Xing, J., Zhu, G., Wu, B., Ding, H., & Pan, H. (2022). Effect of Ti addition on the precipitation mechanism and precipitate size in Nb-microalloyed steels. *Metals*, *12*(2), 245. <https://doi.org/10.3390/met12020245>.
- [88] Ghanaei, A., Edris, H., Monajati, H., & Hamawandi, B. (2023). The effect of adding V and Nb microalloy elements on the bake hardening properties of ULC steel before and after annealing. *Materials*, *16*(4), 1716. <https://doi.org/10.3390/ma16041716>.
- [89] Han, R., Yang, G., Xu, D., Jiang, L., Fu, Z., & Zhao, G. (2022). Effect of V on the precipitation behavior of Ti-Mo microalloyed high-strength steel. *Materials*, *15*(17), 5965. <https://doi.org/10.3390/ma15175965>.
- [90] Cong, T., Jiang, B., Zou, Q., & Yao, S. (2023). Influence of microalloying on the microstructures and properties of spalling-resistant wheel steel. *Materials*, *16*(5), 1972. <https://doi.org/10.3390/ma16051972>.
- [91] Hou, Y., & Kadoi, K. (2024). Effect of Ti, Al, and Mg addition on microstructure evolution in weld metal of stainless steel solidified with F and FA modes and the tensile property. *Materials Science and Engineering A*. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147190>.

- [92] Oja, O., Saastamoinen, A., Patnamsetty, M., Honkanen, M., Peura, P., & Järvenpää, M. (2019). Microstructure and mechanical properties of Nb and V microalloyed TRIP-assisted steels. *Metals*, 9(8), 887. <https://doi.org/10.3390/met9080887>.
- [93] Zhao, T., Hao, X., Wang, Y., Chen, C., & Wang, T. (2023). Influence of thermo-mechanical process and Nb-V microalloying on microstructure and mechanical properties of Fe–Mn–Al–C austenitic steel. *Coatings*, 13(9), 1513. <https://doi.org/10.3390/coatings13091513>.
- [94] Zaitsev, A., & Arutyunyan, N. (2021). Low-carbon Ti-Mo microalloyed hot rolled steels: Special features of the formation of the structural state and mechanical properties. *Metals*, 11(10), 1584. <https://doi.org/10.3390/met11101584>.
- [95] Politecnico di Torino. (2020-2021). *Niobium-alloyed steels for automotive transmission and powertrain applications* (master's thesis). DIMEAS – Department of Mechanical and Aerospace Engineering.
- [96] Louchet, F., Weiss, J., & Richeton, T. (2006). Hall-Petch law revisited in terms of collective dislocation dynamics. *Physical Review Letters*, 97, 075504. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.97.075504>.
- [97] Rodríguez Baracaldo, R., Cabrera Marrero, J. M., & Benito Páramo, J. A. (s.f.). *Estudio de la relación Hall-Petch en aceros (0,6% C) submicrométricos*. ResearchGate.
- [98] Armstrong, R. W. (2014). *60 Years of Hall-Petch: Past to Present Nano-Scale Connections*. *Materials Transactions*, 55(1), 2-12. <https://doi.org/10.2320/matertrans.55.2>.
- [99] de las Cuevas, F., Ferraiuolo, A., Karjalainen, L. P., & Gil Sevillano, J. (2014). *Propiedades mecánicas a tracción y mecanismos de endurecimiento de un acero TWIP a altas velocidades de deformación: relación de Hall-Petch*. *Revista de Metalurgia*, 50(4), e031. <https://doi.org/10.3989/revmetalm.031>.
- [100] Kato, M. (2014). *Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine-Grained and Nanocrystalline Metals*. *Materials Transactions*, 55(1), 19-24. <https://doi.org/10.2320/matertrans.55.19>.
- [101] Moreno Gómez, F. J. (2016). *Procesos termomecánicos y precipitación en un acero HSLA*. Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica.
- [102] Akpan, E. I., & Haruna, I. A. (s.f.). Structural evolution and properties of hot rolled steel alloys. Department of Materials and Production Engineering, Ambrose Alli University, Ekpoma, Edo State, Nigeria.
- [103] Altuna, M. A., Iza-Mendia, A., & Gutiérrez, I. (2012). Precipitation of Nb in ferrite after austenite conditioning. Part II: Strengthening contribution in high-strength low-alloy (HSLA) steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43, 4054-4066. <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1270-x>.
- [104] García-Sesma, L., López, B., & Pereda, B. (2020). Effect of high Ti contents on austenite microstructural evolution during hot deformation in low carbon Nb microalloyed steels. *Metals*, 10(165). <https://doi.org/10.3390/met10020165>.
- [105] Yan, Y., Xue, Y., Liu, K., Yu, W., Shi, J., & Wang, M. (2024). Unified solid solution product of [Nb][C] in Nb-microalloyed steels with various carbon contents. *Materials*, 17(3369). <https://doi.org/10.3390/ma17133369>.
- [106] Paxton, T., & Tong, V. (2018). *Solubility product* (MSE307, pp. 1–29).
- [107] Huo, L., Gao, J., Li, Y., Xu, P., Wei, X., & Ma, T. (2025). Effect of Nb alloying and solution treatment on the mechanical properties of cold-rolled Fe-Mn-Al-C low-density steel. *Metals*, 15(102). <https://doi.org/10.3390/met15020102>.
- [108] Dikić, S., Glišić, D., Fadel, A., Jovanović, G., & Radović, N. (2021). Structure and strength of isothermally heat-treated medium carbon Ti-V microalloyed steel. *Metals*, 11(1011). <https://doi.org/10.3390/met11071011>.
- [109] Larzabal, G., Isasti, N., Rodríguez-Ibabe, J. M., & Uranga, P. (2017). Evaluating strengthening and impact toughness mechanisms for ferritic and bainitic microstructures in Nb, Nb-Mo and Ti-Mo microalloyed steels. *Metals*, 7(65). <https://doi.org/10.3390/met7020065>.

