

Instituto Politécnico Nacional Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas



Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales Sección de estudios de posgrado

## Tesis para obtener el grado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica

# *"Estudio de la evolución microestructural de la ferrita durante la deformación en caliente en la zona intercrítica en aceros bajo carbono"*

## Presenta

Gustavo Pérez Mejía

## Asesores de tesis:

- Dr. José Federico Chávez Alcalá, IPN DIMM.
- Dr. José María Cabrera Marrero, UPC.

Ciudad de México, enero de 2019



## INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP 14 BIS

#### ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

 En la Ciudad de
 México
 siendo las
 10:00
 horas del día
 14
 del mes de

 Diciembre
 del
 2018
 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis

 designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de
 ESIQIE

 para examinar la tesis titulada:

# "Estudio de la evolución microestructural de la ferrita durante la deformación en caliente en la zona intercrítica en aceros bajo carbono"

Presentada por el alumno:

PÉREZ	MEJÍA			G	UST	AVO			
Apellido paterno	Apellido materno	F		Nom	ore(s)				
		Con registro:	В	1	6	0	8	3	2
		201	108 6. 3	24 - C 27 C		1000 B - 174 A255			

aspirante de:

#### MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA METALÚRGICA

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron *SU APROBACIÓN DE LA TESIS*, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA Directores de Tesis DR. JOSÉ MÁRÍA CABRERA MARRERO DR. JOSÉ FEDERICO CHÁVEZ ALCALÁ DR. JOSE ANTONIO ROMERO SERRANO DR. ALE JANDRO CRUZ RAMÍREZ DR. DAVID HERNÁNDEZ SILVA R DORANTES ROSALES EL PRESIDENTE DEL COL ESCUELA SUPERIOR DE NGENIERIA QUIMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS ON DE ESTUDIOS DRA. GUADALUPE ST BARCTIC



## INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL secretaría de investigación y posgrado

#### CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de <u>México</u> el día <u>21</u> del mes <u>Diciembre</u> del año <u>2018</u>, el que suscribe <u>Gustavo</u> <u>Pérez Mejía</u> alumno del Programa de <u>Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica</u> con número de registro <u>B160832</u>, adscrito a <u>Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias</u> <u>Extractivas</u>, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del (de la, los) <u>Dr. José Federico Chávez Alcalá y el Dr. José María Cabrera Marrero</u> y cede los derechos del trabajo intitulado <u>"Estudio de la evolución microestructural de la</u> <u>ferrita durante la deformación en caliente en la zona intercrítica en aceros bajo carbono</u>", al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección gperez872@gmail.com, fchaveza@hotmail.com y jose.maria.cabrera@upc.edu. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Gustavo Pérez Me

Nombre y firma

RESUMEN	
ABSTRACT	
CAPÍTULO	1
1.1	Introducción
1.2	Objetivos
CAPÍTULO	2
2.1	Marco teórico
2.1.1	Deformación en caliente
2.1.2	Fenómenos de restauración dinámica14
2.1.3	Transformación inducida por deformación (TID)19
2.1.4	Caracterización de la recristalización dinámica20
2.1.5	Modelo
2.1.6	Modelo DRX
2.1.7	Resumen del modelo
2.2	ESTADO DEL ARTE
CAPÍTULO	3
3.1	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
3.1.1	Consideración del ensayo de compresión33
3.1.2	Preparación de las probetas para EBSD
3.1.3	Equipos y software empleados
3.1.4	Análisis de EBSD
3.1.5	Procesamiento de la imagen
3.1.6	Corrección de datos
3.1.7	Reducción de ruido (Noise reduction)
3.1.8	Pseudo-Simetría
CAPÍTULO	4
4.1	Resultados y análisis
4.1.1	Acero 1008 - 770°C
4.1.2	Acero 1008 - 815°C
4.1.3	Acero 1035- 770°C
4.1.4	Acero 1035 785° C
CAPÍTULO	5 CONCLUSIONES
BIBLIOGRA	FÍA77

## Índice

# Índice de figuras

FIGURA 1.1 PROCESO DE FORJA, NIVEL INDUSTRIAL, ESQUEMA DE PROGRESIÓN DE LA DEFORMACIÓN
FIGURA 2.1 - DIAGRAMA ESFUERZO DEFORMACIÓN
FIGURA 2.2 ESQUEMA DE LA FORMACIÓN DE SUBESTRUCTURAS: A) APILAMIENTO DE DISLOCACIONES, B) ESTRUCTURA CELULAR C)
ANIQUILACIÓN DE DISLOCACIONES D) SUBESTRUCTURA E) CRECIMIENTO DE SUBGRANO
FIGURA 2.3 CONFORME EL LIMITE A SE MUEVE DENTRO DEL MATERIAL NO RECRISTALIZADO BAJA LA CANTIDAD DE DISLOCACIONES
ALREDEDOR DE P. SIN EMBARGO; CONFORME LA DEFORMACIÓN AUMENTA SE CREAN NUEVAS DISLOCACIONES EN EL NUEVO
GRANO
FIGURA 2.4 EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL DURANTE LA DRX Y SU RELACIÓN CON LA CURVA ESFUERZO DEFORMACIÓN 17
Figura 2.5 Curva esfuerzo-deformación para un acero 0.68% C deformado $arepsilon$ 1.3x10 <sup>-3</sup> a diferentes
TEMPERATURAS
FIGURA 2.6 A) ESQUEMA DE LA TÉCNICA EBSD B) EJEMPLO DE MAPA DE ORIENTACIONES CRISTALOGRÁFICAS DE UN ACERO CON
DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA, MOSTRANDO LÍMITES DE ÁNGULO DE BAJO DE COLOR AZUL CORRESPONDIENTES A LA
SUBESTRUCTURA Y LOS LÍMITES DE ÁNGULO ALTO COLOR ROJO CORRESPONDIENTES A LOS GRANOS RECRISTALIZADOS 21
FIGURA 2.7 ORIENTACIONES PRODUCTO PARA HIERRO A (BCC), MOSTRANDO LAS ORIENTACIONES ORIGEN DE HIERRO Γ (FCC) 23
FIGURA 2.8 FIGURAS DE POLO 110 PARA METALES BCC A) MOSTRANDO LOS PRINCIPALES COMPONENTES DE TEXTURA PARA
esfuerzos de corte B) Simulación de la textura desarrollada durante ensayos de torsión
FIGURA 2.9 FIGURA DE POLOS 110 MOSTRANDO LOS PRINCIPALES COMPONENTES DE TEXTURA DESARROLLADOS EN METAL FCC
BAJO ESFUERZOS DE CORTE
FIGURA 2.10 MAPEO EBSD LÍMITES DE ÁNGULO ALTO ROJO Y LÍMITES ÁNGULO BAJO AZUL. A) 823K B)723K
FIGURA 2.11 MICROGRAFÍAS 200X ACERO 1008, TEMPLADO800°C A) SIN DEFORMACIÓN B)80% DEFORMACIÓN E 0.001 S <sup>-1</sup>
Figura 2.12 Acero 1008, 800°C templado 80% deformación $arepsilon=0.1s-1$ A) Micrografía de 200X B) Imagen de
la misma muestra tomada con MEB a 4000X
Figura 2.13 Grafica esfuerzo-deformación del acero bajo carbono ensayado a $800$ C a una velocidad de $\varepsilon$ 0.001
s <sup>-1</sup> . (I) corresponde a la curva aproximada con el modelo utilizado y (E) corresponde a la curva Experimental
OBTENIDA
Figura 2.14 Grafica esfuerzo deformación del acero bajo carbono ensayado a $800$ C a una velocidad de $arepsilon$ 0.001
s <sup>-1</sup> . (I) corresponde a la curva aproximada con el modelo utilizado y (E) corresponde a la curva Experimental
OBTENIDA
FIGURA 3.1 CICLO TÉRMICO APLICADO A LAS PROBETAS DE ACERO 1008 Y 1035
FIGURA 3.2 ESQUEMA DE DEFORMACIÓN HETEROGÉNEA DURANTE ENSAYOS DE COMPRESIÓN EN CALIENTE POR
ABARRILAMIENTO
FIGURA 3.3 DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
FIGURA 3.4 PREPARACIÓN DE PROBETAS PARA ANÁLISIS CON EBSD
FIGURA 3.5 EQUIPOS UTILIZADOS PARA LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS
FIGURA 3.6 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JEOL JSM-7001F, UPC BARCELONA
FIGURA 3.7 PSEUDOSIMETRIA
FIGURA 3.8 MAPEO DE EBSD MOSTRANDO: A) AZUL LÍMITES DE GRANO DE ÁNGULO ALTO Y ROJO LOS LÍMITES DE GRANO DE
ángulo bajo. B) Limites de grano de ángulo alto desorientados respecto al eje $\left[111 ight]\pm30$ de color morado y
de color azul de 60°
FIGURA 3.9 MAPEO DE EBSD CON ROTACIÓN A LOS ERRORES DE PSEODUSIMETRÍA CORREGIDA. LÍMITES DE GRANO DE ÁNGULO
ALTO COLOR AZUL Y LÍMITES DE GRANO DE ÁNGULO BAJO COLOR ROJO
FIGURA 4.1 MICROGRAFÍA DE ACERO 1008 TEMPLADO A 770°C SIN DEFORMACIÓN
Figura 4.2 A) C) E) Micrografías de acero 1008 deformado 80% a 770°C a diferentes velocidades de
deformación, B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1008 deformada a 770° diferentes
velocidades de deformación, color rojo curva experimental (E) y color azul curva modelada (I)

FIGURA 4.3 MAPEOS EBSD ACERO 1008 770°C SIN DEFORMACIÓN A) RECONSTRUCCIÓN DE GRANO (LÍMITES DE COLOR
NEGRO) B) LIMITES ÁNGULO ALTO AZUL (Θ>15°) Υ LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<Θ<15°)
FIGURA 4.4 MAPEOS EBSD ACERO 1008 770°C 0.001 s <sup>-1</sup> A) RECONSTRUCCIÓN DE GRANO (LÍMITES COLOR NEGRO) B) LIMITES
ÁNGULO ALTO AZUL (Θ>15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<Θ<15°)43
FIGURA 4.5 MAPEOS EBSD ACERO 1008 770°C 0.1 s <sup>-1</sup> A) RECONSTRUCCIÓN DE GRANO, (LÍMITES COLOR NEGRO) B) LIMITES
ÁNGULO ALTO AZUL (Θ>15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<Θ<15°)
FIGURA 4.6 DISTRIBUCIÓN DEL ÁNGULO DE DESORIENTACIONES -FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 770° SIN DEFORMACIÓN
FIGURA 4.7 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO – FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 770° SIN DEFORMACIÓN
FIGURA 4.8 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO-FRACCIÓN DE ÁREA, 1008 770° SIN DEFORMACIÓN
Figura 4.9 Distribución del ángulo de desorientaciones de los granos contra fracción numérica, 1008 770° $arepsilon$
0.001s <sup>-1</sup>
FIGURA 4.10 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO -FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 770° ε 0.0015 <sup>-1</sup>
FIGURA 4.11 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO -FRACCIÓN DE ÁREA, 1008 770° ε 0.001s <sup>-1</sup>
Figura 4.12 Distribución del ángulo de desorientaciones de los granos contra fracción numérica, 1008 770° $arepsilon$
0.1s <sup>-1</sup>
FIGURA 4.13 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO -FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 770° ε 0.15 <sup>-1</sup>
FIGURA 4.14 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO -FRACCIÓN DE ÁREA, 1008 770° ε 0.15 <sup>-1</sup>
Figura 4.15 Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 770°C $arepsilon$ $0.001$ $s-1,arepsilon$ $80\%$ . A) Fracción
RECRISTALIZADA, COLOR AMARILLO GRANOS SUBESTRUCTURADOS Y AZUL GRANOS RECRISTALIZADOS B) CONTRASTE DE
BANDA, COLOR ROJO ORIENTACIONES CERCANAS A LA TEXTURA DE RECRISTALIZACIÓN DE LA AUSTENITA
FIGURA 4.16 SUPERPOSICIÓN DE LOS MAPEOS DE LA FIGURA 4.15
FIGURA 4.17 MCF PROBETA DE ACERO 1008 TEMPLADA A 770°C SIN DEFORMACIÓN
FIGURA 4.18 MCF PROBETA DE ACERO 1008 DEFORMADA A 770°C CON UNA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN DE 0.001 s <sup>-1</sup> 51
FIGURA 4.19 MCF PROBETA DE ACERO 1008 DEFORMADA A 770°C CON UNA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN DE 0.1 s <sup>-1</sup> 52
FIGURA 4.20 FIGURA DE POLO 110 DE LOS DATOS DE EBSD DE LA PROBETA DE ACERO 1008, 770°C SIN DEFORMACIÓN
MARCANDO EN COLOR ROJO LOS COMPONENTES TIPOS DE CORTE PARA MATERIALES FCC Y EN COLOR AZUL LOS
COMPONENTES DE TEXTURA TIPOS PARA MATERIALES BCC
FIGURA 4.21 FIGURA DE POLO 110 DE LOS DATOS DE EBSD DE LA PROBETA DE ACERO 1008, 770°C 0.001 S <sup>-1</sup> MARCANDO EN
COLOR ROJO LOS COMPONENTES TIPOS DE CORTE PARA MATERIALES FCC Y EN COLOR AZUL LOS COMPONENTES DE TEXTURA
TIPOS PARA MATERIALES BCC
FIGURA 4.22 FIGURA DE POLO 110 DE LOS DATOS DE EBSD DE LA PROBETA DE ACERO 1008, 770°C 0.1 S <sup>-1</sup> MARCANDO EN
COLOR ROJO LOS COMPONENTES TIPOS DE CORTE PARA MATERIALES FCC Y EN COLOR AZUL LOS COMPONENTES DE TEXTURA
TIPOS PARA MATERIALES BCC
FIGURA 4.23 MICROGRAFÍA DE ACERO 1008 TEMPLADO A 815°C SIN DEFORMACIÓN
FIGURA 4.24 A) C) E) MICROGRAFÍAS DE ACERO 1008 DEFORMADO 80% A 815°C A DIFERENTES VELOCIDADES DE
deformación $arepsilon$ B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1008 815° diferentes velocidades de
DEFORMACIÓN, COLOR ROJO CURVA EXPERIMENTAL (E) Y COLOR AZUL CURVA MODELADA (I)
FIGURA 4.25 MAPEOS EBSD ACERO 1008 815°C SIN DEFORMACIÓN A) RECONSTRUCCIÓN DE GRANO (LÍMITES DE COLOR
NEGRO) B) LIMITES ÁNGULO ALTO AZUL (Θ>15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<Θ<15°)
Figura 4.26 mapeos EBSD acero 1008 815° $\varepsilon$ 0.001s <sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B)
LIMITES ÁNGULO ALTO AZUL (Ø>15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<Ø<15°)
Figura 4.27 mapeos EBSD acero 1008 815° $arepsilon$ 0.15 $^{-1}$ A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B)
LIMITES ÁNGULO ALTO AZUL ( $\Theta$ >15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2< $\Theta$ <15°)
FIGURA 4.28 MAPEO EBSD ACERO 1008 815°C 0.001 S <sup>-1</sup> , DESORIENTACIÓN LOCAL, LIMITES ÁNGULO ALTO NEGRO (0>15°) Y
LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<0<15°), STEP 0.03MM58
FIGURA 4.29 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO-FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 815°C SIN DEFORMACIÓN58
FIGURA 4.30 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO- FRACCIÓN DE ÁREA, 1008 815°C SIN DEFORMACIÓN59
Figura 4.31 Distribución de desorientaciones-Fracción numérica, 1008 815°C $\varepsilon$ 0.1 s <sup>-1</sup>
FIGURA 4.32 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO-FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 815°C $\varepsilon$ 0.1 s <sup>-1</sup> 60

