

# CAPÍTULO 6

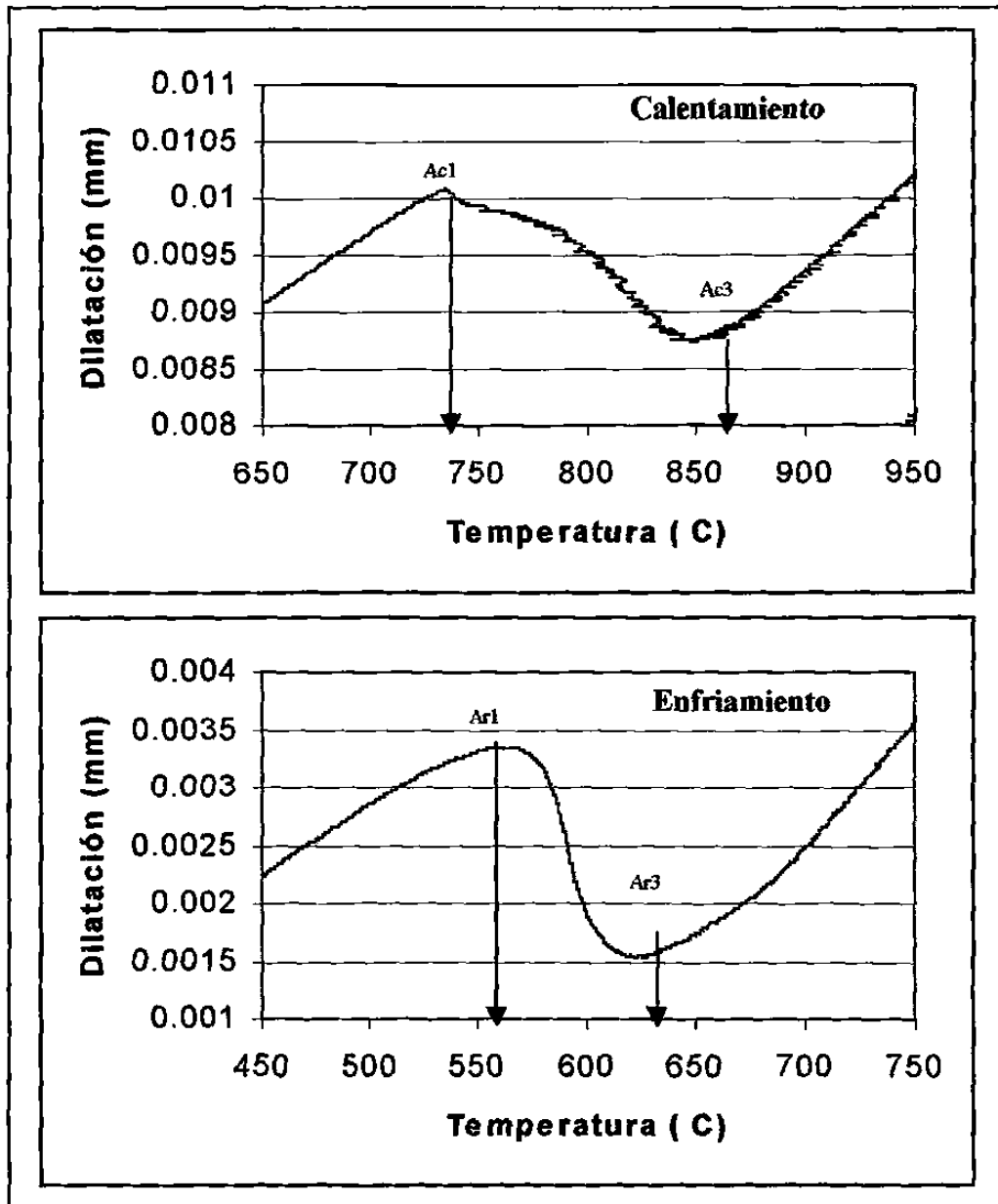
## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 6.1 Dilatometría.

Parte de la experimentación efectuada basada en técnicas de dilatometría fue con el objetivo de conocer las temperaturas críticas de transformación para así diseñar los tratamientos térmicos TRIP. En la Tabla 6.1 se observan los resultados de estos experimentos. La Figura 6.1 presenta porciones de una de las curvas dilatométricas para determinar las temperaturas de transformación Ac1, Ac3, Ar3 y Ar1.

**Tabla 6.1 Temperaturas críticas de transformación para el acero evaluado.**

<b>Transformación</b>	<b>Temperatura °C (<math>\pm 5^{\circ}\text{C}</math>)</b>
Ac1	736
Ac3	859
Ar1	563
Ar3	627



**Figura 6.1** Porciones de curva dilatométrica para determinar temperaturas de transformación: (a) durante el calentamiento y (b) durante el enfriamiento.

Otra parte de los experimentos de dilatometría se usó para construir un diagrama de enfriamiento continuo (CCT), el cual se presenta en la Figura 6.2. En el Apéndice D se encuentran las curvas de enfriamiento continuo donde se localizan las temperaturas de transformación. La información obtenida mediante dilatometría es coincidente con resultados obtenidos en trabajos

previos [1,2]. Sin embargo, al comparar estos resultados con ecuaciones propuestas por otros autores [3-6], se presentan variaciones de hasta 13 °C. Los cálculos utilizando en dichas ecuaciones se observan en Tabla 6.2. Estas variaciones para el cálculo de Ms con respecto a la temperatura detectada mediante dilatometría son debidas al mismo carácter experimental de las ecuaciones propuestas. Otra causa de esta diferencia es el enriquecimiento de la austenita por carbono como resultado del tratamiento intercrítico, el cual se consideró como 0.2% en base a la referencia [10].

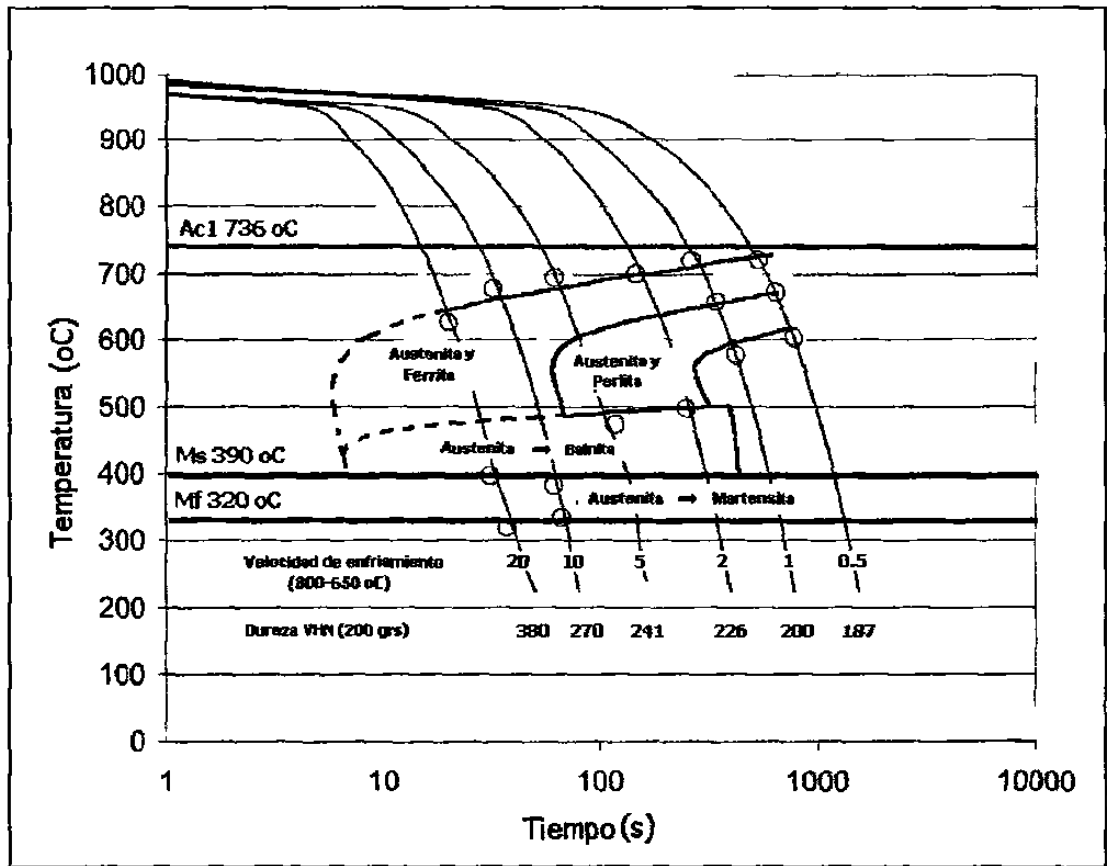
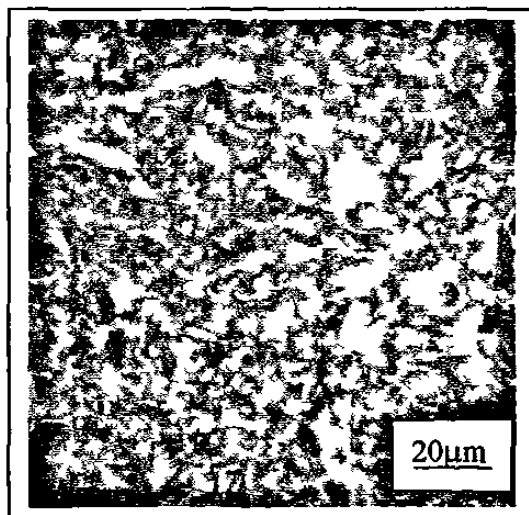


Figura 6.2 Diagrama de enfriamiento continuo para un acero 0.1C - 1.67Mn - 0.78Si.