- [110] Liu, H., Yang, B., Chen, Y., Li, C., & Liu, C. (2022). Precipitation law of vanadium in microalloyed steel and its performance influencing factors. *Materials*, 15(8146). <https://doi.org/10.3390/ma15228146>.
- [111] Ma, G., Chen, Y., Wu, G., Wang, S., Li, T., Liu, W., Wu, H., Gao, J., Zhao, H., Zhang, C., et al. (2023). The effects of microalloying on the precipitation behavior and strength mechanisms of X80 high-strength pipeline steel under different processes. *Crystals*, 13(714). <https://doi.org/10.3390/cryst13050714>.
- [112] Maetz, J.-Y., Militzer, M., Wen Chen, Y., Yang, J.-R., Goo, N. H., Kim, S. J., Jian, B., & Mohrbacher, H. (2018). Modeling of precipitation hardening during coiling of Nb–Mo steels. *Metals*, 8(758). <https://doi.org/10.3390/met8100758>.
- [113] Li, K., Shao, J., Yao, C., Jia, P., Xie, S., Chen, D., & Xiao, M. (2024). Effect of Nb-Ti microalloyed steel precipitation behavior on hot rolling strip shape and FEM simulation. *Materials*, 17(651). <https://doi.org/10.3390/ma17030651>.
- [114] Cui, P., Xing, G., Nong, Z., Chen, L., Lai, Z., Liu, Y., & Zhu, J. (2022). Recent advances on composition-microstructure-properties relationships of precipitation hardening stainless steel. *Materials*, 15(8443). <https://doi.org/10.3390/ma15238443>.
- [115] Zhang, Z., Wang, Z., Li, Z., & Sun, X. (2023). Microstructure evolution and precipitation behavior in Nb and Nb-Mo microalloyed fire-resistant steels. *Metals*, 13(112). <https://doi.org/10.3390/met13010112>.
- [116] Morrison, W. B. (2009). Microalloy steels – the beginning. *Journal of Physical Metallurgy of Steel*, 25, 1-15.
- [117] Okamoto, R., Borgenstam, A., & Agren, J. (2010). Interphase precipitation in niobium-microalloyed steels. *ScienceDirect*.
- [118] Zhong, N., Wang, X. D., Wang, L., & Rong, Y. H. (2009). Enhancement of the mechanical properties of a Nb-microalloyed advanced high-strength steel treated by quenching-partitioning-tempering process. *Material Science and Engineering A*.
- [119] Cong, J., Li, J., Fan, J., Liu, P., Misra, R. D. K., Shang, C., & Wang, X. (2020). The impact of interphase precipitation on the mechanical behavior of fire-resistant steels at an elevated temperature. *Materials*, 13(4294). <https://doi.org/10.3390/ma13194294>.
- [120] Klinkenberg, C., Hulka, K., & Bleck, W. (2004). Niobium carbide precipitation in microalloyed steel. *Steel Research*, 75(11), 744-758.
- [121] Jeong, J.-Y., Hong, D.-G., & Yim, C.-H. (2022). Deep learning to predict deterioration region of hot ductility in high-Mn steel by using the relationship between RA behavior and time-temperature-precipitation. *Metals*, 12(1689). <https://doi.org/10.3390/met12101689>
- [122] Song, S., Tian, J., Xiao, J., Fan, L., Yang, Y., Yuan, Q., Gan, X., & Xu, G. (2022). Effect of vanadium and strain rate on hot ductility of low-carbon microalloyed steels. *Metals*, 12(14). <https://doi.org/10.3390/met12010014>.
- [123] Salas-Reyes, A. E., Altamirano-Guerrero, G., Deaquino, R., Salinas, A., Lara-Rodriguez, G., Figueroa, I. A., González-Parra, J. R., & Mintz, B. (2023). The hot ductility, microstructures, mechanical properties and corrosion resistance in an advanced boron-containing complex phase steel heat-treated using the quenching and partitioning (Q&P) process. *Metals*, 13(257). <https://doi.org/10.3390/met13020257>.
- [124] Mintz, B.; Qaban, A. The Influence of Precipitation, High Levels of Al, Si, P, and a Small B Addition on the Hot Ductility of TWIP and TRIP Assisted Steels: A Critical Review. *Metals* 2022, 12, 502. <https://doi.org/10.3390/met12030502>.
- [125] Wang, Z.; Wang, Y.; Wang, C. Grain Size Effect on the Hot Ductility of High-Nitrogen Austenitic Stainless Steel in the Presence of Precipitates. *Materials* 2018, 11, 1026. <https://doi.org/10.3390/ma11061026>.
- [126] Abdelhalim, A.; Guedri, A.; Darsoun, L.; Belyamna, M. A. Fracture Mechanisms of Micro-Alloy Steel at Elevated Temperature. *International Journal of Membrane Science and Technology* 2023, 10(5), 14–23. Disponible en: *ResearchGate*.