FIGURA 4.33 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO-FRACCIÓN DE ÁREA, 1008 815°C $\varepsilon$ 0.1 s <sup>-1</sup>	60
FIGURA 4.34 DISTRIBUCIÓN DE DESORIENTACIONES-FRACCIÓN NUMÉRICA, 1008 815°C $\varepsilon$ 0.001 s <sup></sup>	61
Figura 4.35 Distribución tamaño de grano-fracción numérica, 1008 815°C ε 0.001 s <sup>-1</sup>	61
FIGURA 4.36 DISTRIBUCIÓN TAMAÑO DE GRANO-FRACCIÓN DE ÁREA, 1008 815°C $\varepsilon$ 0.1 s <sup>-1</sup>	62
Figura 4.37 Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 815°C $arepsilon$ $0.001s-1,arepsilon$ 70%. A) Fracción	
RECRISTALIZADA, COLOR AMARILLO GRANOS SUBESTRUCTURADOS Y AZUL GRANOS RECRISTALIZADOS B) CONTRASTE DE	
BANDA, COLOR ROJO ORIENTACIONES CERCANAS A LA TEXTURA DE RECRISTALIZACIÓN DE LA AUSTENITA	63
FIGURA 4.38 SUPERPOSICIÓN DE LOS MAPEOS DE LA FIGURA 4.37	63
Figura 4.39 Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 815°C $arepsilon$ $0.1~s-1,arepsilon$ 70%. A) Fracción	
RECRISTALIZADA, COLOR AMARILLO GRANOS SUBESTRUCTURADOS Y AZUL GRANOS RECRISTALIZADOS B) CONTRASTE DE	
BANDA, COLOR ROJO ORIENTACIONES CERCANAS A LA TEXTURA DE RECRISTALIZACIÓN DE LA AUSTENITA	64
FIGURA 4.40 SUPERPOSICIÓN DE LOS MAPEOS DE LA FIGURA 4.39.	64
FIGURA 4.41 MAPEO EBSD ACERO 1008 815°C 0.0015 <sup>-1</sup> , DESORIENTACIÓN LOCAL, LIMITES ÁNGULO ALTO NEGRO (0>15°)	Y
LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<0<15°), STEP 0.03MM	65
FIGURA 4.42 MCF PROBETA DE ACERO 1008 TEMPLADA A 815°C SIN DEFORMACIÓN.	66
FIGURA 4.43 MCF PROBETA DE ACERO 1008 DEFORMADA A 815°C CON UNA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN DE 0.001 S <sup>-1</sup>	66
FIGURA 4.44 MCF PROBETA DE ACERO 1008 DEFORMADA A 770°C CON UNA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN DE 0.1 S <sup>-1</sup>	67
FIGURA 4.45 FIGURA DE POLO 110 DE LOS DATOS DE EBSD DE LA PROBETA DE ACERO 1008, 770°C SIN DEFORMACIÓN	
MARCANDO EN COLOR ROJO LOS COMPONENTES TIPOS DE CORTE PARA MATERIALES FCC Y EN COLOR AZUL LOS	
COMPONENTES DE TEXTURA TIPOS PARA MATERIALES BCC	67
Figura 4.46 Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C sin deformación	
MARCANDO EN COLOR ROJO LOS COMPONENTES TIPOS DE CORTE PARA MATERIALES FCC Y EN COLOR AZUL LOS	
COMPONENTES DE TEXTURA TIPOS PARA MATERIALES BCC	68
Figura 4.47 Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C sin deformación	
MARCANDO EN COLOR ROJO LOS COMPONENTES TIPOS DE CORTE PARA MATERIALES FCC Y EN COLOR AZUL LOS	
COMPONENTES DE TEXTURA TIPOS PARA MATERIALES BCC	68
FIGURA 4.48 MICROGRAFÍA DE ACERO 1035 TEMPLADA A 770°C SIN DEFORMACIÓN	69
Figura 4.49 A) C) E) micrografías de acero 1035 deformado 80% a 770°C a diferentes velocidades de	
deformación B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1035 770°C a diferentes velocidades de	
DEFORMACIÓN, COLOR ROJO CURVA EXPERIMENTAL (E) Y COLOR AZUL CURVA MODELADA (I)	70
Figura 4.50 mapeos EBSD acero 1035 770° $\varepsilon$ 0.1s <sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B)	
LÍMITES ÁNGULO ALTO AZUL (0>15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<0<15°)	71
FIGURA 4.51 MICROGRAFÍA PROBETA ACERO 1035 TEMPLADA A 785° SIN DEFORMACIÓN	72
FIGURA 4.52 A) C) E) MICROGRAFÍAS DE ACERO 1035 DEFORMADO 80% A 785°C A DIFERENTES VELOCIDADES DE	
DEFORMACIÓN B) D) F) GRAFICAS ESFUERZO DEFORMACIÓN PROBETA 1035 785° A DIFERENTES VELOCIDADES DE	
DEFORMACIÓN, COLOR ROJO CURVA EXPERIMENTAL (E) Y COLOR AZUL CURVA MODELADA (I)	73
FIGURA 4.53 MAPEOS EBSD ACERO 1035 785° $\varepsilon$ 0.1s <sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B)	
LIMITES ÁNGULO ALTO AZUL (0>15°) Y LÍMITES DE ÁNGULO BAJO ROJO (2<0<15°)	74

## Resumen

Generalmente se considera que la ferrita solo presenta el fenómeno de recuperación dinámica durante la deformación en caliente; sin embargo, se ha observado que esta fase también puede presentar recristalización dinámica bajo ciertas condiciones. Esto resulta de relevancia para los modelos predictivos ya que estos suelen considerar únicamente la recuperación dinámica para la ferrita. Una de las dificultades es diferenciar los fenómenos dinámicos ocurridos utilizando técnicas convencionales como microscopia óptica he inclusive MEB. Sin embargo; se ha reportado que otras técnicas de caracterización tienen el potencial de proveer información más detalla acerca de los procesos ocurridos. En un trabajo experimental previo se observó un refinamiento de grano y una disminución en el esfuerzo de flujo en aceros bajo carbono deformados en la zona intercrítica bifásica. La deformación en esta zona provoca una evolución microestructural compleja; Sin embargo, el refinamiento de grano puede ser atribuido a 2 factores principales: transformación inducida por deformación ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ) y recristalización dinámica de la ferrita.

En este trabajo se estudió de la evolución microestructural de la ferrita mediante la caracterización detallada a través de técnicas de análisis de EBSD de aceros bajo carbono 1008 y 1035 deformados por compresión controlada a diferentes velocidades de deformación, temperaturas (dentro del rango intercrítico 740-840 °C) y temple de las probetas una vez alcanzado el 80% de deformación establecido para conservar su estructura y evitar fenómenos como la recristalización estática.

Las muestras fueron preparadas para la obtención de patrones con técnicas de EBSD, de donde se determinaron las orientaciones cristalográficas de los granos obtenidos. Con esta información se realizó un análisis para identificar y cuantificar los fenómenos dinámicos ocurridos microestructuralmente durante la deformación en caliente. De esta manera y en base a las teorías más aceptadas a la fecha respecto a las secuencias de transformación y recristalización de la austenita y la ferrita durante la deformación y el enfriamiento se establecieron las condiciones de temperatura y velocidad de deformación en que los diferentes mecanismos de recristalización ocurren en la ferrita, así como el efecto de la composición química del acero y la distribución de fases.

En los resultados obtenidos se observa un claro refinamiento de grano, que aumento con la velocidad de deformación. Los análisis de EBSD muestran un aumento en la cantidad de límites de ángulo bajo conforme aumenta la velocidad de deformación. Se han observado posibles evidencias de la recristalización dinámica de la ferrita en probetas de acero bajo carbono 1008.

## Abstract

It is generally considered that ferrite only presents the phenomenon of dynamic recovery during hot deformation; however, it has been observed that this phase can also present dynamic recrystallization under certain conditions. This is relevant for predictive models since they only consider dynamic recovery for ferrite. One of the difficulties is to differentiate the dynamic phenomena that may occur using conventional techniques such as optical microscopy and even SEM. But nevertheless; it has been reported that other characterization techniques have the potential to provide more detailed information about the processes that could take place. In a previous experimental work, grain refinement was observed in deformed carbon steels in the biphasic intercritical zone. The deformation in this zone causes a complex microstructural evolution; however, grain refinement can be attributed to 2 main factors: Deformation induced transformation ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ) and / or dynamic recrystallization of ferrite.

In this work, the microstructural evolution of ferrite was studied through detailed characterization through EBSD analysis techniques of 1008 and 1035 low carbon steels deformed by controlled compression tests at different deformation rates, temperatures (within the intercritical range 740-840 ° C) and quenching of the samples once 80% of established deformation has been reached to preserve their structure and avoid phenomena such as static recrystallization.

The samples were prepared to obtain patterns with EBSD techniques, from which the crystallographic orientations of the obtained grains were determined. With this information, an analysis was carried out to identify and quantify the dynamic microstructural phenomena occurring during the hot deformation. In this way and based on the most accepted theories with respect to the transformation and recrystallization sequences of austenite and ferrite during deformation and cooling, the conditions of temperature and velocity of deformation were established in which the different mechanisms of recrystallization occur in the ferrite, as well as the effect of the chemical composition of the steel and the phase distribution.

In the results obtained, a clear grain refinement was observed, which increased with the speed of deformation. The EBSD analysis show an increase in the amount of low angle limits as the speed of deformation increases. By analyzing at the microstructural features, it had been found some possible evidence of dynamic recrystallization of ferrite which might be one of the mechanism responsible for the grain in refinement in the low carbon steel 1008.

## Agradecimientos

Quiero agradecer en estas líneas a todas las personas que me han apoyado en la elaboración de este proyecto. En primer lugar, quisiera agradecer a mis padres y a mi hermano por el cariño y apoyo brindados durante tantos años. A mis asesores Dr. José Federico Chávez Alcalá y Dr. José María Cabrera Marrero por la orientación, la guía y los conocimientos brindados durante el desarrollo del proyecto.

Así mismo, deseo expresar mi gratitud a mis amigos, compañeros, profesores y al personal técnico del Instituto Politécnico Nacional y de la Universitat Politécnica de Catalunya.

Así mismo, deseo expresar mi gratitud al Instituto Politécnico Nacional – Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas por ser la sede del conocimiento adquirido en estos años.

## Capítulo 1

## 1.1 Introducción

Los procesos de formado en caliente tienen un alto rango de aplicación en la industria. Dichos procesos modifican las propiedades mecánicas y la microestructura de los aceros; por lo cual es necesario contar con un profundo entendimiento de los fenómenos mediante los cuales ocurren estos cambios, así como los parámetros que influyen en estos, con objetivo de tener un control adecuado de las propiedades finales de los productos sometidos a estos procesos. El procesamiento termomecánico de los aceros puede llegar a ser muy complejo, ya que dependiendo de las variables de deformación (temperatura, velocidad de deformación, % de deformación) se pueden activar distintos procesos que tendrán repercusiones en la microestructura y propiedades mecánicas. El objetivo más común en el procesamiento termomecánico de los aceros es la disminución del tamaño de grano ferrítico, ya que se esta manera se puede aumentar la resistencia y tenacidad de los aceros sin modificar su composición química.

C. Jiménez [1] observó un refinamiento de grano y una disminución del tamaño de grano en aceros bajo carbono deformados en la zona intercrítica bifásica. La deformación en esta zona tienen una evolución microestructural compleja; sin embargo, el refinamiento grano puede ser atribuido a 2 factores principales: Transformación inducida por deformación [2-4] y/o recristalización dinámica de la ferrita [4,5].

Existen 2 procesos de restauración dinámica que actúan en la mayoría de los metales durante la deformación en caliente: Recuperación dinámica (DRV, siglas en inglés), no se generan nuevos granos en la microestructura únicamente se observa formación de subestructuras por lo que el esfuerzo de flujos se mantiene constante; Recristalización dinámica (DRX, siglas en inglés), se generan nuevos granos en la microestructura lo cual disminuye el esfuerzo de flujo [5,6]. Estos fenómenos pueden ocurrir de manera simultánea, la DRV se activa siempre durante la deformación en caliente; Sin embargo, la DRX se activa durante la deformación en caliente de materiales con baja energía de falla de apilamiento (SFE, Siglas en inglés).



Figura 1.1.- Proceso de forja, nivel industrial, esquema de progresión de la deformación.

En la zona bifásica coexisten 2 fases en equilibrio: Austenita y ferrita. El interés por el comportamiento mecánico de los aceros en esta zona radica en que se ha observado un refinamiento de grano al deformar los aceros en este rango de temperatura[1], este refinamiento es atribuido por algunos autores a la recristalización de dinámica DRX de la ferrita [7-9] y otros autores estipulan que el refinamiento de grano es atribuido a la acción de transformación dinámica en conjunto de DRX [10,11]. Usualmente se considera que la ferrita no presenta DRX por tener una alta energía de falla de apilamiento y únicamente presenta DRV; Sin embargo, este fenómeno de recristalización dinámica ha sido reportado por algunos autores bajo diferentes condiciones de deformación [7,8,12,13]. Este refinamiento de grano, atribuido a la DRX, tiene relevancia a nivel industrial ya que al disminuir el tamaño de grano se pueden mejorar las propiedades de mecánicas de un material, sin modificar su composición química. Analizar el comportamiento de las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  puede ayudar a determinar si durante la deformación de activó un proceso de DRX. Sin embargo, existen varios tipos de DRX: Discontinua y continua. La recristalización dinámica discontinua (dDRX, siglas en inglés) presentara un pico en la curva esfuerzo deformación, la recristalización dinámica continua (cDRX) es difícil de identificar pues no presenta un comportamiento característico en las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$ . Existe una tendencia de terminar el procesamiento termomecánico de algunos aceros en la zona intercrítica; no obstante, esto presenta algunos problemas ya que al deformar los aceros a menor temperatura se requiere de una mayor potencia en la maguinara utilizada como molinos y forjas. Debido a esto el modelado del comportamiento mecánico de los aceros adquiere una importancia significativa; Existen muchos trabajos respecto al modelado de comportamiento mecánico de los aceros deformados en caliente [14-18] aunque pocos en la zona intercrítica. Cancio y colaboradores [1] desarrollaron un modelo predictivo para el comportamiento de aceros bajo carbono en esta zona, considerando que en la ferrita únicamente estaba activo el fenómeno de recuperación dinámica.

Otro fenómeno capaz de generar una reducción en el esfuerzo de flujo y un refinamiento del tamaño de grano es la transformación inducida por deformación. Varios autores han reportado la formación de ferrita durante la deformación en caliente de aceros a temperaturas por encima de Ae3 [19-22] también se ha reportado que por temperaturas por debajo de Ae3 (zona intercrítica bifasica) la cinética de transformación de acelera [4,10,23]. La disminución del esfuerzo de flujo en el material es atribuida a la menor resistencia de la ferrita, al existir mayor cantidad de ferrita el esfuerzo de flujo desciende. El mecanismo de transformación es aún desconocido pero varios autores estipulan que la energía de transformación de la austenita a ferrita es menor que la energía necesaria para la deformación de la austenita.

En este trabajo, a partir de probetas obtenidas de pruebas de deformación por compresión en caliente bajo condiciones controladas se hace un estudio mediante patrones de EBSD de los ángulos de los límites de grano y se relacionan en base a las teorías existentes con los diferentes mecanismos que ocurren durante la deformación en caliente, tratando de identificarlos y cuantificarlos.

- 1.2 Objetivos
  - Estudiar la evolución microestructural de la ferrita durante la deformación en caliente en la zona intercrítica.

Objetivos específicos

- Analizar la evolución microestructural de la ferrita en aceros bajo carbono durante pruebas de compresión en caliente, a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, determinando las curvas esfuerzo-deformación y relacionándolas con la evolución microestructural mediante técnicas de microscopía óptica, electrónica de barrido y EBSD.
- Identificar el proceso mediante el cual se da el refinamiento de grano en las probetas de acero 1008 y 1035 deformadas en caliente en la zona intercrítica.
- Identificar el proceso por el cual se da la disminución del esfuerzo de flujo en aceros bajo y medio carbono (1008 y 1035) deformados en la zona intercrítica.
- Estudiar los fenómenos de recuperación y recristalización de la ferrita durante la deformación en caliente en la zona intercrítica y estimar cuantitativamente los fenómenos de endurecimiento/ablandamiento asociados.

## Capítulo 2

## 2.1 Marco teórico

## 2.1.1 Deformación en caliente

Uno de los principales objetivos durante el desarrollo de los aceros es el aumento de las propiedades mecánicas, una forma de obtener estos resultados es a través del refinamiento de grano de la ferrita el cual puede generar un aumento en la resistencia y tenacidad de los aceros. Controlando de manera adecuada los parámetros del procesamiento termomecánico de los aceros se puede disminuir el tamaño de grano. El método más usual se realiza utilizando grandes deformaciones y altas velocidades de enfriamiento por este método la disminución del tamaño está limitada a 5 $\mu$ m. Sin embargo, es posible obtener estructuras "ultrafinas" (tamaño de grano de 1-4 $\mu$ m) a través de 3 posibles mecanismos [19]:

- Transformación inducida por deformación
- Transformación de austenita recristalizada dinámicamente
- Recristalización dinámica de la ferrita

Las principales variables del procesamiento son la velocidad de deformación ( $\dot{\varepsilon}$ ) y la temperatura, usualmente representados por el parámetro Zenner-Hollomon (Z) [24], también denominado como velocidad de deformación corregida por la temperatura, se involucra en varios de los modelos que describen el comportamiento de los aceros durante la deformación en caliente.

$$Z = \dot{\varepsilon} e^{\frac{Q}{RT}}$$

Donde T es la temperatura, Q la energía de activación, R es la constante universal.