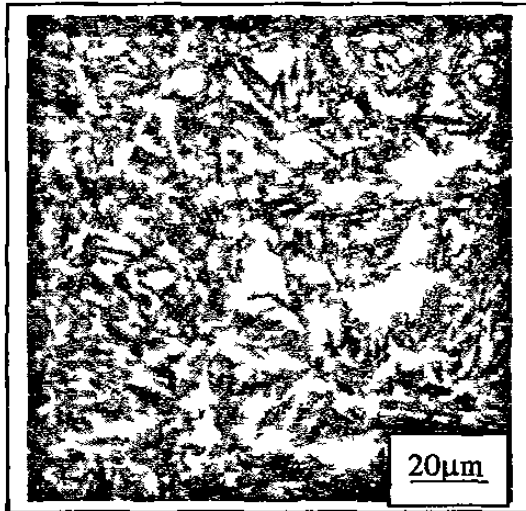
**Tabla 6.2 Comparación de resultados para la determinación de la temperatura Ms, mediante técnicas dilatométricas y de ecuaciones propuestas por diversos autores.**

Autor	Ecuación Propuesta	Cálculo de Ms (°C)
Grange y Stewart [3]	$Ms (^{\circ}F) = 1000 - 650(\%C) - 70(\%Mn) - 35(\%Ni) - 70(\%Cr) - 50(\%Mo)$	401
Andrews [4]	$Ms (^{\circ}C) = 539 - 423(\%C) - 30.4(\%Mn) - 17.7(\%Ni) - 12.1(\%Cr) - 7.5(\%Mo)$	404
Steven y Haynes [5]	$Ms (^{\circ}C) = 561 - 474(\%C) - 33(\%Mn) - 17(\%Ni) - 17(\%Cr) - 21(\%Mo)$	412
Rowland y Lile [6]	$Ms (^{\circ}C) = 500 - 333(\%C) - 34(\%Mn) - 17(\%Ni) - 20(\%Cr) - 11(\%Mo)$	377
Experimentación	Dilatometría	390

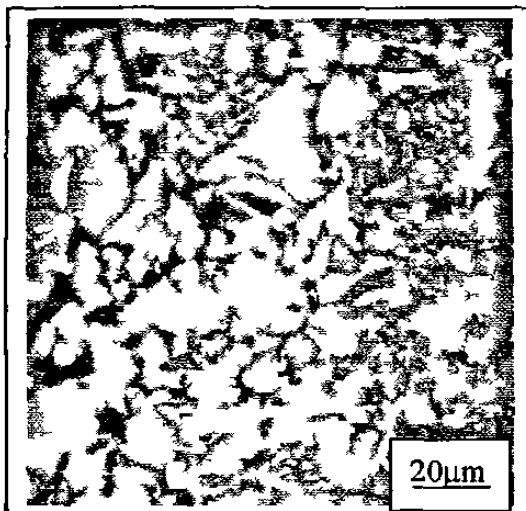
En las Figuras 6.3 a 6.8 se presentan imágenes representativas de las observaciones metalográficas de las muestras en la construcción del diagrama CCT de la Figura 6.2, así como una descripción de la microestructura observada.



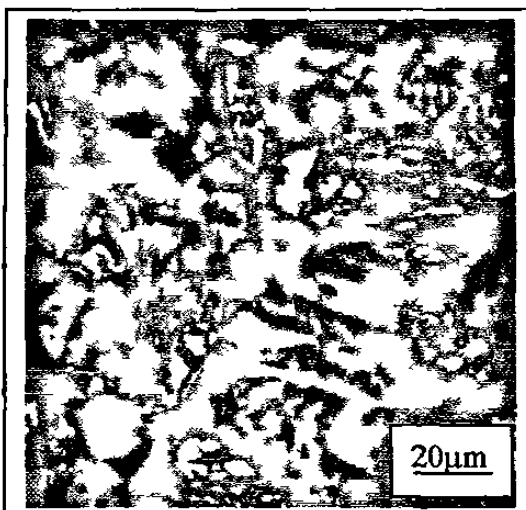
**Figura 6.3 Fotomicrografía de espécimen austenitizado a 1000 °C y enfriado a 20 °C/s hasta temperatura ambiente. Se observa la presencia de austenita retenida y martensita (ambas en amarillo), agujas de bainita y granos de ferrita equiaxial y ferrita acicular. Ataque con agente LePera.**



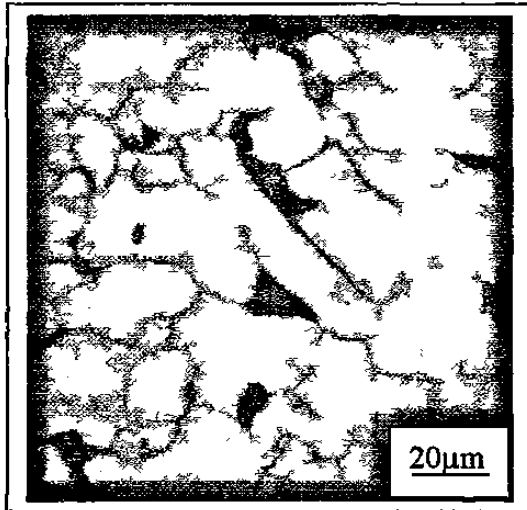
**Figura 6.4** Fotomicrografía de espécimen austenitizado a 1000 °C y enfriado a 10 °C/s hasta temperatura ambiente. Se observa la presencia de austenita retenida y martensita (ambas en amarillo), agujas de bainita y granos de ferrita equiaxial y ferrita acicular. Ataque con agente LePera.



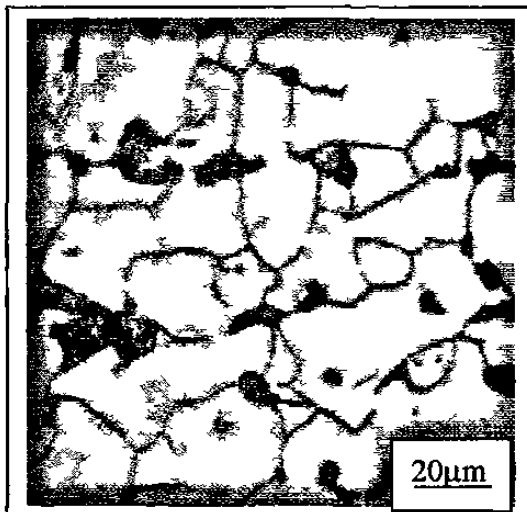
**Figura 6.5** Fotomicrografía de espécimen austenitizado a 1000 °C y enfriado a 5 °C/s hasta temperatura ambiente. Se observa la presencia de austenita retenida (amarillo), islas de perlita, ferrita equiaxial y ferrita acicular. Ataque con agente LePera.



**Figura 6.6** Fotomicrografía de espécimen austenitizado a 1000 °C y enfriado a 2 °C/s hasta temperatura ambiente. Se observa la presencia de austenita retenida (amarillo), islas de perlita y ferrita equiaxial y ferrita acicular. Ataque con agente LePera.



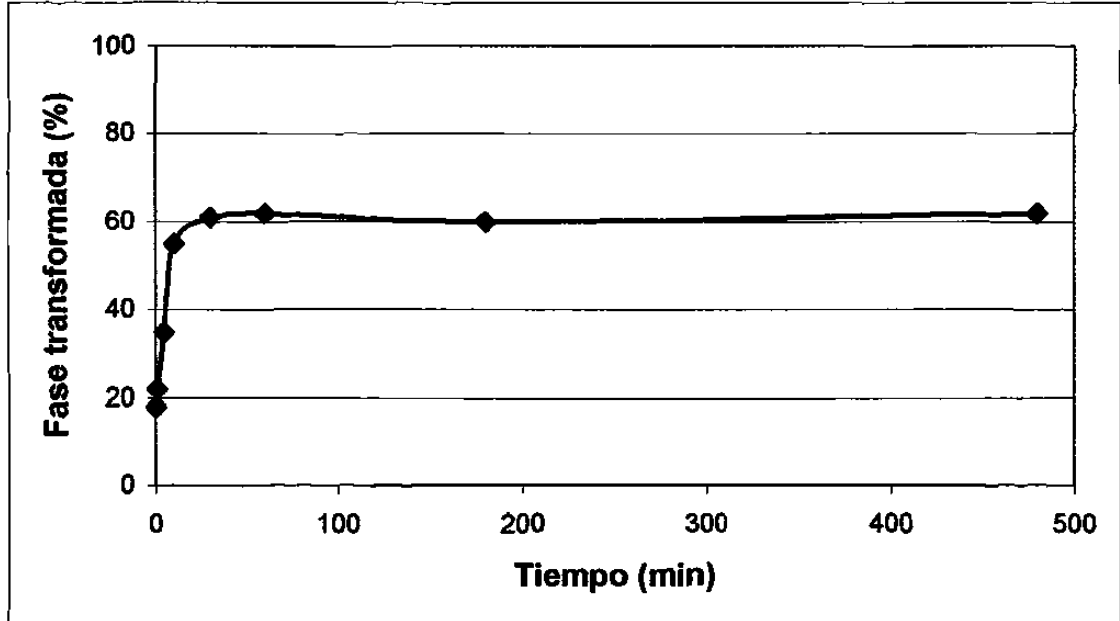
**Figura 6.7** Fotomicrografía de espécimen austenitizado a 1000 °C y enfriado a 1 °C/s hasta temperatura ambiente. Se observa ferrita equiaxial e islas de perlita. Ataque con agente LePera.



**Figura 6.8** Fotomicrografía de espécimen austenitizado a 1000 °C y enfriado a 0.5 °C/s hasta temperatura ambiente. Se observa ferrita equiaxial e islas de perlita. Ataque con agente LePera.

## 6.2 Temperaturas para Etapa Intercrítica.

De acuerdo a lo expuesto en el apartado 5.4, las pruebas de austenitizado permitieron conocer cuál es la cantidad de austenita generada a partir de las zonas perlíticas en la microestructura de la aleación, en función del tiempo de permanencia en la etapa intercrítica. Los resultados se presentan en las Figuras 6.9 y 6.10.