- [127] Grajcar, A.; Morawiec, M.; Zalecki, W. Austenite Decomposition and Precipitation Behavior of Plastically Deformed Low-Si Microalloyed Steel. *Metals* 2018, 8, 1028. <https://doi.org/10.3390/met8121028>.
- [128] Quispe, A. B.; Medina, S. F. Diagrama de Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) de un acero microaleado al vanadio. *Consejo Superior de Investigaciones Científicas*. Licencia Creative Commons 3.0 España (BY-NC). Disponible en: <http://revistademetalurgia.revistas.csic.es>.
- [129] Yang, L.; Li, Y.; Xue, Z.; Cheng, C. Effect of Different Thermal Schedules on Ductility of Microalloyed Steel Slabs during Continuous Casting. *Metals* 2019, 9, 37. <https://doi.org/10.3390/met9010037>. Disponible en: *ResearchGate*.
- [130] Liu, H.; Yang, B.; Chen, Y.; Li, C.; Liu, C. Precipitation Law of Vanadium in Microalloyed Steel and Its Performance Influencing Factors. *Materials* 2022, 15, 8146. <https://doi.org/10.3390/ma15228146>.
- [131] Claesson, E.; Magnusson, H.; Kohlbrecher, J.; Thuvander, M.; Lindberg, F.; Andersson, M.; Hedström, P. Carbide Precipitation during Processing of Two Low-Alloyed Martensitic Tool Steels with 0.11 and 0.17 V/Mo Ratios Studied by Neutron Scattering, Electron Microscopy and Atom Probe. *Metals* 2022, 12, 758. <https://doi.org/10.3390/met12050758>.
- [132] Wang, X., Li, Z., Zhou, S., Chen, R., Da, G., Yong, Q., Yang, Z., Shen, J., Shang, C., & Liu, Q. (2021). The influence of temperature on the microstructure and properties of Nb-V-Ti-Mo complex microalloyed high-strength fire-resistant steel. *Metals*, 11(11), 1670. <https://doi.org/10.3390/met11111670>.
- [133] Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia. (2011). JMat – Herramienta remota de cálculo y multiusuario para el aprendizaje basado en problemas usando Matlab. *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, (59), 158-169.
- [134] Valencia Morales, E. (Ed.). (2011). *Alloy steel – Properties and use*. InTech. <https://www.intechopen.com>
- [135] Abad, R., Fernández, A. I., López, B., & Rodríguez-Ibabe, J. M. (1999). Interaction between recrystallization and precipitation during multipass rolling in a low carbon niobium microalloyed steel. *CEIT and ESI (University of Navarra)*, Donostia-San Sebastián, Basque Country, Spain.
- [136] Yang, Y., Zhao, X. M., Dong, C. Y., & Zhao, X. Y. (2020). Influence of hot deformation and precipitates on the recrystallization of Nb-V-Ti free-cutting steel. *Metals*, 10(12), 1587. <https://doi.org/10.3390/met10121587>.
- [137] He, C., Wang, J., Chen, Y., Yu, W., & Tang, D. (2020). Effects of Sn and Sb on the hot ductility of Nb+Ti microalloyed steels. *Metals*, 10(12), 1679. <https://doi.org/10.3390/met10121679>.
- [138] Rešković, S., Slokar Benić, L., & Lovrenić-Jugov, M. (2020). The interdependence of the degree of precipitation and dislocation density during the thermomechanical treatment of microalloyed niobium steel. *Metals*, 10(2), 294. <https://doi.org/10.3390/met10020294>.
- [139] Chen, S., Li, L., Xia, J., Peng, Z., Gao, J., & Sun, H. (2020). Recrystallization–precipitation interaction of a Ti microalloyed steel with controlled rolling process. *Journal of Physics: Conference Series*, 1676(1), 012036. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1676/1/012036>.
- [140] Medina, S. F., Ouispe, A., Valles, P., & Baños, J. L. (1999). Recrystallization-precipitation interaction in carbon niobium microalloyed steels. *ISIJ International*, 39(9), 913-921. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.39.913>.
- [141] Scharifi, E., Shoshmina, D., Biegler, S., Weidig, U., & Steinhoff, K. (2021). Influence of hot deformation on the precipitation hardening of high-strength aluminum AA7075 during thermo-mechanical processing. *Metals*, 11(5), 681. <https://doi.org/10.3390/met11050681>.
- [142] Tao, K., Xu, J., Zhang, D., Zhang, A., Su, G., & Zhang, J. (2023). Effect of final thermomechanical treatment on the mechanical properties and microstructure of T phase hardened Al-5.8Mg-4.5Zn-0.5Cu alloy. *Materials*, 16(8), 3062. <https://doi.org/10.3390/ma16083062>.
- [143] Zener, C. (1949). Private communication to C. S. Smith. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 175(15), 15–51.