Durante la deformación ocurre un aumento en el esfuerzo de flujo del material causado por el aumento en la cantidad de dislocaciones y su interacción, denominado "Endurecimiento por deformación". Al deformar en frio no existe energía suficiente para mover o aniquilar las dislocaciones, creadas "in situ", de manera que el esfuerzo de flujo continuar aumentando conforme la deformación (cantidad de dislocaciones). Sin embargo, al aumentar la temperatura se promueve la activación de fenómenos de restauración dinámica (Recuperación y recristalización dinámica), estos involucran una disminución en la cantidad de dislocaciones y en la velocidad de endurecimiento por deformación  $\theta$ . Esta última se define como el cambio en la pendiente de la curva Esfuerzo-Deformación  $\theta = \frac{\delta\sigma}{\delta\varepsilon}$ [25].

#### 2.1.2 Fenómenos de restauración dinámica

Durante la deformación se crean defectos en el material (vacancias y dislocaciones), los cuáles serán la fuerza motriz para las transformaciones microestructurales que se presenten en el material, aproximadamente solo 1% de la energía utilizada en la deformación será almacenada de esta forma [26].

La recuperación dinámica y recristalización dinámica pueden ocurrir durante la deformación a altas temperaturas, condiciones que son comunes en diversos procesos de conformado de metales: Extrusión, forja, laminado. Por lo que estos fenómenos resultan importantes ya que al disminuir el esfuerzo de flujo del material se pueden obtener mayores deformaciones y se requiere menos potencia en la maquinaria. La manifestación de uno u otro de estos fenómenos depende de la energía de falla de apilamiento  $\gamma_{SFE}$  (por sus siglas en ingles). La energía de falla de apilamiento está relacionada con los enlaces atómicos del material, ésta determina el grado en que las dislocaciones se disocian en dislocaciones parciales. A bajos valores de  $\gamma_{SFE}$  se promueven estas disociaciones, las cuales facilitan el movimiento de dislocaciones a través de deslizamiento cruzado y asenso, los cuales son el mecanismo para la recuperación dinámica. Como es de suponerse altos valores de  $\gamma_{SFE}$  promueven la recristalización dinámica [26].

#### 2.1.2.1 Naturaleza límites de grano

Para entender la naturaleza de los cambios microestructurales y los mecanismos de los fenómenos de restauración dinámica es importante definir algunos conceptos. Dos granos adyacentes con diferente orientación cristalina están relacionados a través de una matriz de rotación, ésta se define como la rotación que se debe aplicar a uno de los cristales para que las orientaciones de los cristales coincidan. La naturaleza de un límite usualmente está definida por el grado desorientación ( $\theta$ ) entre los granos que separa y por la orientación del plano que se forma en el límite. De manera general es conveniente considerar 2 clases de límites, de ángulo bajo y de ángulo alto. Son consideran como límites de ángulo bajo o sublímites si su desorientación es menor que cierto ángulo  $\theta$ <10°-15°, usualmente son representados como matrices de dislocaciones, la cuales forman estructuras celulares y subestructuras. Las propiedades de dependen del grado de desorientación. Los límites de grano de ángulo alto son aquellos que tengan una desorientación mayor a 10°-15°. Generalmente se considera que sus propiedades no son dependientes del grado de desorientación; sin embargo, existen algunos casos especiales.

Los límites pueden ser estáticos o móviles, estos aspectos también afectan en gran medida el comportamiento de los fenómenos de restauración dinámica de los materiales.

#### 2.1.2.2 Recuperación dinámica

La recuperación dinámica o DRV por sus siglas en inglés (Dynamic Recovery) como se menciona ocurre en materiales con baja o media energía de falla de apilamiento, como el hierro  $\alpha$ . Se pueden distinguir 2 etapas:

En la etapa inicial hay un aumento en la cantidad de dislocaciones debido la deformación aplicada lo cual causa un aumento en el esfuerzo de flujo del material causado por la interacción de las dislocaciones entre sí.

En la segunda etapa se alcanza un equilibrio en el cual el número de dislocación permanece constante debido a que los mecanismos de reacomodamiento y aniquilación de dislocaciones se dan al mismo ritmo que la creación de estas, esto se verá reflejado en la formación de una meseta en la curva de esfuerzo-deformación, como se puede observar en la Figura 2.1. Los mecanismos de la recuperación dinámica son el movimiento de las dislocaciones a través de ascenso y cross-slip.



Figura 2.1 .- Diagrama esfuerzo deformación

Durante este proceso tiene la formación de una estructura celular o una subestructura. Estas son zonas delimitadas por paredes de dislocaciones. Si las dislocaciones de las paredes estas enredadas serán celdas. Cuando las paredes estén bien ordenadas se consideran subgrano (formaran subestructura). El tamaño de los subgranos no depende del porcentaje de deformación, para deformaciones mayores que 0.5, aunque si depende la temperatura y velocidad de deformación. El grado de desorientación de los subgranos incrementa con la deformación.



Figura 2.2.- Esquema de la formación de subestructuras: a) apilamiento de dislocaciones, b) estructura celular c) aniquilación de dislocaciones d) subestructura e) crecimiento de subgrano.

#### 2.1.2.3 Recristalización dinámica

Durante todos los procesos de deformación en caliente se tendrá la activación de un fenómeno de recuperación dinámica, si este no es capaz de eliminar dislocaciones con suficiente rapidez estas se acumularán conforme aumenta la deformación hasta alcanzar un valor crítico (deformación crítica) en el cual comenzará la recristalización dinámica. El fenómeno de recristalización dinámica o DRX por sus siglas en inglés, se caracteriza por la creación de una nueva estructura libre de deformación, que substituye de manera parcial o total a la estructura previa. Usualmente ocurre en materiales con baja o media energía de falla de apilamiento [5,6,26] . Existen 3 tipos de recristalización dinámica, cada uno de los cuales tiene diferentes mecanismos.

#### 2.1.2.3.1 Recristalización dinámica discontinua (dDRX, por sus siglas en inglés)

En este caso se tienen etapas de nucleación y crecimiento. La primera etapa (nucleación), la cual se activa al alcanzar la deformación crítica, nuevos granos se originan en los límites de grano de la estructura original o de granos previamente recristalizados, formando una estructura tipo collar (necklace) como se puede observar en la Figura 2.3. Bajo condiciones de Z bajo límites de ángulo alto migran localmente debido a los esfuerzos a los que está sometido el material y al gradiente en la densidad de dislocaciones, lo cual causa una ondulación de estos. Estas serraciones son sitios preferenciales para la nucleación de los nuevos granos y su tamaño está directamente relacionado al tamaño de los subgranos.

En la segunda etapa el crecimiento depende de la distribución y densidad de las dislocaciones (tanto de subgranos como de dislocaciones libres). El gradiente en la densidad de dislocaciones libres es la fuerza motriz para el crecimiento de grano, conforme la deformación continúa la cantidad de dislocaciones dentro del nuevo grano aumenta, lo cual reduce la fuerza motriz para el crecimiento de los granos el cual eventualmente cesará.



*Figura 2.3.- Conforme el limite A se mueve dentro del material no recristalizado baja la cantidad de dislocaciones alrededor de p. Sin embargo; conforme la deformación aumenta se crean nuevas dislocaciones en el nuevo grano.* 



Figura 2.4.- Evolución microestructural durante la DRX y su relación con la curva Esfuerzo deformación.

#### 2.1.2.3.2 Curva esfuerzo-deformación

El comportamiento de la curva esfuerzo-deformación para un material que presente DRX está caracterizado en la etapa inicial por un aumento en el esfuerzo de flujo del material, atribuido a un aumento en la cantidad de dislocaciones. Durante esta etapa existe un fenómeno de recuperación dinámica activo; Sin embargo, en materiales con baja energía de falla de apilamiento la cinética de DRV no tiene la rapidez suficiente de liberación de energía, por lo tanto el número de dislocaciones continuara aumentando hasta una cierta deformación crítica ( $\epsilon_c$ ) en el cual se activará la recristalización dinámica [17,27]. En la segunda etapa al activarse DRX se observa una disminución del esfuerzo de flujo del material, debida a que los nuevos granos recristalizados están libres de deformación y por lo tanto libres de dislocaciones. En la curva esfuerzo-deformación se observará una caída (o formación de pico). La presencia de uno o varios picos depende de las condiciones de deformación, se pueden presentar picos múltiples en condiciones de Z bajo (alta temperatura y bajas velocidades deformación), debido a que las etapas de nucleación y crecimiento se presentan en forma cíclica y en el caso de que se presente un pico simple se

atribuye a que estas etapas ocurren de manera simultánea como se observa en la Figura 2.5.



Figura 2.5.- Curva esfuerzo-deformación para un acero 0.68% C deformado è 1.3x10<sup>-3</sup> a diferentes temperaturas.

#### Recristalización dinámica continua (cDRX, por sus siglas en inglés) 2.1.2.3.3

Este tipo particular de DRX puede presentarse tanto en materiales con alta ySFE como en materiales con baja ySFE dependiendo de las condiciones de deformación. En este caso no existen etapas de nucleación y crecimiento, en su lugar la recristalización se da por un aumento gradual en la desorientación de los subgranos creados durante la deformación. Generalmente se consideran como granos cuando el ángulo de desorientación es mayor de 15°. Existe poca información sobre los efectos de la cDRX en el esfuerzo de flujo; algunos autores señalan que su efecto es casi insignificante [6]. La cinética de cDRX es más lenta que la dDRX por lo que se requieren de mayores deformaciones para obtener una recristalización total.

#### 2.1.2.3.4 Recristalización geométrica (gDRX, por sus siglas en inglés)

Por último, la recristalización geométrica ocurre en materiales con alta energía de falla de apilamiento deformados a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación (Deformación unidireccional). Se forman granos equiaxiales por desplazamiento de límites de ángulo alto, adelgazamiento de los granos (grosor 1 o 2 subgranos), choque de las serraciones. [5]

Tabla 2.1						
Condiciones de procesamiento Energía de falla de apilam						
condiciones de procesamiento	Baja – Media	Alta				
Trabajo en caliente (T>0.5T <sub>m</sub> )	dDRX	cDRX				
Deformación en frio/tibio (T<0.5T <sub>m</sub> )	cDRX	cDRX				
Fuenta [6]						

Fuente [	[6]
----------	-----

#### 2.1.2.4 Recristalización inducida por deformación

Este fenómeno reportado por Simielli y colaboradores [28] describe una estructura  $\gamma/\alpha$  bajo deformación los núcleos de ferrita formados en los límites que separan austenita y ferrita deformada pueden crecer en ambas fases. La fuerza motriz para el crecimiento de la ferrita no solo radica en el potencial químico de la austenita y si no también en la energía de deformación almacenada en la ferrita. Este tipo de transformación dará como resultado granos de ferrita anormalmente grandes.

#### 2.1.3 Transformación inducida por deformación (TID)

Este fenómeno ha sido ampliamente estudiado en las últimas décadas debido a que ha demostrado ser una alternativa viable para el refinamiento de grano ferrítico en aceros. Las microestructuras ferríticas generadas con por medio de TID consisten en granos equiaxiales muy finos de hasta 1µm. También denominado, transformación dinámica inducida por deformación o transformación directa, este fenómeno involucra de la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$ durante la deformación [2-4,10]. Esto fue observado inicialmente al deformar aceros bajo carbono en temperaturas superiores a Ae3 (zona austenita) el esfuerzo de flujo resulto menor que el esperado, dado que el esfuerzo de flujo de la ferrita es menor que para la austenita a la misma temperatura algunos autores determinaron que era debido a la formación de ferrita durante la deformación. H. Yada [3] y colaboradores determinaron que la energía de deformación de  $\alpha$  es menor que la de  $\gamma$  y la cantidad de energía ahorrada por la transformación en mucho menor que la energía química consumida por la transformación. Al disminución en el esfuerzo de flujo también ha sido reportada para en la zona bifásica por varios autores, Y. Matsumura [2] y colaboradores proponen que esta disminución en el esfuerzo de flujo se debe a una combinación entre transformación inducida por deformación y recristalización de la ferrita. Dong [20] estipulo que el cambio de energía libre para la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$  sin deformación se puede expresar como:

$$\Delta G = -V\Delta G_q + A\sigma_{\gamma/\alpha} + V\Delta G_s$$

Al deformar parte de la energía de deformación será almacenada por la austenita, reescribiendo la ecuación anterior:

$$\Delta G = -V\Delta G_q + A\sigma_{\gamma/\alpha} + V\Delta G_s - V\Delta G_D$$

Donde  $\Delta G_q$  es fuerzo motriz química,  $\Delta G_D$  es la energía de deformación almacenada,  $\Delta G_s$  es la energía de deformación volumétrica y  $\sigma_{\gamma/\alpha}$  es la energía del límite de grano  $\gamma/\alpha$ . Este exceso de energía propicia la formación de ferrita por arriba de Ae3 o acelera la transformación por debajo. La energía de deformación almacenada aumenta al aumentar la velocidad de deformación y disminuir la temperatura. El mecanismo de esta transformación aun no es completamente entendido debido a la complejidad asociada con la rapidez con que ocurre esta formación durante la deformación y la subsecuente evolución durante el enfriamiento [11] sin embargo varios autores concuerdan en que esta transformación es de tipo difusional.

#### 2.1.4 Caracterización de la recristalización dinámica

Para estudiar la recristalización dinámica comúnmente se analizan las curvas esfuerzodeformación, las curvas de endurecimiento por deformación para buscar el inicio de la DRX (deformación crítica), fracción recristalizada, análisis microestructurales utilizando microscopio óptico y microscopio electrónico de barrido; Sin embargo, estas técnicas para análisis microestructural tienen un alcance limitado ya que resulta difícil distinguir la estructura de las subestructuras. También se utilizan análisis con microscopia de transmisión y EBSD (difracción de electrones retrodispersados) los cuales si permiten obtener información de las subestructuras formados durante los fenómenos dinámicos y también información de cristalográfica de la muestra, cual puede ser utilizada para calcular datos útiles como la fracción recristalizada, desorientación de los grano e información de textura de la muestra, la cual debe interpretarse con cautela porque la mayoría de las veces no tiene mucha fiabilidad estadística ya que el área de análisis es relativamente pequeña. El presente estudio se centrará en el análisis de las curvas esfuerzo deformación y análisis microestructural con EBSD.

#### 2.1.4.1 EBSD

Esta es una técnica para la caracterización de materiales a través de la cual se puede obtener información cristalográfica de la muestra como: orientaciones de los granos, análisis de texturas locales, desorientación de granos y límites de grano, identificar y diferenciar límites, y realizar la identificación y distribución de fases. En la de difracción de electrones retrodispersados o EBSD por sus siglas en inglés (Electron backscatter diffraction) se incide un haz de electrones a un ángulo bajo (~20°), con un voltaje de aceleración de 10-30 KV y una corriente de emisión de 1-50 nA. Los electrones de alta energía que rebotan con la muestra chocan una pantalla de fosforo a una distancia media de 2 cm y esto crea un patrón de difracción esférico también conocido como líneas de kikuchi o patrón de EBSD el cual es captado por una cámara. Estos patrones son arreglos regulares de bandas paralelas y en un fondo continuo, el ancho de estas bandas está relacionado con el espaciamiento interplanar de la muestra (ángulo de Bragg), el ángulo entre las bandas corresponde al ángulo interplanar y la intersección de las bandas corresponde a los ejes de zona o polos. La geometría de los patrones de EBSD es diferente para cada sistema cristalino y orientación cristalina [29-31].

En esta técnica un haz estacionario es dirigido a un punto de interés en la muestra para formar un patrón de Kikuchi, la resolución espacial y así como la profundidad de campo depende de la inclinación de la muestra, volumen de interacción y del voltaje de aceleración. La resolución espacial tiene un valor medio de unas decenas de nm y puede aumentar al reducir el voltaje de aceleración; sin embargo, la intensidad de la señal y sensibilidad de la pantalla de fosfora también se verán reducidas.

Para realizar diversos análisis es necesario obtener información de varios puntos de la muestra por lo cual se han desarrollado métodos automáticos para la adquisición e

indexación los cuales realizan un barrido de la muestra tomando información en puntos consecutivos, a la separación de estos puntos se le conoce como "step" (paso) entre menor sea este valor mayor será la información recabada; sin embargo, el tiempo de ensayo será mayor. Otro para metro relevante es el tiempo que se mantienen el haz en cada punto (Time per frame) entre mayor sea el tiempo mayor se obtendrá mayor información, pero el tiempo de ensayo incrementara. La indexación se lleva acabo comparando las medidas interplanares obtenidas de esparcimiento y ángulo interplanar considerando también en la intensidad de las bandas, usualmente se utilizan 5-10 de las bandas más pequeñas y más grandes y se toman en consideración 3-4 familias de planos comparados con valores teóricos previamente calculados de los sistemas cristalinos. Los datos adquiridos por el sistema pueden ser procesados utilizando un software especializado para generar un mapeo de la muestra en base a las orientaciones cristalográficas del material.