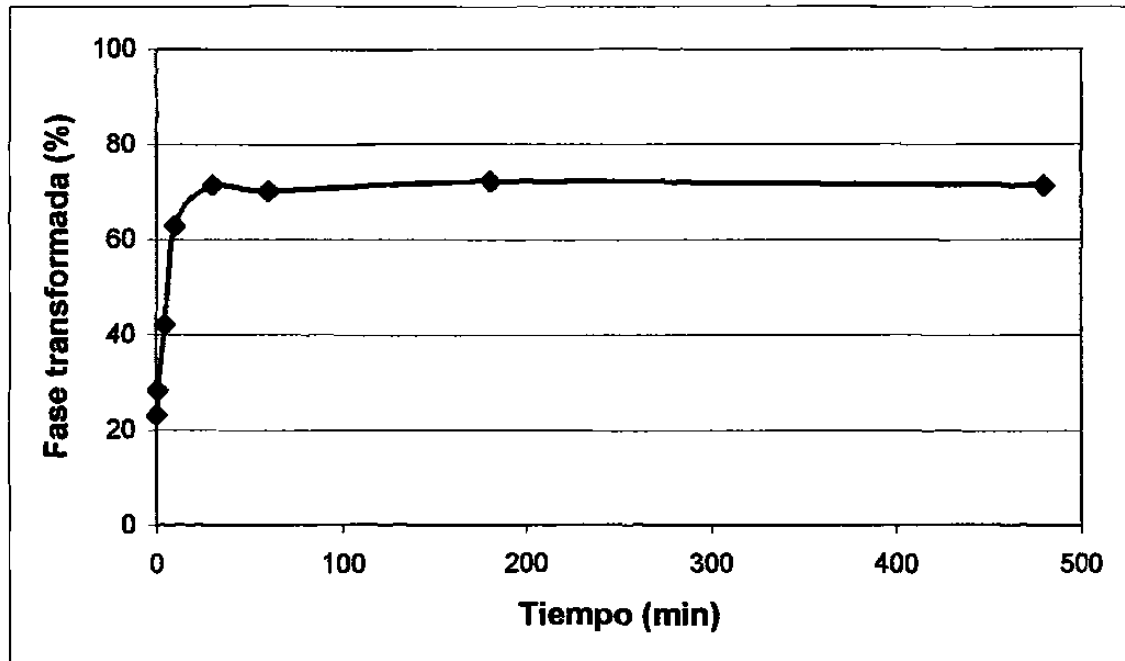


**Figura 6.9** Fracción de austenita transformada en función del tiempo para una temperatura de 760 °C.

Se observó en los especímenes calentados a 760°C, la disolución parcial de la perlita a tiempos tan reducidos como 30 s; sin embargo, es posible considerar que este tiempo no es suficiente para permitir la total disolución de la perlita. En consecuencia, para este tipo de aleación, los granos de austenita tenderán a ser más estables cuando la permanencia en la etapa intercrítica sea de por lo menos 2 minutos. La razón de esto es que se tiene tiempo suficiente para que el carbono pueda ser disuelto y pueda distribuirse homogéneamente en la austenita transformada.

El crecimiento de los granos austenítico alcanza un máximo cuando el tiempo de permanencia es de 60 minutos aproximadamente, para después permanecer prácticamente constante conforme el tiempo transcurre. Bajo estas condiciones, los granos de austenita pueden alcanzar una fracción volumétrica en la microestructura de un 60% aproximadamente. Aunque los granos de austenita son grandes y la distribución de carbono en los mismos tiende a ser

más homogénea, el contenido de este elemento tiende a distribuirse conforme el grano de austenita crece, por lo que si se intenta realizar el ciclo de un tratamiento térmico TRIP, la distribución de carbono en la etapa intercrítica será heterogénea y no permitirá a la austenita estabilizarse en la Epata Isotérmica, por lo que el contenido de ésta será mínimo.



**Figura 6.10** Fracción de austenita transformada en función del tiempo para una temperatura de 780 °C para la aleación evaluada.

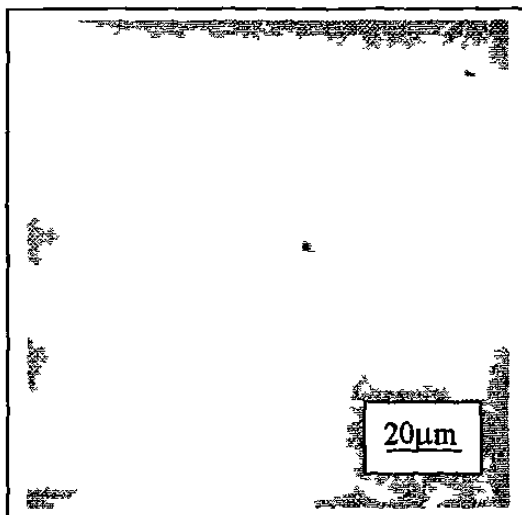
Un comportamiento microestructural similar se observó en los especímenes que fueron llevados a la temperatura de 780 °C. Los contenidos de fase transformada fueron superiores, debido a que a mayores temperaturas intercríticas el contenido de austenita transformada se incrementa, situación que se confirma al considerar la ley de la Palanca [3]. De la misma manera, se observa que un tiempo 5 de minutos es suficiente para disolver los granos de perlita y, que 60 minutos de permanencia a 780 °C permiten a la aleación alcanzar un contenido máximo de granos de austenita en la microestructura que se estabiliza y no crece más.



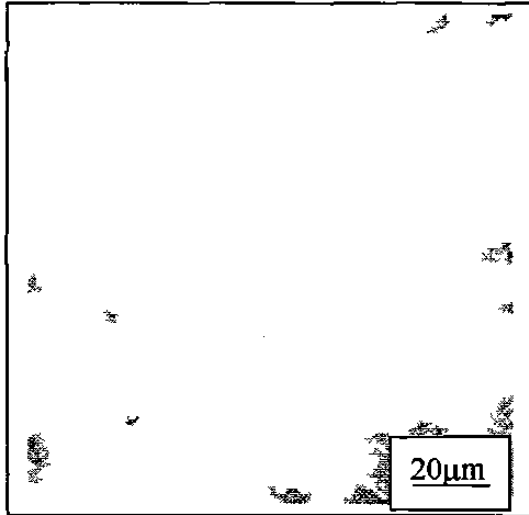
A estas temperaturas y tiempos de permanencia no mayores a 1 minuto, la proporción de austenita formada coincide con el diagrama de fases Fe-Fe<sub>3</sub>C: para un acero con 0.13% de carbono a una temperatura de 760°C, el contenido de austenita debe ser de aproximadamente 14% y de 22% para 780°C. Resultados de metalografía cuantitativa indican 18.2% y 23.2% respectivamente en las muestras que estuvieron 30 s a las temperaturas arriba indicadas.

Conforme el tiempo transcurre a estas temperaturas, se presentan fenómenos de partición del manganeso y del silicio en la aleación que causan que la fracción volumétrica de austenita se incremente hasta un 60% a 760°C y hasta un 74% a 780°C. Así el tamaño de grano austenítico crece de aproximadamente 5 μm hasta 15 μm, incrementándose el contenido de austenita en la microestructura.

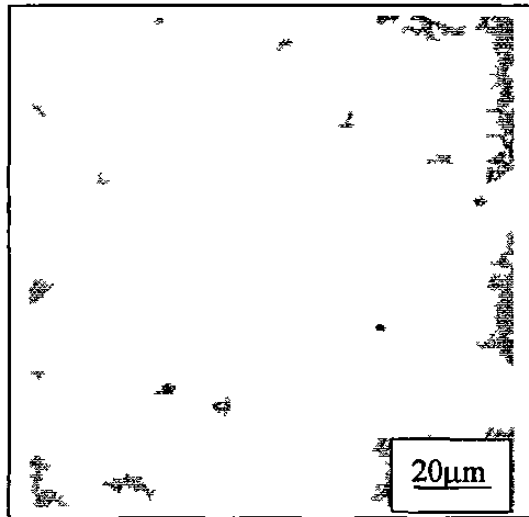
En las Figuras 6.11 a 6.25 se presentan imágenes de las microestructuras obtenidas en las pruebas de austenitización y que fueron utilizadas para construir las gráficas de las Figuras 6.9 y 6.10 mediante metalografía cuantitativa. Asimismo, puede apreciarse el efecto que produce en la microestructura el uso del agente LePera (Figuras 6.11 a 6.17) y de Nital (Figuras 6.18 a 6.25) al revelar la microestructura.



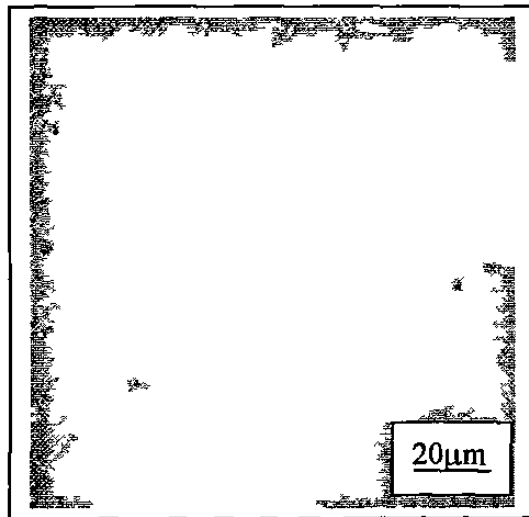
**Figura 6.11** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 30 segundos. Porción de microestructura transformada, 18.2%. Ataque con agente LePera.