- [144] Lu, J. (2009). *Quantitative microstructural characterization of microalloyed steels* (Doctoral dissertation, University of Alberta).
- [145] Scharifi, E., Nietsch, J. A., Quadfasel, A., Weidig, U., & Steinhoff, K. (2022). Effect of thermo-mechanically activated precipitation on the hot deformation behavior of high-strength aluminum alloy AA7075. *Metals*, 12(10), 1609. <https://doi.org/10.3390/met12101609>.
- [146] Zuo, J., Hou, L., Shu, X., Peng, W., Yin, A., & Zhang, J. (2020). Effect of deformation on precipitation and the microstructure evolution during multistep thermomechanical processing of Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Metals*, 10(11), 1409. <https://doi.org/10.3390/met10111409>.
- [147] Dölling, J., Kuglstatter, M., Prah, U., Höppel, H. W., Ortner, P., Ott, B., Kracun, S. F., Fehlbier, M., & Zilly, A. (2024). Analyzing the precipitation effects in low-alloyed copper alloys containing hafnium and chromium. *Metals*, 14(3), 258. <https://doi.org/10.3390/met14030258>.
- [148] Palmier, E. J., García, C. I., & DeArdo, A. J. (1992). Static recrystallization and precipitation during the hot deformation of austenite. *Basic Metals Processing Research Institute, Department of Materials Science and Engineering, University of Pittsburgh*.
- [149] ASTM International. (2021). *Standard test method for analysis of carbon and low-alloy steel by spark atomic emission spectrometry (Designation: E415 – 21)*. ASTM International.
- [150] ASTM International. (2006). *Standard practice for evaluating an optical emission vacuum spectrometer to analyze carbon and low-alloy steel (Designation: E1009 – 95, Reapproved 2006)*. ASTM International.
- [151] ASTM International. (2024). *Standard test methods for determining average grain size (Designation: E112 – 24)*. ASTM International.
- [152] Sente Software. (2024). JMatPro version 14.5 released. Sente Software. <https://www.sentesoftware.co.uk/news/jmatpro-version-14-5-released>.
- [153] Thermo-Calc Software (s.f.), (2025), Steel and Fe-alloys databases. Thermo-Calc. <https://thermocalc.com/products/databases/steel-and-fe-alloys/>.
- [154] Alvarado M. Marco, Estudio de la temperatura de transformación ms y microestructura en un acero inoxidable mar-tensítico con 0.12C. In Master thesis; Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y eléc-trica, Mexico , 2010; Available online: <https://cd.dgb.uanl.mx/handle/201504211/5089>.
- [155] Andrews K. W, Empirical Formulae for Calculation of Some Transformation Temperatures. *JISI.*, 203 1965, 6, 721-727.
- [156] García de Andrés C., Caballero F.G. y Capdevila C, Estudio dilatométrico de la descomposición anisotérmica de la perlita en un acero bajo en carbono (0,HC-0,50Mn), In Consejo Superior de Investigaciones Científicas Licencia Creative, Com-mons 3.0 Spain, (1998)
- [157] Grajcar A., Zalecki W., Skrzypczyk P., Kilarski A., Kowalski A., Kołodziej S., Dilatometric study of phase transformations in advanced high-strength bainitic steel., *J Therm Anal Calorim*, 2014, 118:739–748.
- [158] Larzabal Primo, G. (2017). *Efecto de los parámetros de laminación post-tratamiento térmico por inducción en la mejora de las propiedades mecánicas de aceros microaleados* [Tesis doctoral]. Donostia – San Sebastián.
- [159] Alghamdi, F. (2013). *Mathematical modeling of mean flow stress (MFS) during hot strip rolling for HSLA steels* [Tesis de maestría]. McGill University.
- [160] Fuentes Montemayor, J. A. (2002). *Propiedades a impacto de aceros microaleados* [Tesis doctoral, Universidad Autónoma de Nuevo León].
- [161] Bäcke, L. (2009). *Modeling the microstructural evolution during hot deformation of microalloyed steels* [Tesis doctoral]. Royal Institute of Technology.
- [162] Vilaplana Bauset, M. (2008). *Carburos de metales de transición*. Complementos de Química Inorgánica.