EBSD tiene ventajas sobre las figuras polares convencionales de rayos, ya que se puede realizar un escaneo uniforme del área, puede ser ajustado a formas irregulares y tiene una alta velocidad de adquisición de datos, aunque está condicionada a la resolución deseada en el mapeo, entre mayor resolución se requiera mayor será el tiempo de adquisición. La resolución adecuada dependerá de los aspectos a analizar. Sin embargo; existen algunas complicaciones en cuanto a la preparación de la muestra ya que esta tiene que llevarse acabo de tal manera que se obtenga una superficie altamente pulida y libre de deformación.



Figura 2.6.- A) Esquema de la técnica EBSD B) Ejemplo de mapa de orientaciones cristalográficas de un acero con deformación plástica severa, mostrando límites de ángulo de bajo de color azul correspondientes a la subestructura y los límites de ángulo alto color rojo correspondientes a los granos recristalizados.

La calidad de los mapeos obtenidos por EBSD puede ser controlada a través de varios factores como; % de indexación, contraste de banda el cual es un factor que describe la intensidad de las bandas en los patrones de Kikuchi con respecto a la intensidad general en el área de interés.

#### 2.1.4.2 Fracción recristalizada

El cálculo de la fracción recristalizada experimental puede realizarse utilizando en análisis de EBSD varios tipos de medición para la desorientación local (desorientación interna de los granos): Desorientación promedio de Kernel (KAM), Desorientación promedio de granos (GAM), entre otras. La ventaja de medir la recristalización con estos métodos es que estas mediciones no so afectadas en gran medida por factores como la preparación de las muestras.

El software "Tango mapping" cuenta con una opción para calcular la fracción recristalizada en la cual se detectan los granos recristalizados, deformados y subestructurados midiendo el ángulo promedio de desorientación interna de cada grano y si el ángulo en mayor de  $\theta_c$ (12° en este caso particular) se clasifica como deformado. Si el grano este compuesto por subgranos cuyas desorientaciones internas sean menores que este  $\theta_c$  pero la desorientación entre cada subgrano es mayor que  $\theta_c$  es clasificado como subestructurado. Todos los demás granos serán clasificados como recristalizados.

#### 2.1.4.3 Función de correlación de desorientación (MCF)

Función de correlación de desorientación (o MCF por sus siglas en inglés) se define como la densidad de probabilidad para la ocurrencia de una cierta desorientación en un par de granos separados una cierta distancia. La MCF está relacionada a la función de distribución de orientaciones propuesta por Bunge, la cual describe la probabilidad de que un límite de grano separe granos con cierta desorientación. El valor del factor MCF disminuye al aumentar la distancia de separación. Algunos autores han reportado que este factor disminuye en la presencia de límites de grano de ángulo bajo o recristalización dinámica, indicando una disminución más rápida de las correlaciones [32].

#### 2.1.4.4 Textura

La orientación cristalográfica se refiere a la posición relativa de los planos cristalinos en un volumen con respecto a un sistema de referencia. La textura se refiere a la orientación preferencial que pueden adquirir los cristales en un material hacia una dirección determinada. Esta orientación preferencial (Textura) puede ser causada por muchos factores como: deformación, recristalización, solidificación, etc. Se pueden representar gráficamente las orientaciones en términos de índices de Miller, Ángulos de Euler o Anglo/eje de rotación. Una de las más utilizadas son los ángulos de Euler, los representan 3 rotaciones que pueden transformar un sistema de coordenadas en otro. Aunque la notación más utilizada es la propuesta por Bunge existen varias notaciones para representar los ángulos de Euler. La equivalencia con la notación Roe se muestra en la Tabla 2.2.

Bunge	Rotaciones	Equivalencia Roe
$\varphi_1$	Alrededor de ND transformando TD y RD en TD' y RD'	$\varphi_1 = \Psi + \pi/2$
φ	Alrededor de RD'	$\phi = \Theta$
$\varphi_2$	Alrededor de ND''	$\varphi_2 = \Phi - \pi/2$

Tabla 2.2.- Equivalencia en la notación de textura

Cada operación aplicada durante el procesamiento termomecánico genera cambios específicos en la orientación del material. Las orientaciones más relevantes producidas son denominadas como ideales y etiquetadas con un nombre particular (Cube "Cb", Brass "BS", etc): Dependiendo de la simetría de la muestra estas pueden tener un número determinado de variantes. La textura puede describirse como una dispersión de orientaciones a través del espacio de Euler que forman una fibra de orientaciones. Algunas de las fibras más importantes en metales son fibra- $\alpha$  y fibra- $\gamma$ , estos nombres no guardan relación con las fases del acero. La deformación en caliente de acero en la zona intercrítica ( $\alpha$ + $\gamma$ ) resulta en una textura compleja ya que involucra varios componentes de textura. Ray y colaboradores [33] contemplan que la textura de deformación en esta zona se verá afectada por 3 factores: Deformación de  $\gamma$ -patrón (Heredada a  $\alpha$ ), Transformación de  $\gamma$ - $\alpha$  y Rotación (y posible DRX) de  $\alpha$ . La Figura 2.7 muestra las orientaciones producto para hierro  $\alpha$  (BCC) mostrando las orientaciones origen de hierro  $\gamma$  (FCC) indicando en número de variantes de cada una, resumido en la Tabla 2.3.



Figura 2.7.- Orientaciones producto para hierro  $\alpha$  (BCC), mostrando las orientaciones origen de hierro  $\gamma$  (FCC)

	Tabla 2.3 Com	ponentes de textura	desarrollados en	austenita y su	transformación	a ferrita
--	---------------	---------------------	------------------	----------------	----------------	-----------

Drococo	Ori	gen y		Transformac		
Proceso	fibra	hkl	uvw	hkl	uvw	
Defermentión y	Copper (Cu)	{112}	<111>	{113}	<110>	
Deformation y	Brass (Bs)	{110}	<112>	{332}	<113>	
Recristalización y	Cube	{100}	<001>	{100}	<011>	

Principales componentes de deformación $\alpha$						
variante		operación	Componente			
{554}	<225>	4° rotación TD  <110>	{332}	<113>		
{111}	<112>	10° rotación TD  <110>	{332}	<113>		
{111}	<110>	30° rotación RD  <110>	{113}	<110>		
{445}	<110>	24° rotación RD  <110>	{113}	<110>		
{112}	<110>	10° rotación RD  <110>	{113}	<110>		

Tabla 2.4.- Componentes de textura resultado de la deformación de la ferrita

Los componentes de textura presentados anteriormente fueron calculados para laminación y por lo tanto podrían diferir en gran media de los componentes de textura desarrollados durante los ensayos de compresión en caliente. En las probetas ensayadas en compresión en caliente mostraron un claro grado de abarrilamiento por lo que se puede deducir que la deformación no fue uniforme. Los análisis de EBSD se realizaron en la zona de cizalladura. Los metales BCC presentan orientaciones características al presentarse cizalladura, la Figura 2.8 muestra los principales componentes de textura que se desarrollan para cizalladura en hierro  $\alpha$  (BCC).



Figura 2.8.- Figuras de polo 110 para metales BCC A) mostrando los principales componentes de textura para esfuerzos de corte B) Simulación de la textura desarrollada durante ensayos de torsión

				· · · · <b>,</b> · · · · · · ·	
Orientación	SPN	SD	$\varphi_1$	Φ	$\varphi_2$
D1	(112)	[111]	125.3	45	0
D2	(112)	[111]	54.7	45	0
E1	(011)	[111]	39.2	65.9	26.6
E2	(011)	[111]	90	35.3	45
F	(110)	[001]	180	45	0
J1	(011)	[211]	30	54.7	45
J2	(110)	[11]	90	54.7	45

Tabla 2.5.- Principales componentes de textura para metal BCC bajo esfuerzos de corte



Figura 2.9.- Figura de polos 110 mostrando los principales componentes de textura desarrollados en metal FCC bajo esfuerzos de corte.

Tabla 2.6.- Componentes de textura fcc

	$\varphi_1$	Φ	$\varphi_2$	
Α	0	35.26	45	
Ā	180	35.26	45	
$A_1^*$	35.26	45	0	
$A_2^*$	144.74	45	0	
В	0	54.74	45	
$\overline{B}$	180	54.74	45	
С	90	45	0	

#### **Micro Textura**

Utilizando EBSD también se pueden obtener mediciones de textura local con lo cual se puede conocer la textura de cada grano. Si la deformación se lleva a cabo en el límite superior de la zona intercrítica (cercano a A3) la cantidad de  $\alpha$  será limitada por lo que el aporte de la rotación de  $\alpha$  será pequeño. Si la deformación se lleva a cabo en el límite inferior de la zona intercrítica, la mayor parte de la  $\gamma$  habrá transformado a  $\alpha$  agudizando la textura de la fase  $\alpha$ . Granos de  $\gamma$  continúan deformando y agudizando la textura de  $\gamma$  la cual será heredada a por la fase  $\alpha$ .

#### 2.1.5 Modelo

La DRX en cualquiera de sus modalidades tendrá repercusiones en las propiedades mecánicas, el refinamiento de grano causado por la DRX generará un aumento en la resistencia de material. De manera que resulta relevante tener un adecuado control sobre estos fenómenos de restauración dinámica. Existen muchos modelos predictivos que describen el comportamiento de los materiales metálicos tanto fenomenológicos, numéricos o de base física, el presente trabajo es la continuación de una tesis anterior la cual desarrolla un modelo de base física para describir el comportamiento de aceros bajo carbono en la zona bifásica ( $\alpha$ + $\gamma$ ) entre las líneas de temperatura crítica Ac1 y Ac3. Cabe mencionar que la mayoría de los modelos desarrollados están enfocados en una zona austenitica de temperatura mayor (por encima de la línea de temperatura crítica Ac3). El modelo intercrítico desarrollado por J. Cancio y colaboradores el cual a su vez está basado en los trabajos de G. Varela [34] y de J.M. Cabrera [35], crea la curva intercrítica ponderando las curvas modeladas para la ferrita y la austenita, afectadas por un factor porcentual de cada fase calculado para cada temperatura.

#### 2.1.5.1 Modelo DRV

En base al postulado de que en la ferrita solo presenta recuperación dinámica por ser un material con alta energía de falla de apilamiento el modelo adoptado J. se basa en el modelo propuesto por Estrin, Mecking y Bergström [36-38]el cual está basado en la evolución de la densidad de dislocaciones durante la deformación:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \Big|_{almacenadas} - \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \Big|_{restauradas}$$

La cantidad de dislocaciones es el balance de las dislocaciones almacenadas y las dislocaciones restauradas. Proponen que la cantidad de dislocaciones ( $\rho$ ) está compuesta por el número de dislocaciones móviles y el número de dislocaciones inmóviles, la cantidad de dislocaciones móviles no depende de la deformación y la variación de las dislocaciones inmóviles está determinada por la creación, inmovilización, removilización y aniquilación de dislocaciones [37]. Para describir estos aspectos proponen 3 parámetros: U( $\epsilon$ ) la velocidad de inmovilización y aniquilación de las dislocaciones móviles,  $\Omega$  probabilidad de aniquilación o removilización de dislocaciones inmóviles y A velocidad con la que las dislocaciones móviles de aniquilan con otros defectos (dislocaciones móviles, límites de grano, etc), los autores concuerdan que este último para es muy pequeño por lo que puede ser desestimado.

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = U - \Omega \rho$$

Al integrar esta ecuación se obtiene:

$$\sigma = \alpha' \mu b \sqrt{\rho} ; \ \theta = \frac{\delta \sigma}{\delta \varepsilon} \Big|_{\dot{\varepsilon}}$$

Donde  $\alpha'$  es constante dependiente de  $\dot{\epsilon}$  y T, b es el vector de burgers y  $\mu$  es el módulo de corte

La combinación de la ecuación anterior con la definición para la velocidad de endurecimiento por deformación y la relación de Taylor modificada por Y. Estrin [39] que relaciona el esfuerzo con la densidad de dislocaciones. Se obtiene la siguiente ecuación:

$$\sigma = \sigma_{sDRV} \alpha' \mu b \sqrt{(1 - e^{-\Omega \varepsilon})}$$

Donde  $\sigma_{sDRV}$  es el esfuerzo del estado estable para la DRV, este se define como.

$$\sigma_{sDRV} = \alpha' \mu b \sqrt{\frac{U}{\Omega}}$$

Cabrera y colaboradores relacionaron los términos  $(\alpha'b)^2 U$  y  $\Omega$ , también denominados parámetro de endurecimiento y ablandamiento respectivamente, con el parámetro Zener-Hollomon (Z) con las siguientes ecuaciones:

$$(\alpha'b)^2 U = k_U d_0^{n_U} Z^{m_U}$$

Donde  $k_U$ ,  $n_U$ ,  $m_U$ , son constante que dependen del material y  $d_0$  es el tamaño de grano.

$$\Omega = k_{\Omega} d_0^{n_{\Omega}} Z^{m_{\Omega}}$$

Donde  $k_{\Omega}$ ,  $n_{\Omega}$ ,  $m_{\Omega}$  son constantes y dependen del material en cuestión

#### 2.1.6 Modelo DRX

A diferencia del modelo DRV en este caso cuando la deformación sobrepasa la deformación critica ( $\varepsilon > \varepsilon_c$ ) se tiene la activación de un fenómeno de recristalización dinámica. En este caso el modelo propuesto por de J. Cancio adopta el modelo desarrollado por G. Varela y colaboradores [34] el cual divide la curva esfuerzo-deformación en 2 secciones. La primera describe el comportamiento antes de la deformación crítica  $\varepsilon < \varepsilon_c$  y está regido únicamente por recuperación dinámica, utiliza un modelo como el utilizado en el modelo DRV. Para la segunda parte de la curva se considera la activación de un fenómeno de recristalización dinámica. Cuando se activa DRX hay una disminución en el esfuerzo de flujo de material, debido a la nucleación de nuevos granos libres de deformación, este ablandamiento está regido por la fracción recristalizada de material X<sub>DRX</sub>. El modelo KJMA (Kolmogorov, Johnson, Mehl, Avrami) es uno de los más aceptados para la predicción de X<sub>DRX</sub>:

$$X = 1 - exp(-(Bt)^k)$$

Donde B y k son constantes, t es el tiempo.

La diferencia de las curvas del modelo DRV y DRX después de la deformación crítica son causados por la fracción recristalizada, esta diferencia se denota  $\Delta \sigma_s$ . la fracción recristalizada es expresada en términos de esfuerzos por J. J. Jonas [40].

$$X_{DRX} = \frac{\Delta \sigma_s}{\sigma_{sDRV} - \sigma_{ssDRX}} = \frac{\sigma_{sDRV} - \sigma}{\sigma_{sDRV} - \sigma_{ssDRX}}$$

Donde  $\sigma_{ssDRX}$  es el esfuerzo de estado estable para la recristalización dinámica. El cual puede ser aproximado utilizando la ecuación Sellar y Tegart [41] .

$$Z = \dot{\varepsilon}exp^{\left(\frac{Q_{app}}{RT}\right)} = A[\sinh(\alpha\sigma_{ss})]^n$$

Donde A es una constante,  $\alpha$  es el esfuerzo reciproco, n es el exponente de fluencia,  $Q_{app}$  es la energía de activación (Jmol<sup>-1</sup>). H. J. Frost y M. F. Ashby modifican la ecuación anterior para otorgarle mayor significado físico incluyendo la influencia de la velocidad de deformación y la temperatura en el módulo de corte y la difusión.

$$\dot{\varepsilon} = A\left(\frac{D_{eff}G(T)b}{kT}\right) \left[\sin\left(\alpha \frac{\sigma_i}{\mu(T)}\right)\right]^n$$

Donde k es la constante de Boltzmann,  $D_{eff}$  coeficiente de difusión efectivo,  $\sigma$ i es el esfuerzo en cualquier momento como:  $\sigma_p$  (esfuerzo pico) y  $\sigma_{ssDRX}$ . Finalmente,  $\mu(T)$  es el módulo de corte afectado por la temperatura, este ultimo de define como:

$$\mu = \mu_0 \left( 1 + \left( \frac{T - 300}{T_M} \right) \frac{T_M}{\mu_0} \frac{\partial_\mu}{\partial_T} \right)$$

Donde  $\mu_0$  módulo de corte a temperatura ambiente, T<sub>M</sub> temperatura de fusión (K),  $\left(\frac{T_M}{\mu_0}\frac{\partial_{\mu}}{\partial_T}\right)$  coeficiente de dependencia del módulo de corte con la temperatura.