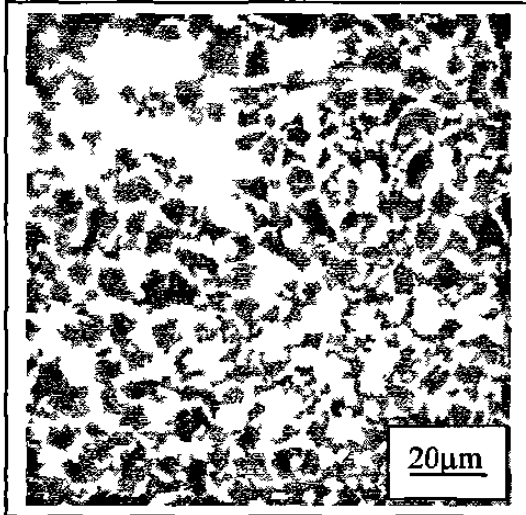
**Figura 6.12** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 1 minuto. Porción de microestructura transformada, 22.3%. Ataque con agente LePera.



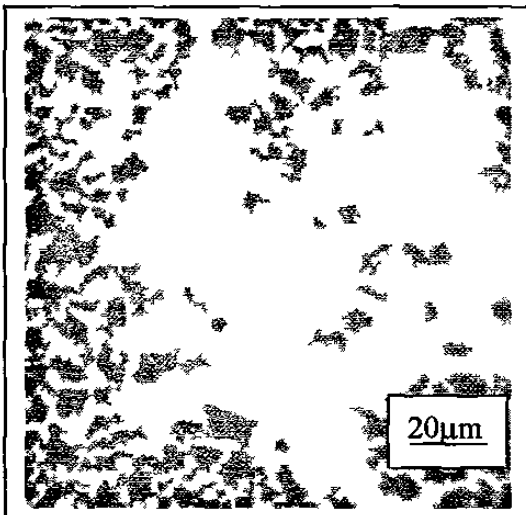
**Figura 6.13** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 5 minutos. Porción de microestructura transformada, 34.7%. Ataque con agente LePera.



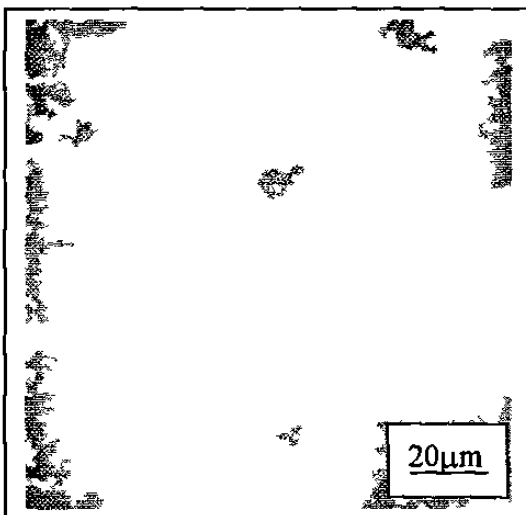
**Figura 6.14** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 10 minutos. Porción de microestructura transformada, 55.3%. Ataque con agente LePera.



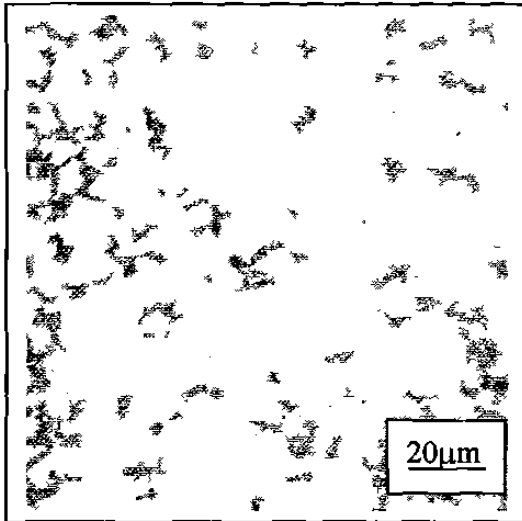
**Figura 6.15** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 30 minutos. Porción de microestructura transformada, 61.2%. Ataque con agente LePera.



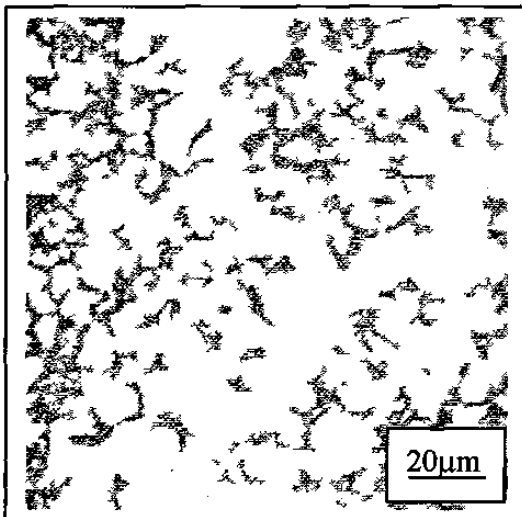
**Figura 6.16** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 1 hora. Porción de microestructura transformada, 62.0%. Ataque con agente LePera.



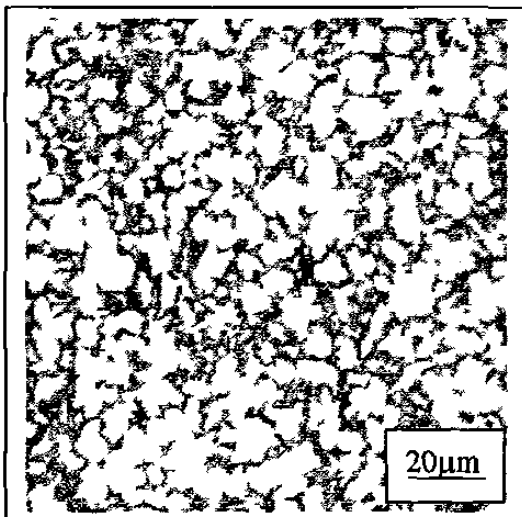
**Figura 6.17** Espécimen austenitizado a 760 °C durante 5 horas. Porción de microestructura transformada, 60.2%. Ataque con agente LePera.



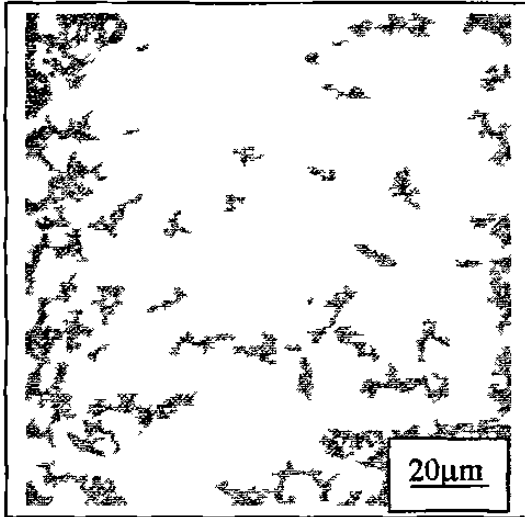
**Figura 6.18** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 30 segundos. Porción de microestructura transformada, 23.2%. Ataque con Nital al 2%.



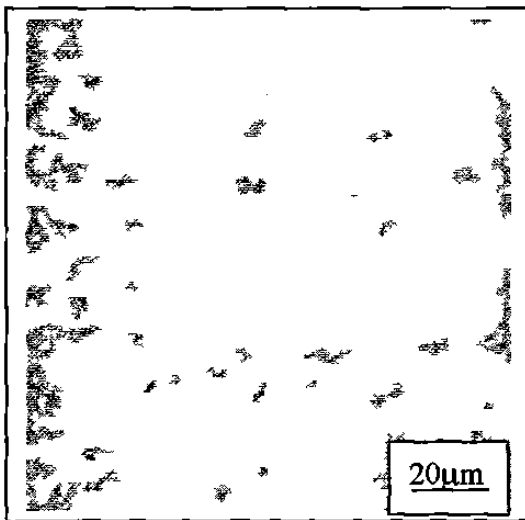
**Figura 6.19** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 1 minuto. Porción de microestructura transformada, 28.3%. Ataque con Nital al 2%.



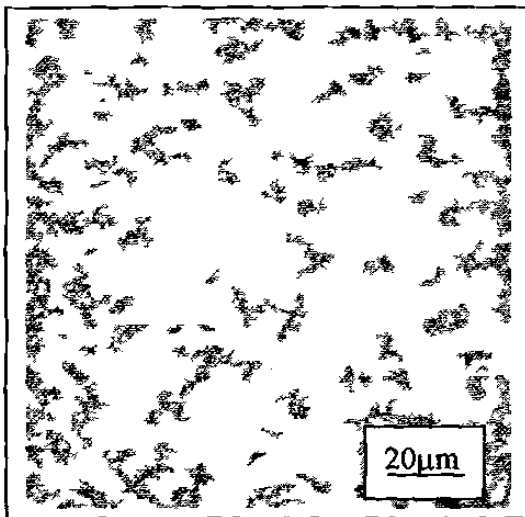
**Figura 6.20** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 5 minutos. Porción de microestructura transformada, 42.1%. Ataque con Nital al 2%.



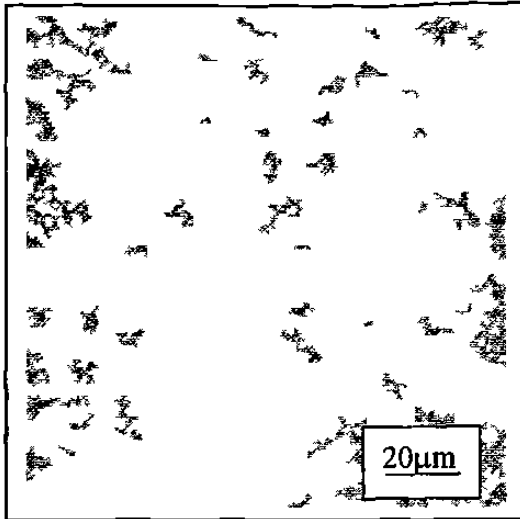
**Figura 6.21** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 10 minutos. Porción de microestructura transformada, 63%. Ataque con Nital al 2%.