- [163] Yan, Y., Xue, Y., Liu, K., Yu, W., Shi, J., & Wang, M. (2024). Unified solid solution product of [Nb][C] in Nb-microalloyed steels with various carbon contents., *Material* pp.17, 3369. <https://doi.org/10.3390/ma17133369>.
- [164] Graux, A., Cazottes, S., de Castro, D., San Martin, D., Capdevila, C., et al. (2019). Precipitation and grain growth modelling in Ti-Nb microalloyed steels. *Materialia*, 5, 100233. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100233>.
- [165] Erden, M. A., Türkmen, M., Karabulut, H., & Gündüz, S. (2017). Effect of boron nitride addition on the microstructure and mechanical properties of PM steels. *AKU Journal of Science and Engineering*, 17, 185-191. <https://doi.org/10.5578/fmbd.48591>.
- [166] Liu, N., Xu, X., Wang, Z., Wu, W., Shen, P., Fu, J., & Li, J. (2023). Effect of tellurium on sulfide inclusion, microstructure and properties of industrial bars of a medium carbon microalloyed steel. *Journal of Materials Research and Technology*. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.03.136>.
- [167] Michla, J. R. J., Ravikumar, B., Prabhu, T. R., Siengchin, S., Kumar, M. A., & Rajini, N. (2022). Effect of nitriding on mechanical and microstructural properties of Direct Metal Laser Sintered 17-4PH stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.05.198>.
- [168] Guo, J., Yang, W., Shi, X., Zheng, Z., Liu, S., Duan, S., Wu, J., & Guo, H. (2018). Effect of sulfur content on the properties and MnS morphologies of DH36 structural steel. *Metals*, 8(11), 945. <https://doi.org/10.3390/met8110945>.
- [169] Komenda, J., Luo, C., & Lönnqvist, J. (2022). Interaction of carbon, titanium, and boron in microalloy steels and its effect on hot ductility. *Alloys*, 1(2), 133–148. <https://doi.org/10.3390/alloys1020009>.
- [170] Liu, C., Xiong, F., Wang, Y., Cao, Y., Liu, X., Xue, Z., Peng, Q., & Peng, L. (2021). Strengthening mechanism and carbide precipitation behavior of Nb-Mo microalloy medium Mn steel. *Materials*, 14(23), 7461. <https://doi.org/10.3390/ma14237461>.
- [171] Li, K., Shao, J., Yao, C., Jia, P., Xie, S., Chen, D., & Xiao, M. (2024). Effect of Nb-Ti microalloyed steel precipitation behavior on hot rolling strip shape and FEM simulation. *Materials*, 17(3), 651. <https://doi.org/10.3390/ma17030651>.
- [172] Mazini, J. P., Filho, A. I., Ávila, B. M. R., Silva, R. V., & Oliveira, P. G. B. (2022). Microstructure and mechanical properties of microalloyed steels containing molybdenum. *Materials Research*, 25, e20210608. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0608>.
- [173] Keeler, S.; Kimchi, M.; Mooney, P.J., *Advanced High-Strength Steels Application Guidelines V6*; WorldAutoSteel, Brus-sels, Belgium, 2017, ; pp. 1–13.
- [174] Mateusz Morawiec, Adam Grajcar, Władysław Zalecki, Carlos Garcia-Mateo, and Marek Opiela, Dilato-metric Study Phase Transformation in 5 Mn Steel Subjected to Different Heat Treatments, *Materials* 2020, ; 13, 958, Available online: <https://doi.org/10.3390/ma13040958>.
- [175] Millitzer M., (2014), *Thermomechanical Processed Steels*, In Hashmi MSJ, Editor *Comprehensive Material processing*, Elsevier,
- [176] Shah, M.; Das, S.K.; Chowdhury, S.G., (2019) Effect of alloying elements on microstructure and mechanical properties of air-cooled bainitic steel., *Metall. Mater. Trans.*, 50, 2092–2102, Available online: DOI: 10.1007/s11661-019-05177-1.
- [177] Siciliano Jr., F., *Mathematical Modelling of the Hot Strip Rolling of Nb Microalloyed Steels*. In McGill University,, Mon-treal Canada,1999; Available online: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-000-0287-8>.
- [178] Béjar-Gómez, L., Medina-Flores, A., & Martínez-Sánchez, R. (2003). Caracterización de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión de alta resolución en aceros microaleados. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 23(1).
- [179] Warren Lab, Stanford University. (2014). *EBSD Operating Manual Version 5*.
- [180] Wang, X. D., Xu, W. Z., Guo, Z. H., Wang, L., & Rong, Y. H. (2010). Carbide characterization in a Nb-microalloyed ad-vanced ultrahigh strength steel after quenching-partitioning-tempering process. *Materials Science and Engineering A*, 527(15), 3924–3933. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.026>.