Usualmente X<sub>DRX</sub> se expresa en términos del tiempo necesario para lograr el 50% de fracción recristalizada como dicta la siguiente ecuación

$$t_{0.5} = k_{t0.5} \dot{\varepsilon}^{m_{t0.5}} exp\left(\frac{Q_{t0.5}}{RT}\right)$$

Donde  $k_{t0.5}$ ,  $n_{t0.5}$ ,  $m_{t0.5}$ , son constantes del material y  $Q_{t0.5}$  es la energía de activación para  $t_{0.5}$ . Debido a que los ensayos se llevan a cabo a velocidad de deformación constante en ambos casos (J. Cancio y G. Varela) se pueden considerar equivalente tiempo y deformación de manera que G. Varela propone:

$$X_{DRX} = 1 - \left(-ln2\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_{t0.5} - \varepsilon_c}\right)^k\right)$$

La constante k está relacionada con el parámetro Zener-hollomon  $k = k_1 + k_2 log Z$ 

#### 2.1.7 Resumen del modelo

#### Modelo ferrítico

Tomando en cuenta el postulado de que la ferrita presenta únicamente recuperación dinámica por ser un material con alta energía de falla de apilamiento, el modelo ferrítico fue desarrollado con base al modelo DRV.

$$\sigma = \left[\sigma_{sDRV}^2 (1 - e^{-\varepsilon \Omega})\right]^{\frac{1}{2}}$$

Las constantes del modelo ferrítico fueron calcularon en base a las relaciones propuestas por J. M Cabrera y R. Calvillo [35]

#### Modelo austenítico

Para la austenita al ser un material con baja energía se consideró tanto el modelo DRV como el modelo DRX:

$$\varepsilon < \varepsilon_{c} \qquad \qquad \sigma = \left[\sigma_{sDRV}^{2}(1 - e^{-\varepsilon \Omega})\right]^{\frac{1}{2}}$$
$$\varepsilon > \varepsilon_{c} \qquad \qquad \sigma = \sigma_{sDRV}(\sigma_{sDRV} - \sigma_{ssDRX})X_{DRX}$$

Las constantes fueron calculadas en base a las relaciones propuestas por G. Varela [34].

## 2.2 Estado del arte Narayana M. et al[12].

En este artículo confirmaron la existencia de la recristalización dinámica en la ferrita en acero con grano ultra-fino de ultra-bajo carbono durante deformación en tibio con deformaciones severas. Se realizaron pruebas de compresión en especímenes a diferentes temperaturas de ensayo, con una velocidad de deformación  $\dot{\varepsilon}$  de 0.01 dentro de la región ferrítica (723-823 K) y fueron templadas en agua. Los análisis con EBSD mostraron granos equiaxiales rodeados de límites de grano de ángulo alto, lo cual confirma la recristalización de la ferrita. Además, se confirmaron la presencia de una subestructura por medio de microscopia de transmisión esto indica que también existe un grado de recuperación dinámica. Los autores confirman la ocurrencia de la recristalización dinámica en ferrita durante la deformación en tibio de aceros ultra-bajo carbono. Estipulan que al deformar a temperatura bajas y altas velocidades de deformación dominará la recuperación dinámica y que a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación la recristalización dinámica prevalece.



Figura 2.10.- Mapeo EBSD límites de ángulo alto rojo y límites ángulo bajo azul. A) 823K B)723K

#### M. R. Barnett et al [14].

Utilizaron la cinética de la recristalización estática para predecir la recristalización dinámica en la ferrita. Encontraron evidencia de recristalización dinámica a una velocidad de deformación de 0.01 s-1 a 700°C durante pruebas de compresión (double hit compression test), las cuales fueron templadas en agua al finalizar. Los especímenes se analizaron utilizando microscopia óptica, MEB y EBSD. El modelo utilizando predice que materiales que usualmente presentan recuperación dinámica pueden presentar recristalización dinámica y se someten a deformaciones suficientemente grandes. Este modelo predice que la recristalización dinámica puede seguir la recuperación estática si la deformación se continúa a niveles altos. Sin embargo, la deformación requerida incrementa rápidamente con el incremento en la velocidad de deformación y la disminución de la temperatura.

#### Li longfel et al[42].

Realizaron pruebas de compresión en aceros bajo carbono en un rango de temperaturas de 550°C a 700°C (Rango ferrítico) a velocidades de deformación de 10-5X10-4 s<sup>-1</sup> y la microestructura deformada fue analizada con técnicas de EBSD, TEM y MEB. Determinaron que la Recristalización dinámica en la ferrita puede ocurrir en aceros bajo carbono conllevado a un refinamiento de grano. Al incrementar el parámetro de Zener-Hollomon (Z), los mecanismos de este proceso cambian de recristalización dinámica discontinua a recristalización dinámica continua el punto de cambio es aproximadamente Z=1x10<sup>16</sup> s<sup>-1</sup>. El aumento en Z disminuye el tamaño de grano recristalizado de la ferrita. Finalmente concluyeron que la recuperación dinámica en la ferrita tiene un efecto importante en la recristalización dinámica, ya que su desarrollo puede llevar a la formación de núcleos para la DRX bajo condiciones de Z pequeño. También sucede para el caso de Z alto el cual un desarrollo adecuado de la recuperación dinámica puede llevar a recristalización dinámica continua.

#### J. Cancio Jiménez et al[1].

En este trabajo se observó que en muestras de acero 1008, bajo ciertas velocidades y temperaturas de deformación se presentó un severo refinamiento del grano ferrítico en la microestructura final. En la Figura 2.11 B se muestra una micrografía del fenómeno observado tomada a 200X, en la cual se puede observar que la probeta ensayada a 800°C con velocidad de deformación de 0.001 S<sup>-1</sup> presenta un ligero refinamiento del tamaño de grano a diferencia de la muestra que fue ensayada con una velocidad de deformación de 0.1 S<sup>-1</sup> Figura 2.12A. En este caso como se observa la microestructura una disminución considerable en el tamaño de grano, aumentando la velocidad de deformación se aumenta el grado de refinamiento de tamaño de grano. La muestra deformada a una velocidad de deformación de deformación de 0.1 S<sup>-1</sup> fue analizada utilizando MEB a 4000X en un intento por observar la presencia de una subestructura en el material deformado; no obstante, como se puede observar en la Figura 2.12B no fue posible confirmar o descartar lo anterior.



Figura 2.11.- Micrografías 200X acero 1008, templado800°C A) Sin deformación B)80% deformación ɛ 0.001 s-1



Figura 2.12.- Acero 1008, 800°C templado 80% deformación  $\dot{\varepsilon} = 0.1s^{-1}A$ ) Micrografía de 200X B) Imagen de la misma muestra tomada con MEB a 4000X.

80



Figura 2.13.- Grafica esfuerzo-deformación del acero bajo carbono ensayado a 800 C a una velocidad de  $\dot{\varepsilon}$  0.001 s<sup>-1</sup>. (I) corresponde a la curva aproximada con el modelo utilizado y (E) corresponde a la curva Experimental obtenida.

Figura 2.14.- Grafica esfuerzo deformación del acero bajo carbono ensayado a 800 C a una velocidad de  $\dot{\varepsilon}$  0.001 s<sup>-1</sup>. (I) corresponde a la curva aproximada con el modelo utilizado y (E) corresponde a la curva Experimental obtenida.

El comportamiento de las curvas esfuerzo deformación también presento características singulares. En las Figura 2.13 y Figura 2.14 se pueden observar las curvas de esfuerzo deformación para ambos casos las cuales presentan la formación de una meseta lo cual nos indicaría que el material tuvo un comportamiento de recuperación dinámica. Lo cual contradice la evidencia encontrada en las micrografías obtenidas para la muestra deformada a  $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}S^{-1}$ .

## Capítulo 3

#### 3.1 Procedimiento experimental

Para realizar este trabajo se utilizaron los especímenes obtenidos en un estudio previo por J. Cancio [1], en el cual dos aceros bajo y medio carbono fueron sometidos a ensayos de compresión en caliente controlado bajo los condiciones que se muestras en la Tabla 3.1. En la Tabla 3.2 se muestran las composiciones químicas de estos aceros.

Acero	Ė (s⁻¹)	Temperatura (°C)			
	1 <sup>-3</sup>	815	800	785	770
1008	1-2	815	800	785	770
	1-1	815	800	785	770
1035	1 <sup>-3</sup>	785	770	755	740
	1-2	785	770	755	740
	1-1	785	770	755	740

Tabla 3.1.- Condiciones de ensayo

Tabla 3.2.- Composición química de los aceros utilizados

Acero	%С	%Si	%Mn	%Р	%S
SAE 1008	0.075	0.145	0.351	0.035	0.034
SAE 1035	0.308	0.251	0.787	0.042	0.035

En el trabajo mencionado las muestras fueron deformadas hasta llegar a 80% y templadas con un flujo de gas argón. Los ensayos se realizaron en un dilatómetro BAHR DIL 805 A/D con capacidad de aplicar fuerzas y controlar la temperatura y el desplazamiento con alta presión. Se utilizaron muestras cilíndricas de 10 mm de altura y 5 mm de diámetro. El equipo utilizado pertenece al Centro Tecnológico de Manresa CTM, Cataluña. La Figura 3.1 describe el ciclo térmico aplicado a los ensayos de compresión en caliente de las probetas del trabajo de J. C. Jiménez [1].



Figura 3.1.- Ciclo térmico aplicado a las probetas de acero 1008 y 1035

La Figura 3.1 describe el ciclo térmico aplicado a los ensayos de compresión en caliente delas probetas del trabajo de J. Cancio [1]. En la primera etapa las probetas fueron calentadas a una temperatura de austenización de 1000°C con una tasa de calentamiento de 2°C/s. Una vez alcanzada la temperatura se le dió un tiempo de permanencia de 300s. Posteriormente las probetas fueron enfriadas hasta las respectivas temperaturas de ensayo: acero medio carbono 1035 (740-785°C) y acero bajo carbono 1008 (770-815°C) con una tasa de enfriamiento de 2°C/s. Una vez alcanzada la temperatura de deformación se dio un tiempo de permanencia de 300s. Transcurrido este se realizó la deformación a las diferentes velocidades de deformación  $\dot{\varepsilon}$  (0.001, 0.01, 0.1 S<sup>-1</sup>) hasta alcanzar una deformación de 80%. Finalmente, las probetas fueron templadas con Ar, acordó con las especificaciones del equipo es posible alcanzar velocidades de enfriamiento de hasta 2500K/s.

#### 3.1.1 Consideración del ensayo de compresión

Durante los ensayos de compresión la fricción generada entre la superficie de la pieza puede causar abarrilamiento de la probeta, lo cual generara que la deformación no sea homogénea en la muestra. Como se observa en la Figura 3.2 las zonas cercanas a la superficie de la muestra que está en contacto con el dado presentarán poca deformación, las zonas cercanas a la superficie de la muestra que no están en contacto con el dado presentaran deformación moderada y por último las zonas del centro de la probeta presentaran la mayor deformación con agudos esfuerzos de corte [43].



*Figura 3.2.- Esquema de deformación heterogénea durante ensayos de compresión en caliente por abarrilamiento.* 

#### 3.1.2 Preparación de las probetas para EBSD

En primera instancia las probetas fueron cortadas en placas con un espesor aproximado de 3mm, debido a los requerimientos del análisis, utilizando una cortadora de disco de diamante marca Buehler. Una vez obtenidas las placas fueron rectificadas y montadas en baquelita. El desbaste se llevó acabo utilizando papel abrasivo de grados sucesivamente mayores desde P600 hasta P2500. Posteriormente fueron pulidas en 2 etapas: Inicialmente fueron pulidas con un disco giratorio de microfibra utilizando como abrasivo una suspensión de diamante con tamaño de partícula sucesivamente menor desde 6µm hasta 0.25µm. La segunda etapa contempló el pulido con sílica coloidal no cristalizante de 40 nm en una pulidora vibratoria Buehler Vibromet 2, con una vibración de 60% (7200 ciclos/min) durante 60 minutos, en un principio se utilizó un tiempo de 90 minutos por recomendación del fabricante de pulidora, pero este resulto excesivo ya que se formaba mucho relieve en la superficie de las probetas por lo que el tiempo fue reducido a 60 minutos obteniendo resultados óptimos. La secuencia de la preparación se muestra en la Figura 3.4 y las condiciones específicas utilizadas para la preparación metalográfica de las probetas se muestra en la Tabla 3.3.



Figura 3.3.- Diagrama de flujo del procedimiento experimental



Figura 3.4.- Preparación de probetas para análisis con EBSD

Para realizar los análisis en el MEB, las probetas se desmontaron de la baquelita y se limpiaron en ultrasonido con acetona durante 10 minutos para eliminar cualquier rastro de baquelita que hubiera podido quedar adherida a la superficie. Posteriormente las probetas se montaron sobre un pin de aluminio utilizando un poco de pegamento epóxico y se aplicó un segundo procedimiento de limpieza con ultrasonido utilizando etanol 99.9% durante 15 minutos. Para garantizar la conducción eléctrica en el MEB al momento de realizar los análisis de EBSD, a la orilla de la probeta y la base del pin se aplicó una capa de pintura conductora especial a base de plata.

Desbaste		Pulido inicial			Pulido final	Limpieza	
Pulidora automática		Pulidora automática			Pulidora vibratoria	Ultrasonido	
300 RPM		300 RPM			Silica coloidal	Etanol	
Papel abrasivo		Suspen	sión de d	iamante	de 40nm	99.9%	
Grit	Fuerza	Tiempo (min)	Tamaño	Fuerza	Tiempo (min)	Tiempo	
P600	25 N	9	6 µm	25 N	9	60 minutos	15 minutos
P800	25 N	9	3 µm	15 N	9	Fuerza 400gr	
P1200	25 N	9	1 µm	15 N	9		
P2500	25 N	9	0.5 μm	15 N	9		
P4000	25 N	5	0.25 μm	15 N	5	Vibración 60% (7200 ciclos por minuto)	

Tabla 3.3 C	Condiciones de la	preparación de	e metalográfica	de las probetas	s para EBSD
-------------	-------------------	----------------	-----------------	-----------------	-------------

#### 3.1.3 Equipos y software empleados

Durante el desarrollo de este trabajo se utilizaron el equipo he instalación del Instituto Politécnico Nacional- ESIQIE, así como de la Universidad Politécnica de Catalunya.

Software	Licencia
Suite Channel 5, Oxford instruments	UPC
Flamenco acquisition	UPC
Tango Mapping	UPC
Mambo	UPC
Salsa	UPC
ΑΤΕΧ	Software libre

Tabla 3.4.- Programas utilizados para análisis de datos EBSD




Pulidora automática: Struers Labpol5

Montadora: Struers Labpress 3



Pulidora vibratoria: Buehler Vibromet 2

Figura 3.5.- equipos utilizados para la preparación de muestras



Figura 3.6.- Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7001F, UPC Barcelona.

## 3.1.4 Análisis de EBSD

Los análisis de EBSD se llevaron a cabo con la colaboración del Grupo de investigación PROCOMAME en la Universidad Politécnica de Catalunya en un microscopio JEOL JSM-7001F utilizando la suite Channel 5 de Oxford Instruments: flamenco, tango, mambo y salsa. Para este procedimiento específicamente se utilizó el programa "flamenco Acquisition" bajo la licencia de la institución anteriormente mencionada. Por motivos de tiempo y disponibilidad de equipo no todas las muestras fueron analizadas, en su lugar se determinó trabajar con muestras en los extremos de las condiciones de ensayo (Tabla 3.6). Los análisis realizaron bajo las condiciones de la Tabla 3.5

Ángulo	Magnificación	Step (µm)	Área (Pixeles)	Time per frame (ms)	Tiempo aproximado de ensayo (horas)
70°	1000X	0.5	Toda la imagen	0	1
		0.1	1000X800	ŏ	5
		0.03	1000X800		14

#### Tabla 3.5.- Condiciones análisis EBSD

#### Tabla 3.6.-Muestras analizadas con EBSD

Musstres	BC-770-SD	BC-815-SD	AC-770-SD
muestras	BC-770-0.1s <sup>-1</sup>	BC-815-0.1s <sup>-1</sup>	AC-770-0.1s <sup>-1</sup>
allalizauas	BC-770-0.001s <sup>-1</sup>	BC-815-0.001s <sup>-1</sup>	AC-770-0.001s <sup>-1</sup>

## 3.1.5 Procesamiento de la imagen

Los análisis con EBSD permiten obtener una gran cantidad de información sobre el material y permiten representar esta información en diversos formatos, como gráficas o mapeos (OIM), dependiendo de las características que se desee resaltar en función de los objetivos de estudio. Para realizar estos análisis se han utilizado 2 softwares especializados. En primera instancia se utilizó el software "Tango mapping" para realizar la corrección de los datos, los diversos mapeos: límites de grano y orientación cristalina y se obtuvo información estadística de las muestras: tamaño de grano y distribución de orientaciones. En conjunto con el software anterior se utilizó el software ATEX (Software libre desarrollado por la Universidad Lorraine – Francia) con el cual se construyeron otros mapeos de límite de grano y orientación cristalina.