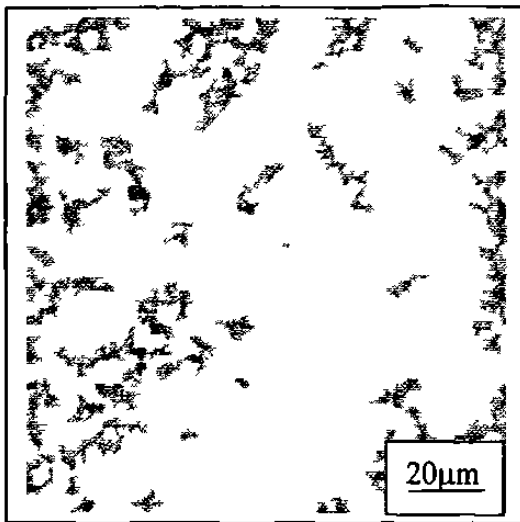
**Figura 6.22** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 30 minutos. Porción de microestructura transformada, 71.5%. Ataque con Nital al 2%.



**Figura 6.23** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 1 hora. Porción de microestructura transformada, 70.3%. Ataque con Nital al 2%.



**Figura 6.24** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 3 horas. Porción de microestructura transformada, 72.4%. Ataque con Nital al 2%.



**Figura 6.25** Espécimen austenitizado a 780 °C durante 8 horas. Porción de microestructura transformada, 71.4%. Ataque con Nital al 2%.

### 6.3 Difracción de Rayos X.

La Figura 6.26 resume los resultados de los tres tipos de tratamientos térmicos TRIP efectuados (apartados 5.5 y 5.6) y su efecto en la generación de austenita retenida. Los difractogramas de los especímenes evaluados se localizan en el Apéndice A de esta tesis. El contenido de la austenita retenida en las microestructuras generadas fue determinado utilizando el método de comparación directa que calcula las intensidades de los picos de difracción

correspondientes a la austenita {2 2 0} y {3 1 1}, y de la ferrita {2 0 0} y {2 1 1} [12]:

$$V_{\gamma} = \frac{\frac{I_{\gamma}^{220}}{1.42I_{\alpha}^{220} + I_{\gamma}^{220}} + \frac{I_{\gamma}^{220}}{0.71I_{\alpha}^{211} + I_{\gamma}^{220}} + \frac{I_{\gamma}^{311}}{1.62I_{\alpha}^{200} + I_{\gamma}^{311}} + \frac{I_{\gamma}^{311}}{0.81I_{\alpha}^{211} + I_{\gamma}^{311}}}{4} \quad (6.1)$$

La fuente de radiación  $\alpha$  fue un ánodo de Mo ( $\lambda = 0,0711$  nm).

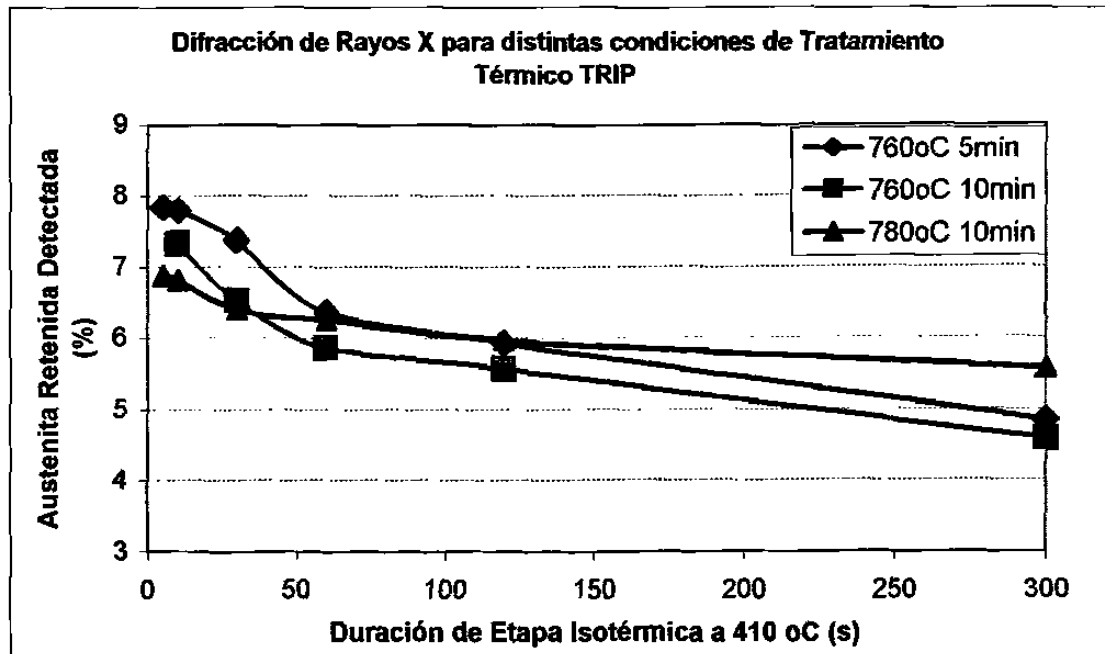


Figura 6.26 Gráfica de contenido de austenita retenida en los especímenes sujetos a diferentes condiciones para tratamiento térmico TRIP.

En la Figura 6.26 se observan tres fenómenos: 1) el efecto de la temperatura en la etapa intercrítica, 2) el efecto del tiempo a esta temperatura en la microestructura y 3) el efecto del tiempo de permanencia en la etapa isotérmica.

Cuando la temperatura intercrítica de la aleación fue elevada a 780°C el contenido máximo de austenita retenida fue de apenas un 7% después de efectuar el tratamiento térmico TRIP. Al utilizar una temperatura de 760 °C en la etapa isotérmica se presenta una mayor tendencia a estabilizar austenita retenida, lo cual se explica por medio de la ley de la palanca [3]. Esto es, a menores temperaturas intercríticas la austenita tiende a presentar un tamaño de grano de unos 5  $\mu\text{m}$  y su concentración de carbono será mayor que en un tamaño de grano austenítico que alcanza un tamaño de hasta 15  $\mu\text{m}$ . Así, las dos series de experimentos realizadas a 760 °C presentan mayores contenidos de austenita retenida que en los especímenes sujetos a 780 °C.

En segundo lugar, el tiempo de permanencia en la etapa intercrítica a 760 °C también afecta la generación de austenita retenida. En las dos series de experimentos realizadas, se observaron mayores contenidos de austenita cuando la aleación permanece 5 minutos en la etapa intercrítica que cuando está expuesta durante 10 minutos a dicha temperatura. La explicación para este efecto se basa en el hecho de que a mayores tiempos de permanencia en la etapa intercrítica, los granos de austenita tienden a incrementar su tamaño. El contenido de carbono en estos granos es el mismo y debe distribuirse conforme el grano de austenita crece, por lo que su concentración es menor. Al disminuir su concentración de carbono la probabilidad de retener austenita disminuye.

El tercer fenómeno es la disminución de austenita retenida en función del tiempo de permanencia en la etapa isotérmica. Las Figuras 6.27 a 6.29 reflejan este comportamiento. La disminución en el contenido de austenita retenida se presenta durante la etapa isotérmica. Conforme la etapa progresa, la saturación de carbono en la austenita debida a la transformación bainítica, promueve la formación de esta estructura. Mientras la aleación se encuentre en esta temperatura (410 °C, para estas series de experimentos) se efectuará la reacción bainítica y el contenido de austenita retenida será cada vez menor.



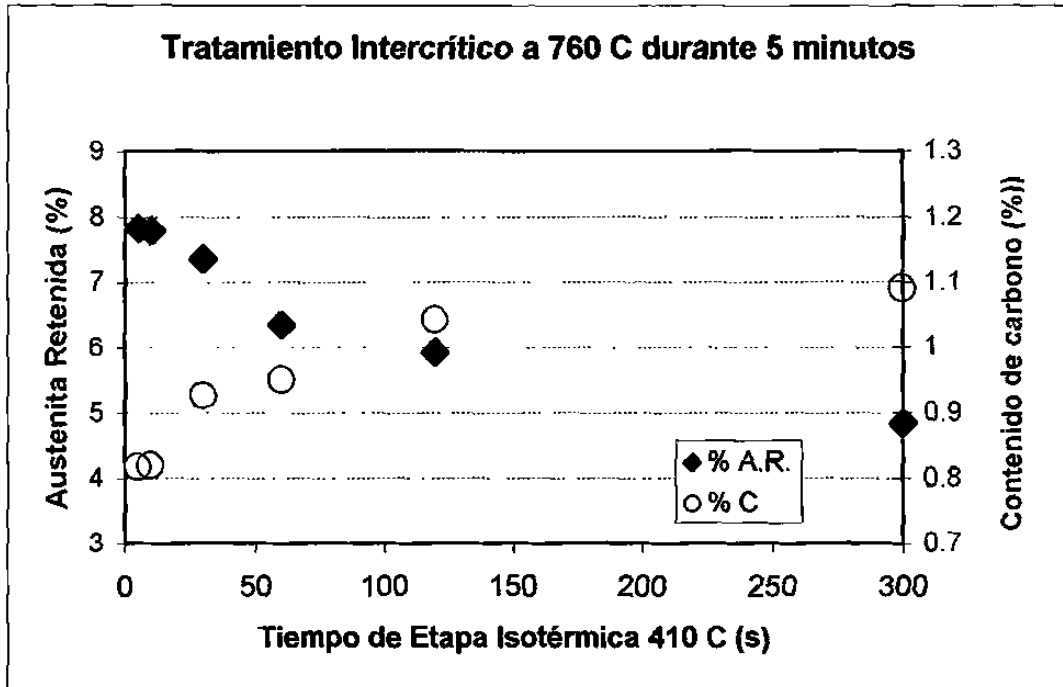


Figura 6.27 Contenido de Carbono en Austenita Retenida para especímenes sujetos a Tratamiento Térmico TRIP, a 760 °C por 5 minutos.