- [181] Stock, J. (2014). NbC and TiN precipitation in continuously cast microalloyed steels (Tesis doctoral). Colorado School of Mines. <https://hdl.handle.net/11124/235>.
- [182] Chakraborty, A. (2022). On the design of microstructures in low carbon microalloyed steels (Tesis doctoral). University of New South Wales. <https://doi.org/10.26190/unsworks/24365>.
- [183] Niobio – Tabla periódica – Propiedades atómicas, Masa atómica del Niobio. (s.f.). [Niobium-density-atomic-number-mass-radius.png \(500×500\)](#).
- [184] Propiedades físicas del Niobio, estructura cristalina, Comparación de Metales. (s.f.). [Comparación de Metales | Propiedades de metales | Tabla Periódica moderna](#).
- [185] Rodionova, I., Arutyunyan, N., Amezhnov, A., D'yakonov, D., Gladchenkova, Y., Dunaev, S., & Vasechkina, I. (2022). Effect of nanosized precipitates on corrosion resistance of Nb-microalloyed steels. *Metals*, 12(636). <https://doi.org/10.3390/met12040636>.
- [186] Santos, B. M., Gonçalves, J. H., Almeida, P., & Martins, A. M. (2022). On the application of GIS to architectural heritage safeguarding. In Digital, innovative, cost-effective, and non-invasive tools for systematic cataloguing and monitoring of tangible and intangible cultural heritage. Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-030-83545-5_1.
- [187] Klinkenberg, C., Sietsma, J., Offerman, S. E., & van der Zwaag, S. (2004). Quantification of precipitates in microalloyed steels by means of electron microscopy. *Materials Characterization*, 52(1), 39–49. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2004.04.002>.
- [188] Rodionova, I., Arutyunyan, N., Amezhnov, A., D'yakonov, D., Gladchenkova, Y., Dunaev, S., & Vasechkina, I. (2022). Effect of nanosized precipitates on corrosion resistance of Nb-microalloyed steels. *Metals*, 12(636). <https://doi.org/10.3390/met12040636>.
- [189] Cuppari, M. G. D. V., & Santos, S. F. (2016). Physical properties of the NbC carbide. *Metals*, 6(10), 250. <https://doi.org/10.3390/met6100250>.
- [188] Hammond, Christopher, (2015), Electron diffraction and its applications, Capítulo, The Basics of Crystallography and Diffraction (pp.283-307), Oxford Academy, Elsevier. DOI:10.1093/acprof:oso/9780198738671.003.0011.
- [190] Valencia, E., & Kestenbact, H. J. (1998). *Nota técnica - Origen y endurecimiento por dispersión de carbonitruros en un acero comercial microaleado al niobio y laminado en caliente*. Revista de Metalurgia. <http://revistademetalurgia.revistas.csic.es>
- [191] Tajonar Barradas, L. G. E. (2015). *Estudio de la estructura cristalina y superconductividad de los carburos MC, donde M=Nb, Ta, W, Ti y Mo* [Tesis doctoral]. Universidad Nacional Autónoma de México.
- [192] De Castro Mazariegos, D. (2022). *Estudio de la morfología bainítica y procesos de precipitación en aceros bainíticos bajos en C y aleados con Ti, Nb, V y Mo* [Tesis doctoral]. Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC).
- [193] Córdoba Gallego, J. M. (2007). *Reacciones de auto-propagación inducidas mediante energía mecánica (MSR): Sistemas MT-C-N* [Tesis doctoral]. Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla.