## 3.1.6 Corrección de datos

Para que los datos obtenidos con el análisis de EBSD sean confiables se debe tener un porcentaje de indexación mínimo, como se mencionó anteriormente, este valor usualmente es de 80%, cabe mencionar que no existe una norma específica para definir este porcentaje y queda a discreción de los autores. Sin embargo, y a pesar de que la muestra haya sido preparada adecuadamente no es posible obtener el 100% de indexación

de una muestra, por lo que se pueden una serie de filtros aplicar a los datos para la su corrección.

# 3.1.7 Reducción de ruido (Noise reduction)

Puntos en el mapa con poca o nula indexación, como: límites de grano, fisuras, grietas, poros, inclusiones, rayas o cúmulos de dislocaciones son denominados como "soluciones nulas" (Zero solution). La reducción de ruido es un filtro para extrapolar soluciones nulas o puntos que han sido indexados erróneamente extrapolando información de los puntos aledaños. Puede aplicarse a varios niveles.

# 3.1.8 Pseudo-Simetría

Ocurre cuando 2 orientaciones no pueden distinguirse debido a un aparente eje de rotación con n dobleces, especialmente en cristales con poca simetría. Para el caso particular los patrones EBSD para hierro  $\alpha$  (BCC) suelen presentar pseudo-simetría. Tienen dirección <111> cercana al centro del patrón aparentando tener una simetría de 6 ejes. Únicamente las bandas cercanas a la orilla pueden romper esta condición, y mostrar la simetría de 3 ejes que presenta el eje <111>.



Figura 3.7.- pseudosimetria

Se pueden tomar las siguientes medidas precautorias

- a) Acercar la pantalla de fosfora a la muestra
- b) Incrementar el número de bandas de indexación
- c) Detectar las orillas de las bandas
- d) Detectar ancho de bandas

Para mapeos que ya se hayan obtenido y presenten este problema existe manera de solucionarlo. La identidad correcta y la errónea suelen estar relacionadas por una rotación simple por lo que el problema puede solucionarse de manera sencilla realizando una rotación de alrededor del eje <111> en este caso particular.

En los mapeos obtenidos durante este trabajo se identificó este problema en mapas con porcentajes de indexación aceptable (90%) que presentan algunos resultados peculiares como los que se muestran la figura 7 a), la cual muestra un mapeo de EBSD de la muestra templada a 770°C sin deformación, mostrando los límites de grano de ángulo alto de color azul y los límites de grano de ángulo bajo de color rojo. En la imagen se observa que en

ciertos granos específicos se tienen cúmulos de puntos que han sido indexados como límites de grano (no han sido identificados como soluciones nulas). No obstante, estos puntos no son límites de grano, estos puntos son causados por un error de indexación sistemático causados por pseodusimetria. Direcciones <111> en los patrones EBSD, con una desorientación de 30 o 60 grados respecto a este eje. Estos falsos límites de grano se pueden observar en la figura 7 b). En la figura 8 se observan que después de aplicar una rotación se han eliminado la mayoría de los puntos conflictivos.



Figura 3.8.- Mapeo de EBSD mostrando: A) Azul límites de grano de ángulo alto y Rojo los límites de grano de ángulo bajo. B) Limites de grano de ángulo alto desorientados respecto al eje [111] ±30 de color morado y de color azul de 60°.



Figura 3.9.- Mapeo de EBSD con rotación a los errores de pseodusimetría corregida. Límites de grano de ángulo alto color azul y límites de grano de ángulo bajo color rojo.

# Capítulo 4

# 4.1 Resultados y análisis

# 4.1.1 Acero 1008 - 770°C

El desarrollo de este trabajo se basó en el análisis de las probetas ensayadas en un trabajo previo por J. Cancio [1], en el cual se realizaron pruebas de compresión en caliente, bajo diferentes condiciones de deformación, a 2 aceros bajo carbono en la zona intercrítica y fueron templadas en seguida. Al analizar los resultados obtenidos se observa que la microestructura "inicial" (probeta sin deformación, 770°C,Figura 4.1) está compuesta principalmente por granos equiaxiales de ferrita con algunos granos perlita irregular con ferrita acicular. El estado "inicial" contrasta con lo observado para las muestras deformadas, en la Figura 4.2 se muestran las microestructuras de las probetas de acero 1008 templadas a 770°C y deformadas a distintas velocidades en conjunto con las curvas esfuerzo deformación obtenidas experimentalmente y las obtenidas con el modelo propuesto en [1] . Las muestras deformadas presentan una microestructura dual formada por granos de ferrita deformados y rodeados de granos de equiaxiales de ferrita de menor tamaño con algunos granos de bainita o martensita. En todas las muestras existe refinamiento de grano en comparación con el estado "inicial", entre mayor es la velocidad de deformación mayor es el grado de refinamiento.



Figura 4.1.- Micrografía de acero 1008 templado a 770°C sin deformación

Respecto al comportamiento de las curvas esfuerzo deformación en todas las curvas experimentales (color rojo) se observa un aumento del esfuerzo de flujo, la pendiente de esta curva disminuye conforme aumenta la deformación hasta llegar a un máximo ( $\sigma_{pico} \& \epsilon_{pico}$ ) a partir del cual se notan 2 comportamientos en las curvas obtenidas. En primera instancia en la curva con la menor velocidad de deformación se forma una meseta y el esfuerzo de flujo permanece relativamente constante. Este comportamiento corresponde a materiales que solo presentan recuperación dinámica. Sin embargo; en los ensayos realizados a mayor velocidad de deformación se advierte un comportamiento diferente ya que en lugar de formar una meseta en la curva, hay una disminución del esfuerzo de flujo después del punto máximo. Existe una cierta tendencia a la formación de un pico en la curva esfuerzo-deformación al aumentar la velocidad de deformación. Este comportamiento

concuerda con lo reportado en bibliografía para materiales que presentan recristalización dinámica. Otro aspecto interesante que destacar es el aparente incremento en el error de la curva construida a partir del modelo propuesto en [1] con el aumento de la velocidad de deformación.



Figura 4.2.- A) C) E) Micrografías de acero 1008 deformado 80% a 770°C a diferentes velocidades de deformación, B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1008 deformada a 770° diferentes velocidades de deformación, color rojo curva experimental (E) y color azul curva modelada (I)

Puesto que la deformación se llevó acabo en la zona intercrítica (bifásica) la evolución microestructural durante la deformación resulta en cierta medida compleja. En primera instancia se debe considerar que la deformación no sucede de manera homogénea en la microestructura y ésta se concentrará en la fase ferrítica (más suave). Se puede observar un refinamiento de grano en todas las muestras deformadas a 770°C el cual no puede ser justificado únicamente con la posible recristalización y transformación de la austenita, que al momento de la deformación representa solo el 14% de la microestructura según lo calculado teóricamente.

Por lo tanto, el aparente refinamiento debe ser atribuido a otros efectos como transformación inducida por deformación ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ) y recristalización dinámica de la ferrita. Los granos deformados de ferrita (inusualmente grandes) pueden ser son atribuidos a recristalización inducida por deformación.

Dado que la ferrita es un material con baja energía de apilamiento la recuperación dinámica debería ser el fenómeno de restauración dominante; sin embargo, varios autores han determinado que bajo ciertas condiciones de deformación se puede presentar DRX en la ferrita. Cabe mencionar que el reactivo utilizado para revelar la microestructura revela tanto los límites de ángulo alto (límites de grano) como los límites de ángulo bajo (subestructuras) por lo que no es posible identificar el tipo de límite a partir de una micrográfica.

#### EBSD

Utilizando análisis con EBSD es posible conocer el grado de desorientación de los granos y por tanto se pueden distinguir los límites de ángulo bajo y ángulo alto, permitiendo así conocer con mayor certeza que zonas de la probeta presentaron recristalización. De la Figura 4.3 a la Figura 4.5 se muestran mapeos de EBSD de probetas de acero 1008 sin deformación (solo templada) y con deformadas 80% a diferentes velocidades de deformación. La parte de A) de las figuras es un mapeo de reconstrucción de grano, en el cual se le asigna un color arbitrario a cada uno de los granos y la parte B) en las figuras es un mapeo mostrando los límites de grano en color azul los límites de ángulo alto ( $\theta$ >12°) y en color rojo límites de ángulo bajo ( $\theta$ <12°).

En la probeta solo templada (Figura 4.3) se observan grandes granos equiaxiales de ferrita y como se observa en Figura 4.3 B se presentan mayormente límites de ángulo alto (Azul). La probeta ensayada con una velocidad de deformación de 0.001 s<sup>-1</sup> presenta un ligero aumento en la cantidad de límites de ángulo bajo (Figura 4.4A). El desarrollo de subestructura indica la operación de un fenómeno de recuperación dinámica. La reconstrucción de granos muestra (Figura 4.4B) que el tamaño de grano de no varía drásticamente ya que se observan granos de ferrita deformados relativamente grandes y algunos granos pequeños en los límites de grano. El mayor contraste puede observarse en la probeta deformada a 0.1 s<sup>-1</sup> la cual presenta un aumento considerable en la cantidad de

límites de ángulo alto y bajo (Figura 4.5 A). De igual manera que en el caso anterior el desarrollo de subestructura indica la operación de DRV durante la deformación. El notable aumento en la cantidad de límites de grano en conjunción con la reconstrucción de granos (Figura 4.5 B) muestra refinamiento de gano. Este fenómeno de refinamiento de grano puede ser atribuido a transformación inducida por deformación en conjunto con recristalización dinámica continua de la ferrita.



Figura 4.3.- Mapeos EBSD acero 1008 770°C sin deformación A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B) limites ángulo alto azul ( $\vartheta$ >15°) y límites de ángulo bajo rojo (2< $\vartheta$ <15°)



Figura 4.4.- mapeos EBSD acero 1008 770°C 0.001 s<sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites color negro) B) limites ángulo alto azul (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°)



Figura 4.5.- mapeos EBSD acero 1008 770°C 0.1 s<sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano, (límites color negro) B) limites ángulo alto azul (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°)

Analizando la distribución del ángulo de desorientaciones de los granos para la muestra de acero 1008 templada 770° sin deformación (Figura 4.6) se puede observar que los granos casi en su totalidad tienen una desorientación mayor a 15° y existe una mayor cantidad de granos con un ángulo de desorientación mayor a 30°. La distribución de tamaño de grano fracción numérica Figura 4.7 muestra que hay una cantidad de granos con un tamaño aproximado de 1µm estos pueden ser descartados y considerados como errores de indexación. En la Figura 4.8 se observa que casi toda la fracción de área de muestra está compuesta por granos grandes (superiores a 14µm). Con un tamaño de grano promedio de 18µm.



Figura 4.6.- Distribución del ángulo de desorientaciones -fracción numérica, 1008 770° Sin deformación



Figura 4.7.- Distribución tamaño de grano – fracción numérica, 1008 770° sin deformación



Figura 4.8.- Distribución tamaño de grano-fracción de área, 1008 770° sin deformación

La Figura 4.9, muestra que La distribución de ángulo de desorientación es más uniforme y muestra un aumento considerable en la cantidad de granos con un ángulo de desorientación menor de 15°. La cantidad de granos con un ángulo de 30° es notoriamente elevada; sin embargo, esta cantidad puede ser afectada por errores de pseudosimetria que no fueron completamente corregidos en el procedimiento de limpieza, de tal manera que no se tomarán en cuanto para el análisis. La distribución del tamaño de grano fracción numérica Figura 4.10 muestra un gran número de granos con un tamaño de grano aproximado de 1µm, de igual manera que en el caso anterior estos granos son considerados como errores de indexación causados por pseudosimetria no corregidos. La distribución de tamaño de grano fracción de área (Figura 4.11) de observa que la mayor parte del área de la probeta está representada por granos grandes mayores de 20µm. El tamaño promedio de los granos resulto similar al de la probeta no deformada 18µm.



Figura 4.9.- Distribución del ángulo de desorientaciones de los granos contra fracción numérica, 1008 770° è 0.001s-1



Figura 4.10.- Distribución tamaño de grano -fracción numérica, 1008 770° è 0.001s-1



Figura 4.11.- Distribución tamaño de grano -fracción de área, 1008 770° ¿ 0.001s-1

En el caso de la probeta deformada a 0.1 s<sup>-1</sup> (Figura 4.12) se observa que la distribución del ángulo de desorientación es más homogénea que en el caso de la probeta deformada a menor velocidad. De manera similar a la probeta anterior se observa una cantidad anormal de granos orientados cerca de 30 grados los cuales son considerados como pseudosimetria y serán omitidos para el análisis. En la distribución de tamaño de grano - fracción numérica (Figura 4.13) también se observa una cantidad inusualmente alta de grano de ferrita con un tamaño menor de 1µm estos puntos son considerados errores de indexación por pseudosimetria y no serán tomados en cuenta para el análisis. En la distribución del tamaño de grano - fracción de área (Figura 4.14) se observa una distribución más uniforme en comparación con los resultados de las probetas anteriores. El tamaño de grano promedio fue de 12µm, por lo que hubo un refinamiento notable del grano.



Figura 4.12.- Distribución del ángulo de desorientaciones de los granos contra fracción numérica, 1008 770° é 0.15-1



Figura 4.13.- Distribución tamaño de grano -fracción numérica, 1008 770° è 0.15<sup>-1</sup>



Figura 4.14.- Distribución tamaño de grano -fracción de área, 1008 770° ċ 0.1s-1

Como puede observarse en la Tabla 4.1 conforme aumenta la velocidad de deformación aumenta el porcentaje de límites de grano de ángulo bajo. También se puede observar un refinamiento de grano en las 2 muestras deformadas y una tendencia a disminuir el tamaño de grano conforme aumenta de velocidad de deformación.

Acoro	Temperatura (°C)	Velocidad de	Ángulo desorientación de los limites		Tamaño de grano
Acero		deformación (s- <sup>1</sup> )	3°<15°	>15°	μm
	770	Sin deformación	2.788 %	97.212 %	18
1008		0.001	36.96 %	63.04 %	18
		0.1	61.18 %	38.82 %	12

Tabla 4.1.- Porcentaje de límites, probeta 1008 770°

#### Fracción recristalizada

Discernir el origen de los granos recristalizados resulta poco trivial, ya que el análisis efectuado por el software (Tango mapping, Suite Channel 5 Oxdorf instruments) no discrimina esta información. Para distinguir los granos recristalizados a partir de granos de austenita que hayan recristalizado y posteriormente transformado a ferrita de los granos de ferrita que hayan recristalizado se utilizó un mapeo construido en base a la textura cristalográfica desarrollada por la recristalización de la austenita y posterior transformación a ferrita (Tabla 2.3) en conjunto con mapeo mostrando la fracción recristalizada. La Figura 4.15 A) es un mapeo EBSD fracción recristalizada en color azul, granos subestructurados color amarillo y en color rojo los granos deformados. Se observa que la mayor parte de la probeta es identificada como granos subestructurados; Sin embargo, se observa una pequeña porción (3% área) correspondiente a grano recristalizados, los cuales se localizan

principalmente en puntos triples y límites de grano. La Figura 4.15 B) es un mapeo EBSD contraste de banda mostrando en color rojo los granos que presentan una orientación cercana a los componentes de textura desarrollados por la recristalización de la austenita Tabla 2.3. Figura 4.15.- Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 770°C  $\dot{\varepsilon}$  0.001  $s^{-1}$ ,  $\varepsilon$  80%. A) Fracción recristalizada, color amarillo granos subestructurados y azul granos recristalizados B) Contraste de banda, color rojo orientaciones cercanas a la textura de recristalización de la austenita.



Figura 4.15.- Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 770°C  $\dot{\epsilon}$  0.001 s<sup>-1</sup>,  $\epsilon$  80%. A) Fracción recristalizada, color amarillo granos subestructurados y azul granos recristalizados B) Contraste de banda, color rojo orientaciones cercanas a la textura de recristalización de la austenita.

Al superponer los de mapeos de la Figura 4.15 se obtuvo la Figura 4.16 en la cual se observa que no todos los granos recristalizados presenta un orientación cercana a la desarrollada por la recristalización de la ferrita y solo aquellos granos que presentan una tonalidad purpura se puede deducir que han recristalizado a partir de austenita. Esto comprueba que puede existir recristalización dinámica en la ferrita bajo estas condiciones de deformación. En este caso la mayor parte de los granos recristalizados no presentan orientaciones cercanas a los componentes de textura desarrollados por la recristalización de la austenita, por lo que se atribuyen a un fenómeno de recristalización de la ferrita.