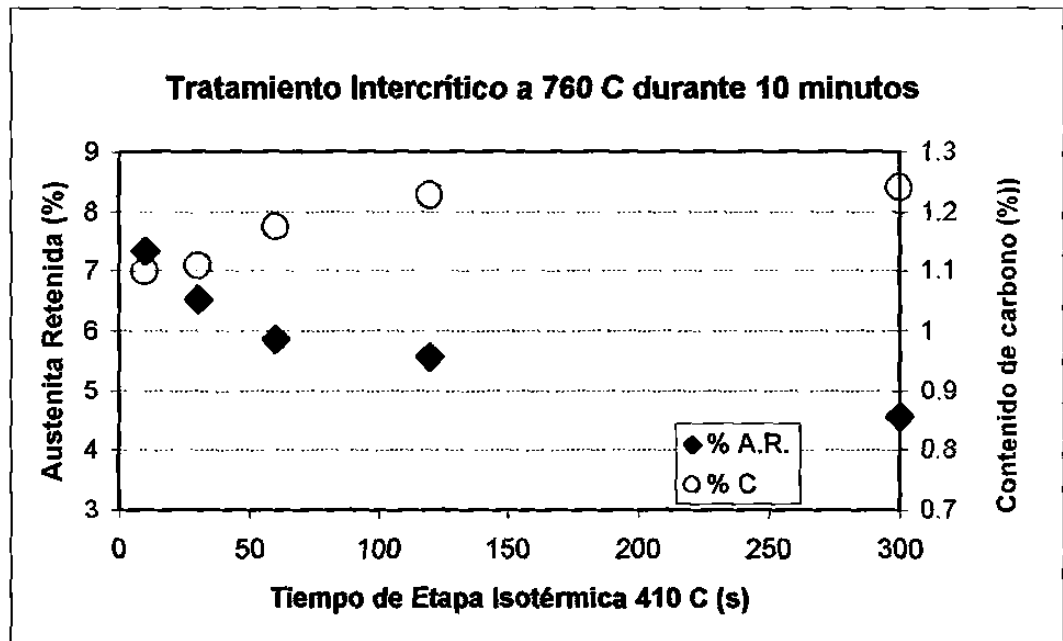
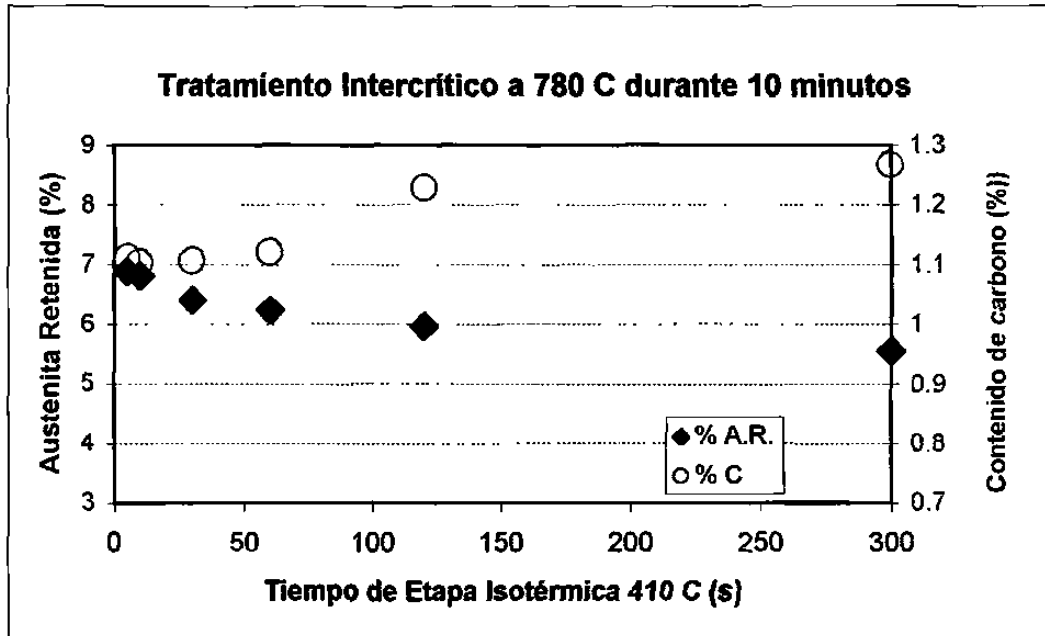


Figura 6.28 Contenido de Carbono en Austenita Retenida para especímenes sujetos a Tratamiento Térmico TRIP, a 760 °C por 10 minutos.



**Figura 6.29** Contenido de Carbono en Austenita Retenida para especímenes sujetos a Tratamiento Térmico TRIP, a 780 °C por 10 minutos.

Un efecto benéfico de mantener la aleación durante periodos de tiempo prolongados en la etapa isotérmica es el aumento del contenido de carbono en la austenita retenida. Este incremento también es debido a la transformación bainítica que promueve la saturación de carbono en la austenita conforme transcurre el tiempo de la aleación en estas condiciones. Así, aunque los contenidos de austenita disminuyan, ésta será cada vez más rica en carbono y será más sencillo estabilizarla a temperatura ambiente.

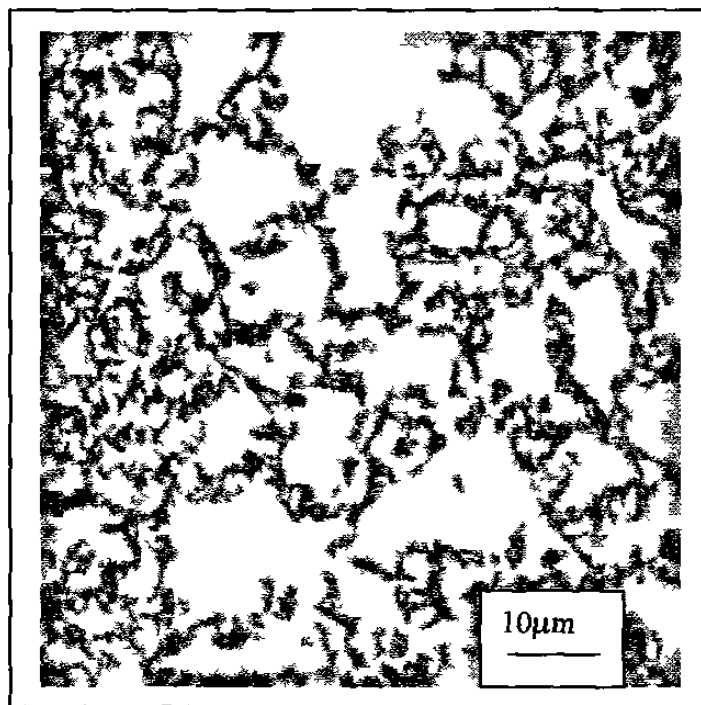
A diferencia de los especímenes que tuvieron un tiempo de mantenimiento de 10 minutos en la etapa intercrítica (Figuras 6.28 y 6.29), los elementos de la serie que estuvo a 760 °C durante 5 minutos presentan un menor contenido de carbono en la austenita retenida (Figura 6.27). Este fenómeno puede explicarse al considerar que probablemente el tiempo de permanencia de 5 minutos en dicha etapa no es suficiente para permitir una disolución completa de las zonas perlíticas. De esta manera, una buena parte del carbono queda atrapado en forma de carburos.

## 6.4 Caracterización por Microscopía Óptica.

A continuación se presentan los resultados obtenidos al utilizar diferentes técnicas metalográficas para evaluar la microestructura resultante después de los tratamientos térmicos TRIP.

### 6.4.1 Ataque químico con agente Nital 2.

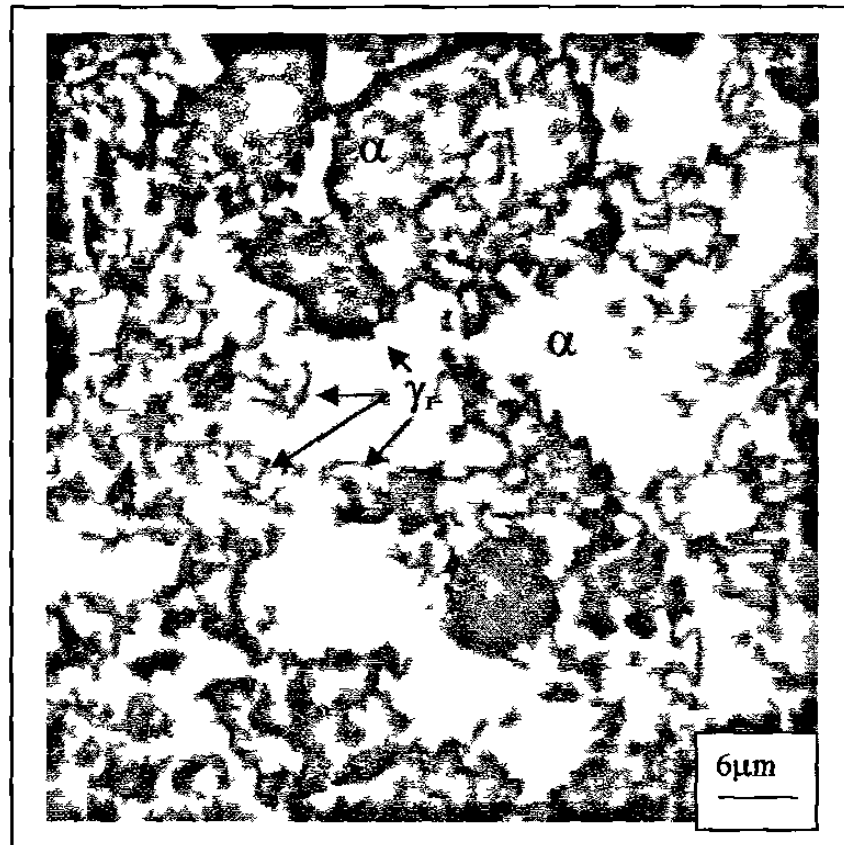
Al utilizar Nital 2, la microestructura revelada no aporta mucha información sobre la presencia de fases. La Figura 6.30 es un ejemplo de ello. La microestructura revelada con Nital 2 aparece como una matriz de ferrita en la que se distinguen zonas de transformación en las fronteras de grano. Sin embargo no es posible identificar los productos de transformación.