Anexos

- 2023, **Presentación de Poster**, Study of the Critical Transformation Temperatures for the Thermomechanical Process of a High Strength High-Alloy API 5XL PSL2. 31st International Materials Research Congress.



August 2023

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

This is to certify that *Laura Fátima Zúñiga Pineda* presented the contribution: **STUDY OF THE CRITICAL TRANSFORMATION TEMPERATURES FOR THE THERMOMECHANICAL PROCESS OF A HIGH STRENGTH HIGH-ALLOY API 5XL PSL2** as **Poster** modality, in the *F1. Advanced Defense Materials* Symposium at the **31st International Materials Research Congress** held in Cancun, Mexico from August 13th to 18th, 2023.

Sincerely,



Jesús González Hernández
President

- 2024, **Presentación de Poster**, Study of the Precipitation of a High-Alloy, and High-Strength Steel through Simulation, 32nd International Materials Research.



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2024

TO WHOM IT MAY CONCERN

P r e s e n t

This is to certify that *Laura Fatima Pineda* presented the contribution: **STUDY OF THE PRECIPITATION OF A HIGH-ALLOY AND HIGH-STRENGTH STEEL THROUGH SIMULATION** as **Poster** modality, in the *H4. Advanced Defense Materials* Symposium at the **32nd International Materials Research Congress** held in Cancun, Mexico from August 18th to 23th, 2024.

Sincerely,

Jesús González Hernández

- 2024, **Best Research Poster Award**, ““Study of the Precipitation of a High-Alloy and High-Strength Steel through Simulation”,32nd International Materials Research.



24 August 2024

Laura Fátima Zúñiga Pineda
Universidad Autónoma de Nuevo León
Investigación y Desarrollo de Nuevos Materiales

Dear Laura Fátima Pineda,

Congratulations on having won the award for the Best Research Poster with your research ““STUDY OF THE PRECIPITATION OF A HIGH-ALLOY AND HIGH-STRENGTH STEEL THROUGH SIMULATION”, presented in the Symposium H4. Advanced Defense Materials, at the 32nd International Materials Research Congress 2024 (IMRC) on Monday 19, 2024.