Figura 4.16.- Superposición de los mapeos de la Figura 4.15

## Función de correlación de desorientaciones (MCF)

A continuación, se muestran las gráficas de la función de correlación de desorientación para las probetas de acero bajo carbono 1008 bajo diferentes condiciones de ensayo. En la Figura **4.17** se observa que en la muestra sin deformación los picos del valor MCF se presentan en valores altos del ángulo de desorientación ( $\theta$ ) y distancias relativamente grandes. En la Figura **4.18** se presenta la MCF para la probeta de acero 1008 deformada a 770°C con una velocidad de deformación de 0.001s<sup>-1</sup> y se puede observar que los valores más altos del factor MCF se presentan a distancias cortas de separación y ángulos menores de desorientación. Lo cual indica que existe una mayor cantidad de granos de tamaño pequeño y con poca desorientación. A si mismo se observa que para el caso de la probeta de acero 1008 deformada a 770°C con una velocidad de deformación de 0.1 s<sup>-1</sup>, Figura 4.19, se observa un comportamiento similar al presentado por la probeta deformada a menor velocidad, tendencia hacia las distancias cortas. Se puede observar la formación de tres picos en las distancias cortas. El pico ubicado cerca de los 10° de desorientación corresponde a la formación de subestructuras, os otros 2 picos pueden identificados a 30° y 60° y corresponden a la recristalización dinámica.



Figura 4.17.- MCF probeta de acero 1008 templada a 770°C sin deformación.



Figura 4.18.- MCF probeta de acero 1008 deformada a 770°C con una velocidad de deformación de 0.001 s<sup>-1</sup>





#### Textura

A continuación, se muestran las figuras de polo 110 obtenidas para las muestras de acero 1008 templadas a 770° sin deformación y bajo diferentes velocidades de deformación. En la Figura 4.20 se observa que en el caso de la probeta sin deformación no hay una textura particular. Al observas las figuras de polo de las probetas deformadas  $\dot{\varepsilon}$  0.001 y  $\dot{\varepsilon}$  0.1 (Figura 4.21 y Figura 4.22 correspondientemente) componentes de textura formados corresponden a los generados por esfuerzos de corte en materiales BCC (Tabla 2.6). Se observa que al aumentar la velocidad de deformación la textura desarrollada es más intensa.



Figura 4.20.- Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C sin deformación marcando en color rojo los componentes tipos de corte para materiales FCC y en color azul los componentes de textura tipos para materiales BCC



Figura 4.21.- Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C 0.001 s<sup>-1</sup> marcando en color rojo los componentes tipos de corte para materiales FCC y en color azul los componentes de textura tipos para materiales BCC



Figura 4.22.- Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C 0.1 s<sup>-1</sup> marcando en color rojo los componentes tipos de corte para materiales FCC y en color azul los componentes de textura tipos para materiales BCC

#### 4.1.2 Acero 1008 - 815°C

De manera similar a lo observado en la probeta 770°C en la probeta a 815°C se observa que la microestructura "inicial" (probeta sin deformación, templada a 815°C, Figura 4.23) está compuesta principalmente granos equiaxiales de ferrita con algunos granos de perlita irregular. En la Figura 4.24 se muestran las microestructuras de las probetas de acero 1008 templadas a 815°C y deformadas a distintas velocidades en conjunto con las curvas esfuerzo deformación obtenidas experimentalmente y las obtenidas con el modelo propuesto por J. Cancio [1]. Las muestras deformadas presentan una microestructura formada por granos de ferrita finos con algunos granos de ferrita de mayor tamaño y perlita irregular con ferrita widmanstätten. En todas las muestras existe refinamiento de grano en comparación con el estado "inicial", entre mayor es la velocidad de deformación mayor es el grado de refinamiento.

Respecto al comportamiento de las curvas esfuerzo deformación en todas las curvas experimentales (color rojo) se observa un aumento del esfuerzo de flujo, la pendiente de esta curva disminuye conforme aumenta la deformación hasta llegar a un máximo ( $\sigma_{pico}$  & ε<sub>pico</sub>) a partir del cual se notan 2 comportamientos en las curvas obtenidas. En primera instancia en la curva con la menor velocidad de deformación se forma una meseta y el esfuerzo de flujo permanece relativamente constante a lo largo del ensayo. Este comportamiento corresponde a materiales que solo presentan recuperación dinámica, como era de esperar considerando que la mayor parte de la microestructura está compuesta por ferrita. Sin embargo; en los ensayos realizados a mayor velocidad de deformación se advierte un comportamiento diferente ya que después de esfuerzo máximo en lugar de formar una meseta en la curva, hay una disminución del esfuerzo de flujo. Existe una cierta tendencia a la formación de un pico en la curva  $\sigma$ - $\epsilon$  al aumentar la velocidad de deformación. Está disminución del esfuerzo de flujo puede ser atribuida a: recristalización dinámica o Transformación dinámica. Otro aspecto interesante por destacar es el aparente incremento en el error de la curva construida a partir del modelo propuesto en [1] con el aumento de la velocidad de deformación.



Figura 4.23.- Micrografía de acero 1008 templado a 815°C sin deformación



Figura 4.24.- A) C) E) micrografías de acero 1008 deformado 80% a 815°C a diferentes velocidades de deformación  $\dot{E}$  B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1008 815° diferentes velocidades de deformación, color rojo curva experimental (E) y color azul curva modelada (I)

#### EBSD

Utilizando análisis con EBSD es posible conocer el grado de desorientación de los granos y por tanto se pueden distinguir los límites de ángulo bajo y alto. En la Figura 4.25 se muestran mapeos de EBSD para las muestras de acero 1008 templada a 815° sin deformación y deformadas 80% a diferentes velocidades de deformación. La parte A) de las figuras es una reconstrucción de grano en la cual los granos son coloreados con un color arbitrario, la tolerancia para la desorientación en la reconstrucción del grano fue de 15°. La parte B) de las figuras muestras los limites ángulo alto ( $\theta$ >15°) en color azul y límites de ángulo bajo ( $2<\theta<15^\circ$ ) en color rojo. En la Figura 4.25 B se presentan mayormente límites de ángulo alto (Azul). La probeta ensayada con una velocidad de deformación de 0.001 s<sup>-1</sup> presenta aumento en la cantidad de límites de ángulo bajo (Figura 4.26 B). El desarrollo de subestructura indica la operación de un fenómeno de recuperación dinámica. La reconstrucción de granos muestra (Figura 4.26 A) que la estructura está compuesta por granos deformados de ferrita con la formación de granos más pequeños en los límites de grano.

En la probeta deformada a 0.1 s<sup>-1</sup> presenta un aumento considerable en la cantidad de límites de ángulo alto y ángulo bajo (Figura 4.27 B). De igual manera que en el caso anterior el desarrollo de subestructura indica la operación de DRV durante la deformación. El notable aumento en la cantidad de límites de grano en conjunción con la reconstrucción de granos (Figura 4.27B) muestra mayor refinamiento de grano que la probeta deformada a menor velocidad de deformación. La disminución del tamaño de grano puede ser atribuida a transformación inducida por deformación en conjunto con recristalización dinámica continua de la ferrita.



Figura 4.25.- mapeos EBSD acero 1008 815°C sin deformación A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B) limites ángulo alto azul (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°)



Figura 4.26.- mapeos EBSD acero 1008 815° ἑ 0.001s<sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B) limites ángulo alto azul (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°)



Figura 4.27.- mapeos EBSD acero 1008 815° έ 0.1s<sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B) limites ángulo alto azul (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°)

En la Figura 4.28 se muestra un mapeo de EBSD de desorientación local de la muestra de acero 1008 deformada a 815°C con una velocidad de 0.001 s<sup>-1</sup>. En ésta se puede observar que existe una estructura celular de dislocaciones con un ángulo menor a 2, lo cual indica que el proceso de recuperación dinámica está en proceso y no se ha completado totalmente. A demás se pueden ver algunos granos que presentan serraciones; ésto indica la movilidad de límites de grano de ángulo alto. También se observa que algunos límites de grano de ángulo alto están inmersos en la subestructura lo cual indica que recristalización fue parcial.



Figura 4.28.- Mapeo EBSD acero 1008 815 °C 0.001 s<sup>-1</sup>, desorientación local, limites ángulo alto negro ( $\vartheta$ >15°) y límites de ángulo bajo rojo (2< $\vartheta$ <15°), step 0.03µm.

En la Figura 4.29 se observa que en la muestra de acero 1008 templadas a 815°C sin deformación existe una gran cantidad de granos menores a 3 micras, sin embargo estos son atribuidos a errores de indexación o pseudosimetria, lo cual puede comprobarse al observa la Figura 4.30 donde se observa que la mayor parte del área está compuesta por grano grandes (mayores a 14µm). El tamaño de grano promedio fue de 21µm.



Figura 4.29.- Distribución de tamaño de grano-fracción numérica, 1008 815°C sin deformación



Figura 4.30.- Distribución de tamaño de grano- fracción de área, 1008 815°C Sin deformación

Analizando la distribución del ángulo de desorientación Figura 4.31 se observa predominancia de límites de ánulos alto; sin embargo, se puede observar también que hay una cantidad considerable de límites de ángulo bajo. Esto muestra la tendencia a la formación de subestructura al aplicar deformación.



Figura 4.31.- Distribución de desorientaciones-Fracción numérica, 1008 815°C ċ 0.1 s<sup>-1</sup>

La Figura 4.32 muestra que la mayoría de los granos reconstruidos son granos pequeños (menores de 10µm), lo cuales se encuentran en los límites de grano. A pesar de gran cantidad de granos pequeños en la Figura 4.33 se puede observar que la mayor parte del área de esta compuesta por granos grandes (mayores de 15µm). el tamaño promedio de grano es de 15 µm.



Figura 4.32.- Distribución del tamaño de grano-fracción numérica, 1008 815°C ċ 0.1 s-1



Figura 4.33.- Distribución del tamaño de grano-fracción de área, 1008 815°C  $\dot{\varepsilon}$  0.1 s<sup>-1</sup>

Analizando la distribución de ángulo de desorientación Figura 4.34 se observa una ligera tendencia hacia los límites de grano de ángulo bajo lo cual indica que al aumentar la velocidad de deformación incrementa la tendencia para la formación de subestructuras. Se observa una distribución de desorientación más homogénea conforme aumente la velocidad de deformación.



Figura 4.34.- Distribución de desorientaciones-fracción numérica, 1008 815°C ċ 0.001 s--

La Figura 4.35 muestra que existe una gran dispersión de granos de tamaño pequeño (menores a 10µm). En la Figura 4.36 muestra que en la fracción de área hay una tendencia de predominancia de granos menores a 10µm; sin embargo, la distribución es más homogénea en comparación con lo observado a menores velocidades de deformación. El tamaño promedio de los granos es de 13 µm.



Figura 4.35.- Distribución tamaño de grano-fracción numérica, 1008 815°C è 0.001 s<sup>-1</sup>



Figura 4.36.- Distribución tamaño de grano-fracción de área, 1008 815°C  $\dot{\varepsilon}$  0.1 s<sup>-1</sup>

En la Tabla 4.2 se puede observar que el porcentaje de los límites de grano de ángulo bajo aumentan considerablemente en las muestras deformadas y se presentan en porcentajes mayores al aumentar la velocidad de deformación. El tamaño promedio de los granos también disminuye en las 2 muestras deformadas obteniéndose un menor tamaño de grano en la muestra deformada a mayor velocidad.

Acero	Temperatura (°C)	Velocidad de	Ángulo de desorientación		Tamaño de grano
		deformación (s-¹)	3°<15°	>15°	μm
1008	815	SD	2.788	97.212	21
		0.001	33.97	66.03	15
		0.1	58.57	41.43	13

Tabla 4.2.- Porcentajes de limites

## Fracción recristalizada

La Figura 4.37 A) muestra un mapeo EBSD mostrando la fracción recristalizada en color azul, los granos subestructurados en color amarillo y los granos deformados en color rojo. Se observa que la mayor parte de la probeta está compuesta por granos subestructurados y la fracción recristalizada corresponde solo al 10.27% del área total. La Figura 4.37 B) muestra un mapeo EBSD de contraste de bando y de color rojo se marcan los granos que tienen una orientación cercana a los componentes de textura desarrollados por la recristalización de la austenita y posterior transformación a ferrita Tabla 2.3.



Figura 4.37.- Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 815°C  $\dot{\varepsilon}$  0.001 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon$  80%. A) Fracción recristalizada, color amarillo granos subestructurados y azul granos recristalizados B) Contraste de banda, color rojo orientaciones cercanas a la textura de recristalización de la austenita

Con objetivo de discernir el origen de los granos recristalizados. Se realizó una superposición de los mapeos de la Figura 4.37 como se observa en la Figura 4.38 no todos los granos recristalizados (Color azul) corresponden con los granos con orientaciones cercanas a los componentes de textura desarrollados por la DRX de  $\gamma$ . Únicamente los granos con tonalidad purpura pueden ser atribuidos a la recristalización dinámica y el resto de los granos recristalizados son atribuidos a la recristalización dinámica de la ferrita.



Figura 4.38.- superposición de los mapeos de la Figura 4.37

La Figura 4.39 A) presenta un mapeo EBSD de la fracción recristalizada mostrando en color azul los granos recristalizados, color amarillo los granos subestructurados y en color rojo los

granos deformados. Se observa que la mayor parte de la microestructura está compuesta por granos subestructurados y la fracción recristalizada solamente representa el 13.28% del área total. La Figura 4.40 es un mapeo de contraste de banda marcando de color rojo los granos que tienen orientaciones cercanas a los componentes de textura desarrolladas



Figura 4.39.- Mapeos EBSD probeta acero 1008 deformada a 815 °C  $\doteq$  0.1 s<sup>-1</sup>,  $\epsilon$  80%. A) Fracción recristalizada, color amarillo granos subestructurados y azul granos recristalizados B) Contraste de banda, color rojo orientaciones cercanas a la textura de recristalización de la austenita

De igual manera que en la probeta deformada a 0.001 s<sup>-1</sup> con objetivo de discernir el origen de los granos recristalizados. Se realizó una superposición de los mapeos de la Figura 4.39 como se observa en la Figura 4.40 no todos los granos recristalizados (Color azul) corresponden con los granos con orientaciones cercanas a los componentes de textura desarrollados por la DRX de  $\gamma$ . Únicamente los granos con tonalidad purpura pueden ser atribuidos a la recristalización dinámica  $\gamma$  el resto de los granos recristalizados son atribuidos a la recristalización dinámica de la ferrita.



Figura 4.40.- Superposición de los mapeos de la Figura 4.39

La Figura 4.41 muestra un mapeo de la probeta de acero 1008 deformada a 815°C con una velocidad de deformación  $\dot{c}$  0.001 s<sup>-1</sup> mostrando en color azul la fracción recristalizada y en como amarillo los granos subestructurados. En esta se observa que la mayor parte de la microestructura está compuesta por granos subestructurados. La mayoría de los granos recristalizados están ubicados en los límites de grano y puntos triples.



Figura 4.41.- Mapeo EBSD acero 1008 815°C 0.001s<sup>-1</sup>, desorientación local, limites ángulo alto negro (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°), step 0.03µm.

#### Función de correlación de desorientaciones (MCF)

En la Figura 4.42 presenta la MCF para la probeta de acero 1008 templada a 815°C sin deformación. Se observan valores altos del factor MCF en ángulos de desorientación ( $\theta$ ) y distancias relativamente grandes. En la Figura 4.43se presenta la MCF para la probeta de acero 1008 deformada a 815°C con una velocidad de deformación de 0.001s<sup>-1</sup> y se puede observar que los valores más altos del factor MCF se presentan a distancias cortas de separación y ángulos menores de desorientación. Lo cual indica que existe una mayor cantidad de granos de tamaño pequeño y con poca desorientación. A si mismo se observa que para el caso de la probeta de acero 1008 deformada a 815°C con una velocidad de deformación de 0.1 s<sup>-1</sup>, Figura 4.44, se observa un comportamiento similar al presentado por la probeta deformada a menor velocidad, tendencia hacia las distancias cortas. Se puede observar la formación de tres picos en las distancias cortas. El pico ubicado cerca de los 10° de desorientación corresponde a la formación de subestructuras, os otros 2 picos pueden identificados a 30° y 60° y corresponden a la recristalización dinámica. Se puede observar que para las muestras deformadas el valor del factor MCF disminuye, lo cual es característico al presentarse formación de subestructuras y recristalización dinámica.



Figura 4.42.- MCF probeta de acero 1008 templada a 815°C sin deformación.



Figura 4.43.- MCF probeta de acero 1008 deformada a 815°C con una velocidad de deformación de 0.001 s<sup>-1</sup>



Figura 4.44.- MCF probeta de acero 1008 deformada a 770°C con una velocidad de deformación de 0.1 s<sup>-1</sup>

#### Textura

A continuación, se muestran las figuras de polo 110 obtenidas para las muestras de acero 1008 templadas a 815°C sin deformación y bajo diferentes velocidades de deformación. En la Figura 4.45 se observa que en el caso de la probeta sin deformación no hay una textura particular. Al observas las figuras de polo de las probetas deformadas  $\dot{\varepsilon}$  0.001 y  $\dot{\varepsilon}$  0.1 (Figura 4.46 y Figura 4.47 correspondientemente) componentes de textura formados corresponden a los generados por esfuerzos de corte en materiales BCC (Tabla 2.6). Se observa que al aumentar la velocidad de deformación la textura desarrollada es más intensa.