**Figura 6.30** Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C 5 minutos, atacado con Nital 2. Se observa una matriz ferrítica, pero no es posible identificar otro tipo de fases.

6.4.2 Ataque químico con agente LePera.

Esta técnica metalográfica es capaz de diferenciar la ferrita no transformada (que aparece en colores cobrizos) durante el tratamiento térmico TRIP, de otras fases como la bainita (que aparece color café) y la austenita retenida (que aparece en color blanco brillante). Sin embargo, este agente es apenas capaz de diferenciar la austenita retenida de la martensita, que aparece en color blanco opaco. La Figura 6.31 es un ejemplo de ello.



**Figura 6.31** Especimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C 5 minutos, atacado con agente LePera. Se observa una matriz ferrítica en distintos tonos cobrizos ( $\alpha$ ) y zonas de austenita retenida en color blanco ( $\gamma_r$ ). Existe la posibilidad de que la fase blanca sea martensita. Para esta imagen en particular, no se observan zonas de bainita, la cual aparecería en color café.

6.4.3 Ataque químico con Metabisulfato de sodio concentrado.

Este agente ha sido reportado como un medio útil para identificar la presencia de martensita, fase que aparece en un color negro, mientras que la ferrita no transformada aparece en color gris. En este ataque químico, no se precisa en qué color aparece la bainita, mientras que la austenita retenida se presenta en color blanco. En los experimentos realizados, se observaron zonas blancas que coinciden con las zonas de color blanco encontradas al utilizar el agente LePera. La Figura 6.32 es un ejemplo de esto.

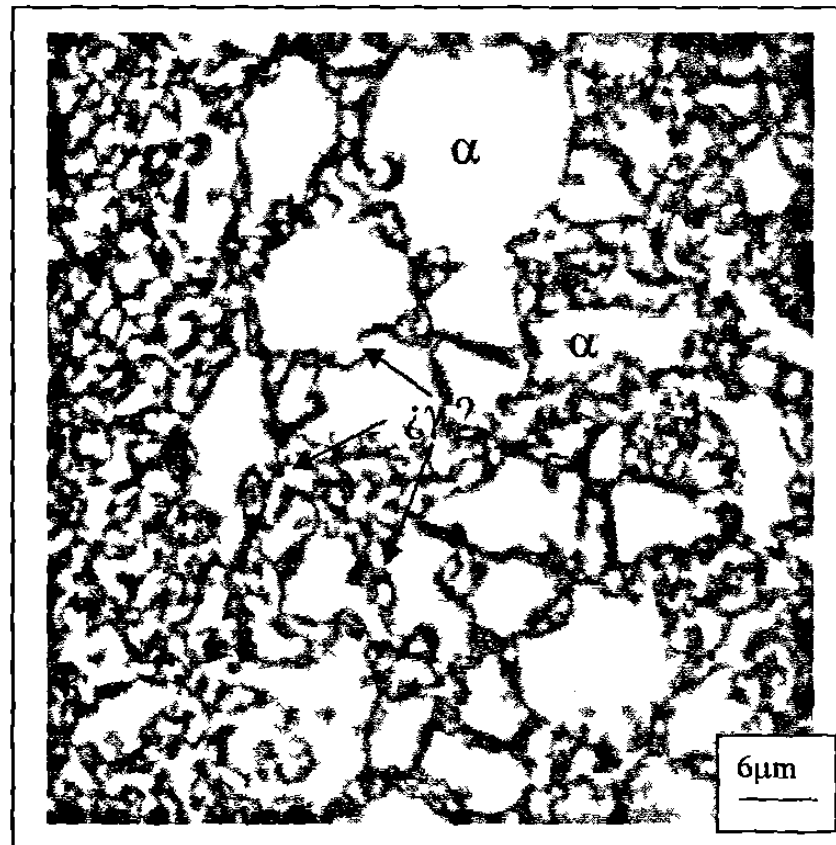
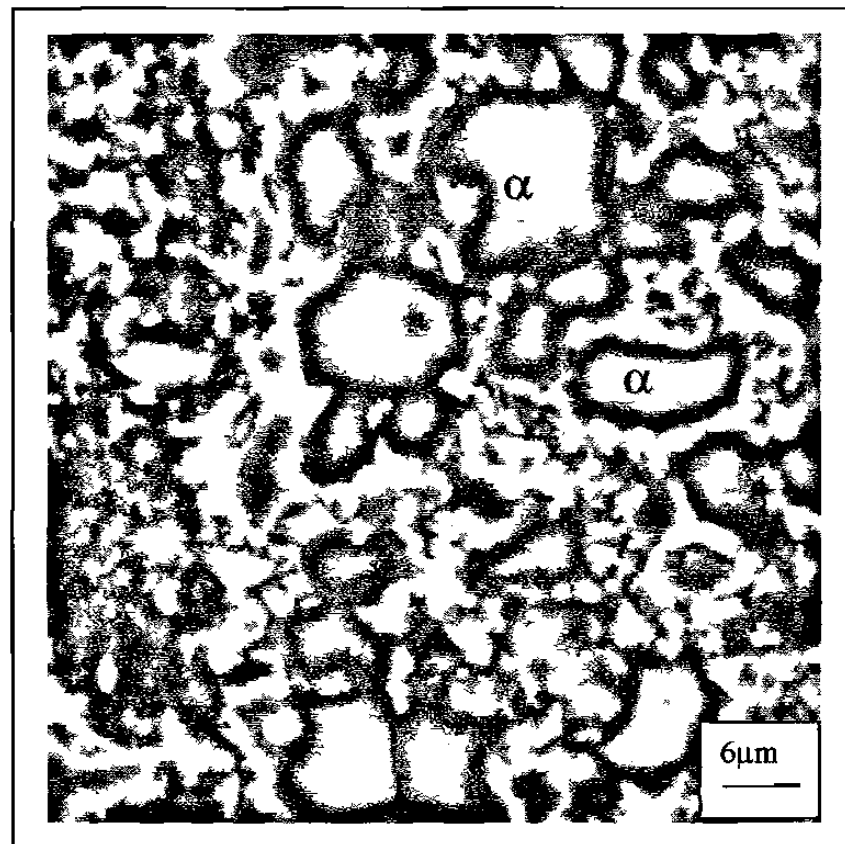


Figura 6.32 Especimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C 5 minutos, atacado con agente de metabisulfato de sodio concentrado. Se observa una matriz ferrítica en distintos tonos grises ( $\alpha$ ) y posibles zonas de austenita retenida en color blanco ( $\gamma_r$ ), las cuales coinciden con las zonas blancas observadas al atacar la zona con agente LePera.

6.4.4 Ataque químico con solución de Cromatos en ebullición.

Este agente químico permite diferenciar la ferrita no transformada, que aparece en color cobrizo a café, de otras fases como la martensita que aparece en color negro, la ferrita transformada o epitaxial, que aparece en color blanco. No existe referencia sobre el color de la austenita retenida al utilizar este químico metalográfico. La Figura 6.33 es una imagen obtenida de la misma zona en el espécimen cuando es atacado con esta solución.



**Figura 6.33** Especimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C 5 minutos, atacado con solución de cromatos en ebullición. Se observa una matriz ferrítica en distintos tonos cobrizos ( $\alpha$ ); es difícil la identificación de otras fases en las zonas de transformación, por lo que se requieren objetivos con una capacidad de 1000X o mayores magnificaciones para observaciones por microscopía óptica.

A mayores aumentos es posible observar cómo el ataque de solución de cromatos en ebullición actúa sobre la microestructura. En ciertas zonas de transformación, este agente químico permite observar áreas blancas, en cuyo interior se observan zonas en color negro.

La interpretación de estos resultados indica que se tienen zonas de transformación en donde se presenta martensita, correspondiente a las zonas negras, rodeadas por ferrita epitaxial, evidenciadas por las áreas blancas. En las Figuras 6.34 a la 6.37 se observan fotomicrografías en donde se identifican productos de transformación.