Figura 4.45.- Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C sin deformación marcando en color rojo los componentes tipos de corte para materiales FCC y en color azul los componentes de textura tipos para materiales BCC



Figura 4.46.- Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C sin deformación marcando en color rojo los componentes tipos de corte para materiales FCC y en color azul los componentes de textura tipos para materiales BCC



Figura 4.47.- Figura de polo 110 de los datos de EBSD de la probeta de acero 1008, 770°C sin deformación marcando en color rojo los componentes tipos de corte para materiales FCC y en color azul los componentes de textura tipos para materiales BCC

#### 4.1.3 Acero 1035- 770°C

En el caso del acero medio carbono 1035 como se puede observar en la Figura 4.48 la microestructura "inicial" es compuesta por ferrita widmanstätten con algunos granos de ferrita alotriomórfica en una martensítica. La presencia de la ferrita widmanstätten indica que la probeta tuvo un grado sobreenfriamiento alto.



Figura 4.48.- Micrografía de acero 1035 templada a 770°C sin deformación

En la Figura 4.49 se muestran las micrografías las probetas de acero 1035 deformadas 80% a 770° a diferentes velocidades de deformación en conjunto con las gráficas esfuerzo deformación mostrando en color rojo la curva experimental y en color azul el modelo desarrollado en [1]. Las probetas deformadas presentan una estructura compuesta por ferrita widmanstätten y ferrita alotriomórfica en una matriz martensítica. Se puede observar que entre mayor sea la velocidad de deformación mayor es el refinamiento de grano. Respecto al comportamiento de las curvas esfuerzo-deformación se puede observar que las curvas experimentales presentan un comportamiento típico de recristalización dinámica, ya que se observa una disminución del esfuerzo de flujo (formación de un pico). A diferencia del caso del acero 1008 (bajo carbono) en este caso el modelo propuesto por J. Cancio [1] tiene buena coherencia con los datos experimentales.



Figura 4.49.- A) C) E) micrografías de acero 1035 deformado 80% a 770°C a diferentes velocidades de deformación B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1035 770°C a diferentes velocidades de deformación, color rojo curva experimental (E) y color azul curva modelada (I)

De los mapeos de EBSD inicialmente contemplados para el acero 1035 solo se pudo obtener uno satisfactoriamente de la probeta deformada a 770° Figura 4.51 a una velocidad de deformación de 0.001 s<sup>-1</sup> en este caso se puede observar que la microestructura está compuesta en su mayoría por límites de grano de ángulo alto y ya que la probeta solo presenta una cantidad limitada de límites de ángulo bajo se determina que no hay un desarrollo de microestructura (12.02% límites de ángulo 3°< $\theta$ >15°), como en las probetas de acero 1008. Esto indica que el refinamiento de grano en este caso puede ser atribuido a la recristalización dinámica de la austenita, que en el caso de este acero a esta temperatura representa el 74% de la microestructura al momento de la deformación según lo calculado teóricamente. (%y considerablemente mayor que para el acero 1008 a la misma temperatura).



Figura 4.50.- mapeos EBSD acero 1035 770° ἑ 0.1s<sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B) Límites ángulo alto azul (ϑ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<ϑ<15°)
## 4.1.4 Acero 1035 785° C

En el caso del acero medio carbono 1035 como se puede observar en la Figura 4.51 la microestructura "inicial" es compuesta por ferrita widmanstätten con algunos granos de ferrita alotriomórfica en una martensítica. La presencia de la ferrita widmanstätten indica que la probeta tuvo un grado sobrenfriamiento alto.



Figura 4.51.- micrografía probeta acero 1035 templada a 785° sin deformación

En la Figura 4.52 se muestran las micrografías las probetas de acero 1035 deformadas 80% a 785° a diferentes velocidades de deformación en conjunto con las gráficas esfuerzo deformación mostrando en color rojo la curva experimental y en color azul el modelo desarrollado en [1]. Las probetas deformadas presentan una estructura compuesta por ferrita widmanstätten y ferrita alotriomórfica en una matriz martensítica. Se puede observar que entre mayor sea la velocidad de deformación mayor es el refinamiento de grano. Respecto al comportamiento de las curvas esfuerzo-deformación se puede observar que las curvas experimentales presentan un comportamiento típico de recristalización dinámica, ya que se observa una disminución del esfuerzo de flujo (formación de un pico). A diferencia del caso del acero 1008 (bajo carbono) en este caso el modelo propuesto por J. Cancio [1] tiene buena coherencia con los datos experimentales. μm



Figura 4.52.- A) C) E) micrografías de acero 1035 deformado 80% a 785°C a diferentes velocidades de deformación B) D) F) graficas esfuerzo deformación probeta 1035 785° a diferentes velocidades de deformación, color rojo curva experimental (E) y color azul curva modelada (I)

De los mapeos de EBSD inicialmente contemplados para el acero 1035 solo se pudo obtener uno satisfactoriamente de la probeta deformada a 770° a una velocidad de deformación de  $0.001 \text{ s}^{-1}$  Figura 4.53 en este caso se puede observar que la microestructura está compuesta en su mayoría por límites de grano de ángulo alto y ya que la probeta solo presenta una cantidad limitada de límites de ángulo bajo se determina que no hay un desarrollo de microestructura, como en las probetas de acero 1008. Esto indica que el refinamiento de grano en este caso puede ser atribuido a la recristalización dinámica de la austenita, que en el caso de este acero a esta temperatura representa el 62% de la microestructura (%y considerablemente mayor que para el acero 1008 a la misma temperatura).



Figura 4.53.- mapeos EBSD acero 1035 785° έ 0.1s<sup>-1</sup> A) Reconstrucción de grano (límites de color negro) B) limites ángulo alto azul (θ>15°) y límites de ángulo bajo rojo (2<θ<15°)

En la Tabla 4.3 se puede observar que en las 2 temperaturas analizadas el acero medio carbono 1035 deformadas a una velocidad de 0.1 s<sup>-1</sup> hay una predominancia de los límites de grano de ángulo alto. Esto indica que para el caso del acero 1035 la formación de subestructuras es muy limitada esto puede ser atribuido a los porcentajes de fases presentes en este acero a la temperatura de ensayo. A 770°C la microestructura del acero 1035 presenta el 62% de austenita y a 815°C el porcentaje de austenita es de 73%.

Temperatura (°C)	3°<θ<15°	θ>15°
770	12.03	87.97%
785	13.08	86.92

Tabla 4.3 Porcentale de limites en el acero 1035 8 0.1 s = diferentes temperatura
---

## Capítulo 5 Conclusiones

- 1. Se ha realizado un estudio detallado de la microestructura obtenida en muestras de acero bajo y medio carbono deformadas en la zona intercrítica (zona bifásica  $\gamma$ - $\alpha$ ) a diferentes temperaturas y velocidades de deformación  $\dot{\varepsilon}$ . Para realizar este estudio se utilizaron micrografías ópticas y análisis con EBSD. Conclusiones generales:
  - a) En ambos aceros se observó un refinamiento de grano al aumentar la velocidad de deformación.
  - b) En los aceros bajo carbono 1008 se observó el desarrollo de subestructura, lo cual indica que existe un fenómeno de recuperación dinámica de la ferrita activo durante la deformación.
  - c) En los aceros bajo carbono 1008 el análisis de la fracción recristaliza reveló la presencia de granos recristalizados.
  - d) La disminución en el valor del factor MCF en las muestras deformadas indica la presencia de subestructuras y recristalización dinámica.
  - e) A partir del porcentaje de ferrita durante la deformación y la discrepancia de los granos recristalizados con las orientaciones ideales para la recristalización de la ferrita se determinó que la mayoría de los granos recristalizados provienen de recristalización de la ferrita.
  - f) En base a la fracción recristalizada calculada y a los mapeos de reconstrucción de grano y límites de grano se determinó que la recristalización ocurre de únicamente de manera parcial.
- 2. Los análisis de textura revelaron que se presentan componentes propios de esfuerzos de corte en el acero, esto indica que el grado de abarrilamiento en la probeta generó una distribución de la deformación heterogénea y que los análisis de EBSD fueron realizados cerca del centro de las probetas. Adicionalmente, la intensidad de la textura aumenta conforme aumenta la velocidad de deformación.
- Las curvas esfuerzo deformación en el acero 1008 presentan una disminución del esfuerzo de flujo con el aumento de la velocidad de deformación (después del punto máximo), lo cual es típico de material que presenta recristalización dinámica.

- 4. Considerando la información obtenida en bibliografía, las características microestructurales observadas y el comportamiento de las curvas esfuerzo-deformación, se ha determinado que el refinamiento de grano y la disminución en el esfuerzo de flujo observado en las probetas de acero bajo carbono 1008 puede ser atribuido al efecto de la recristalización dinámica continua de la ferrita (parcial) en conjunto con la transformación inducida por deformación.
- 5. Para el caso del acero medio carbono 1035 en base a las características microestructúrales y el comportamiento de las curvas esfuerzo-deformación se ha determinado que el refinamiento de grano y la disminución en el esfuerzo de flujo observado en las probetas deformadas es atribuido a la recristalización dinámica austenita.

## Recomendaciones

En base los resultados obtenidos se proponen los siguientes estudios para verificar el grado de recristalización dinámica en aceros bajo carbono durante deformación en caliente.

- Realizar ensayos de compresión plana donde se puede asegurar una deformación homogénea en la probeta.
- Realizar pruebas con mayores porcentajes de deformación
- Realizar pruebas a velocidades de deformación más altas que las utilizadas en este trabajo.
- Prevenir los problemas de pseudosimetría
- Considerar los efectos de la recristalización dinámica de la ferrita en los modelos predictivos

## Bibliografía

[1] Juan Cancio Jiménez Lugo, Modelado de deformación en caliente de aceros bajo carbono en la zona intercrítica, (2017).

[2] Y. MATSUMURA, H. YADA, Evolution of Ultrafine-grained Ferrite in Hot Successive Deformation, Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. 27 (1987) 492-498.

[3] H. Yada, C. Li, H. Yamagata, Dynamic γ→α Transformation during Hot Deformation in Iron–Nickel–Carbon Alloys, ISIJ Int. 40 (2000) 200-206.

[4] P.J. Hurley, P.D. Hodgson, Effect of process variables on formation of dynamic strain induced ultrafine ferrite during hot torsion testing, Materials Science and Technology. 17 (2001) 1360-1368.

[5] K. Huang, R.E. Logé, A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials, Materials & Design. 111 (2016) 548-574.

[6] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, Progress in Materials Science. 60 (2014) 130-207.

[7] S. GOHDA, K. WATANABE, Y. HASHIMOTO, Effects of the Intercritical Rolling on Structure and Properties of Low Carbon Steel, Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. 21 (1981) 6-15.

[8] R.Z. Wang, T.C. Lei, Dynamic recrystallization of ferrite in a low carbon steel during hot rolling in the (F+A) two-phase range, Scripta Metallurgica et Materialia. 31 (1994) 1193-1196.

[9] H.R. Abedi, A. Zarei Hanzaki, Z. Liu, R. Xin, N. Haghdadi, P.D. Hodgson, Continuous dynamic recrystallization in low density steel, Materials & Design. 114 (2017) 55-64.

[10] E. Essadiqi, J.J. Jonas, Effect of deformation on the austenite-to-ferrite transformation in a plain carbon and two microalloyed steels, Metallurgical Transactions A. 19 (1988) 417-426.

[11] Z. Xiong, A. Saleh, A. Kostryzhev, E. Pereloma, Strain-Induced Ferrite Formation and its Effect on Mechanical Properties of a Dual Phase Steel Produced using Laboratory Simulated Strip Casting, 2017.

[12] Narayan Murty, Shiro Torizuka, Kotobu Nagai, Takayoshi Kitai, Yasuo Kogo, Dynamic recrystallization of ferrite during warm deformation of ultrafine grained ultra-low carbon steel, Scripta Materialia. 53 (2005) 763-768.

[13] R.E.L. K. Huang, A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials, Materials & Design. 111 (2016) 548-574.

[14] M.R. Barnett, G.L. Kelly, P.D. Hodgson, Inferring dynamic recrystallization in ferrite using the kinetics of static recrystallization, Metallurgical and Materials Transactions A. 33 (2002) 1893-1900.

[15] S. Solhjoo, Determination of Critical Strain for Initiation of Dynamic Recrystallization, 2010.

[16] G. E. Kodzhaspirov, M. L. Terentyev, Modeling the dynamically recrystallized grain size evolution of a superalloy, Materials Physics and Mechanis. 13 (2012) 70-76.

[17] S. Solhjoo, Determination of flow stress and the critical strain for the onset of dynamic recrystallization using a hyperbolic tangent function, Materials & Design (1980-2015). 54 (2014) 390-393.

[18] S. Saadatkia, H. Mirzadeh, J. Cabrera, Hot deformation behavior, dynamic recrystallization, and physically-based constitutive modeling of plain carbon steels, Materials Science and Engineering: A. 636 (2015) 196-202.

[19] P.D. Hodgson, M.R. Hickson, R.K. Gibbs, Ultrafine ferrite in low carbon steel, Scripta Materialia. 40 (1999) 1179-1184.

[20] H. Dong, S. Xinjun, Deformation Induced Ferrite Transformation in Low Carbon Steels, 2005.

[21] V. Basabe, J. Jonas, H. Mahjoubi, Dynamic Transformation of a Low Carbon Steel at Temperatures Above the Ae3, 2011.

[22] A. Mohamadizadeh, A. Zarei-Hanzaki, A. Kisko, D. Porter, Ultra-fine grained structure formation through deformation-induced ferrite formation in duplex low-density steel, Materials & Design. 92 (2016) 322-329.

[23] W. Yu-Qing, S. Xin-Jun, D. Han, Overview on the Theory of Deformation Induced Ferrite Transformation, 2005.

[24] C. Zener, J. Hollomon H., Effect of Strain Rate upon Plastic Flow of Steel, 1944.

[25] N.D. Ryan, H.J. McQueen, Flow stress, dynamic restoration, strain hardening and ductility in hot working of 316 steel, Journal of Materials Processing Technology. 21 (1990) 177-199.

[26] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 2 - The Deformed State, in: F.J. Humphreys, M. Hatherly (Eds.), Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 11-II.

[27] E.I. Poliak, J.J. Jonas, A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization, Acta Materialia. 44 (1996) 127-136.

[28] E.A. Simielli, S. Yue, J.J. Jonas, Recrystallization kinetics of microalloyed steels deformed in the intercritical region, Metallurgical Transactions A. 23 (1992) 597-608.

[29] F.J. HUMPHREYS, Quantitative metallography by electron backscattered diffraction, Journal of Microscopy. 195 (1999) 170-185.

[30] F.J. Humphreys, Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, J. Mater. Sci. 36 (2001) 3833-3854.

[31] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction, J. Microsc. 213 (2004) 241-246.

[32] B. Beausir, C. Fressengeas, N.P. Gurao, L.S. Tóth, S. Suwas, Spatial correlation in grain misorientation distribution, Acta Materialia. 57 (2009) 5382-5395.

[33] R.K. Ray, J.J. Jonas, Transformation textures in steels, International Materials Reviews. 35 (1990) 1-36.

[34] G. Varela, J.M. Cabrera, Efecto de los contenidos de C, Si y Mn en el comportamiento a fluencia en caliente de aceros de construcción al carbono. Aplicación a la obtención de productos largos, (2012).

[35] P. Rodriguez-Calvillo, A. Boulaajaj, M. Perez-Sine, J. Schneider, J.M. Cabrera, On the hot working of FeSi ferritic steels, Materials Science and Engineering: A. 606 (2014) 127-138.

[36] Y. Bergström, A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha$ -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations, Materials Science and Engineering. 5 (1970) 193-200.

[37] Y. Bergström, B. Aronsson, The Application of a Dislocation Model to the Strain and Temperature Dependence of the Strain Hardening Exponent N in the Ludwik-Hollomon Relation between Stress and Strain in Mild Steels, 1972.

[38] Y. Estrin, H. Mecking, A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models, Acta Metallurgica. 32 (1984) 57-70.

[39] Y. Estrin, Dislocation Theory Based Constitutive Modelling: Foundations and Applications, 1998.

[40] J.J. Jonas, X. Quelennec, L. Jiang, É Martin, The Avrami kinetics of dynamic recrystallization, Acta Materialia. 57 (2009) 2748-2756.

[41] C. Sellars M., J. Whiteman A., Recrystallization and Grain Growth in Hot Rolling, 1979.

[42] L. Longfei, Y. Wangyue, S. Zuqing, Dynamic recrystallization of ferrite in a low-carbon steel, Metallurgical and Materials Transactions A. 37 (2006) 609-619.

[43] **ASM Handbook Volume 8: Mechanical Testing and Evaluation**, Primera edición ed., ASM International, USA, 2000.