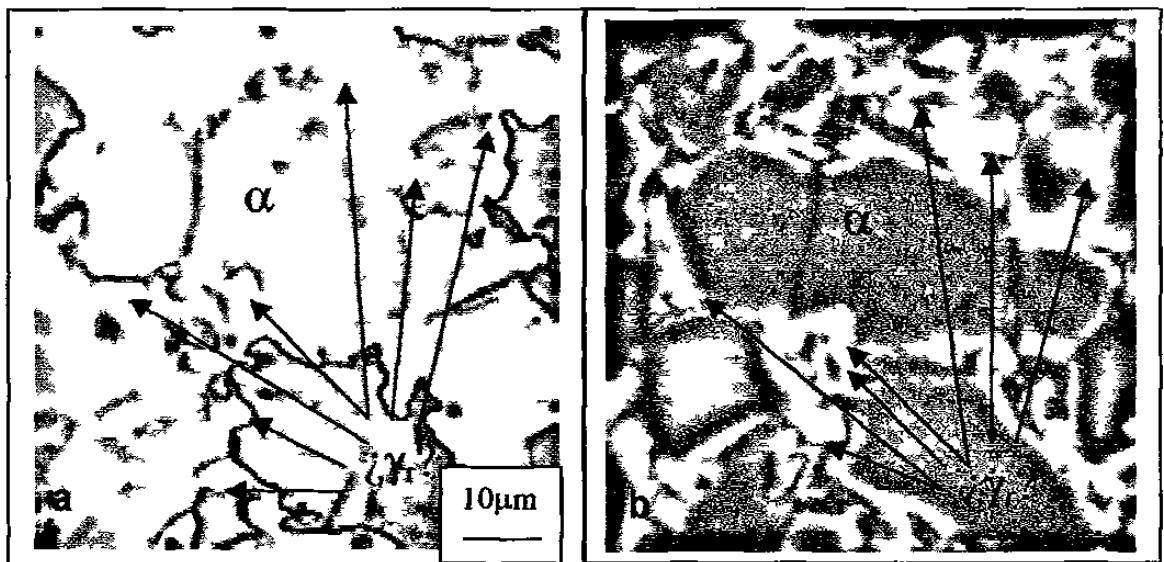


Figura 6.34 Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C 5 minutos. Comparación de ataques químicos. (a) Ataque con agente LePera, se observan granos de ferrita sin transformar ( $\alpha$ ) en distintos tonos cobrizos; las zonas blancas corresponden a posible austenita retenida. (b) Misma área atacada con solución de cromatos en ebullición, se observa que los granos de ferrita no transformada en tonalidades cobrizas más intensas; ciertas áreas, que corresponden a posible austenita retenida en la imagen (a), muestran un color blanco, con zonas internas de color negro. Estas características corresponden a zonas de ferrita epitaxial cuyo interior estaría formado por martensita.

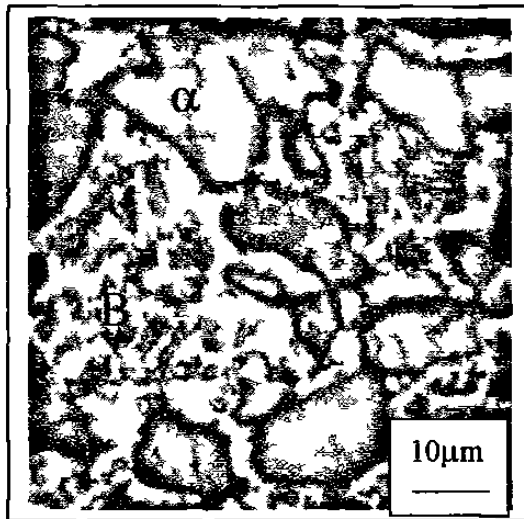


Figura 6.35 Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C durante 30 s, atacado con agente de solución de cromatos en ebullición. Se observan granos de ferrita sin transformar ( $\alpha$ ), zonas de transformación a bainita (B) y zonas de transformación blancas que pueden indicar ferrita epitaxial ( $\alpha_e$ ).

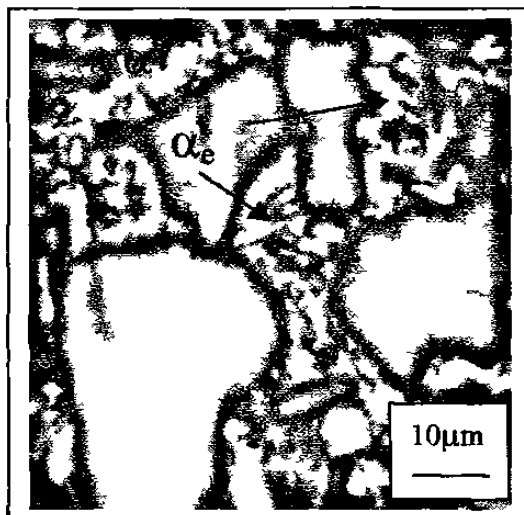


Figura 6.36 Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C durante 30 s, atacado con agente de solución de cromatos en ebullición. Se observan granos de ferrita sin transformar ( $\alpha$ ), zonas de transformación blancas que pueden indicar ferrita epitaxial ( $\alpha_e$ ), cuyo interior muestra áreas color negro, evidencia de martensita.

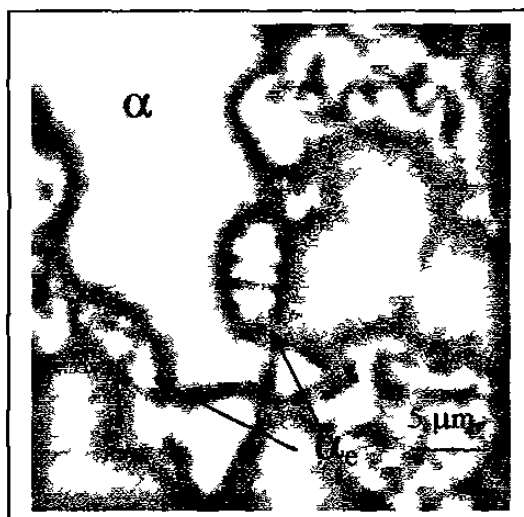
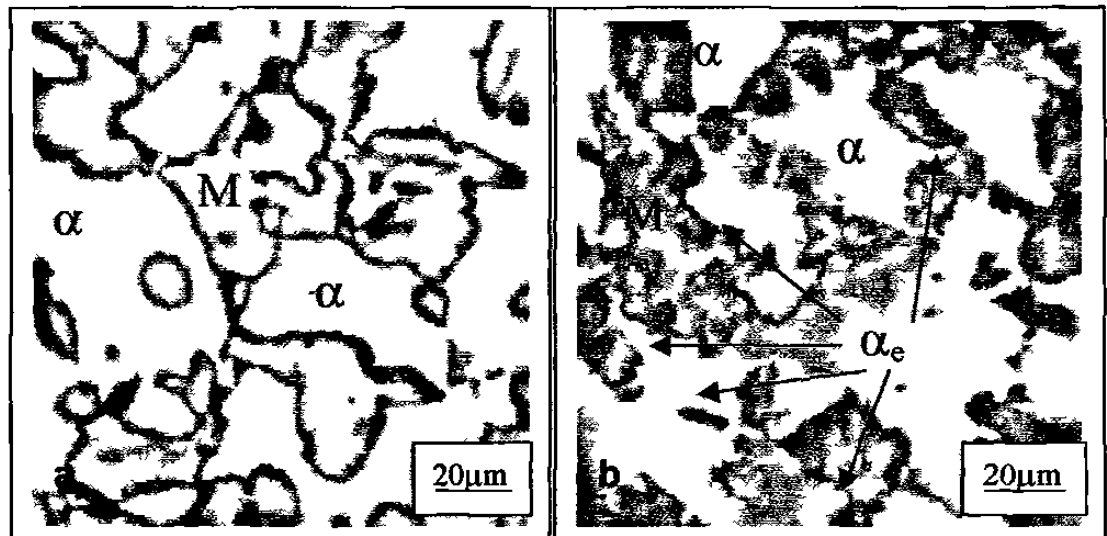


Figura 6.37 Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C durante 30 s, atacado con agente de solución de cromatos en ebullición. Se observan granos de ferrita sin transformar ( $\alpha$ ), zonas de transformación blancas que pueden indicar ferrita epitaxial ( $\alpha_e$ ), cuyo interior muestra áreas color negro, evidencia de martensita.



Tal y como se explica en el apartado 5.7.2, y con el objetivo de comprobar estos resultados, un acero comercial AISI 1018 (0.18%C – 0.60%Mn – 0.035% P máx. – 0.045%S máx.) fue templado desde 750 °C para generar una microestructura de ferrita y martensita. La microestructura resultante se observó al realizar el ataque metalográfico con el agente LePera y con el agente de cromatos en ebullición, misma que se presenta en la Figura 6.38.



**Figura 6.38 Comparación de ataques químicos en un acero AISI 1018 templado desde 750 °C. a) Ataque con agente LePera, se observa una matriz de granos de ferrita no transformada en color blanco y zonas de martensita en color café claro. b) Mismo espécimen atacado con solución de cromatos en ebullición, se observa matriz de granos de ferrita no transformada ( $\alpha$ ), en color negro zonas de martensita (M), algunas de las cuales están rodeadas por ferrita epitaxial ( $\alpha_e$ ) en color blanco.**

Al efectuar el ataque químico al espécimen con el agente LePera, se observa un menor contraste entre la ferrita no transformada y las zonas de martensita, las cuales adquieren un color café pálido. Este comportamiento se ha reportado cuando el contenido de martensita es equivalente al contenido de ferrita no transformada [7]. Sin embargo, no es posible observar la presencia de otro tipo de fases. Al utilizar la solución de cromatos en ebullición sobre la superficie preparada del espécimen se observan las siguientes fases: una

matriz de granos de ferrita no transformada en color gris, zonas de martensita en color negro, algunas de las cuales están rodeadas por un anillo en color blanco, que de acuerdo a la literatura, corresponde a ferrita epitaxial [8-10]. Esto indica que la solución de cromatos en ebullición es la más indicada para identificar las fases presentes en una aleación que ha sido sujeta a un enfriamiento brusco, como es el caso de los aceros TRIP y de los aceros Doble-Fase.

## 6.5 Microscopía Electrónica de Barrido

De acuerdo a lo explicado en la sección 5.8, se efectuaron dos tipos de observaciones en los especímenes mediante microscopía electrónica de barrido. La primera parte está relacionada con la caracterización de las microestructuras resultantes de la aleación sujeta al tratamiento térmico TRIP que se especifica. En la segunda parte se presentan los resultados obtenidos al emplear la técnica de Microscopía por Orientación de Imagen (OIM).

### 6.5.1 Caracterización de Microestructuras.

A continuación se presentan los resultados más sobresalientes de las observaciones de microscopía electrónica de barrido.

6.5.1.1 Serie 1: Etapa intercrítica a 760 °C durante 5 minutos.

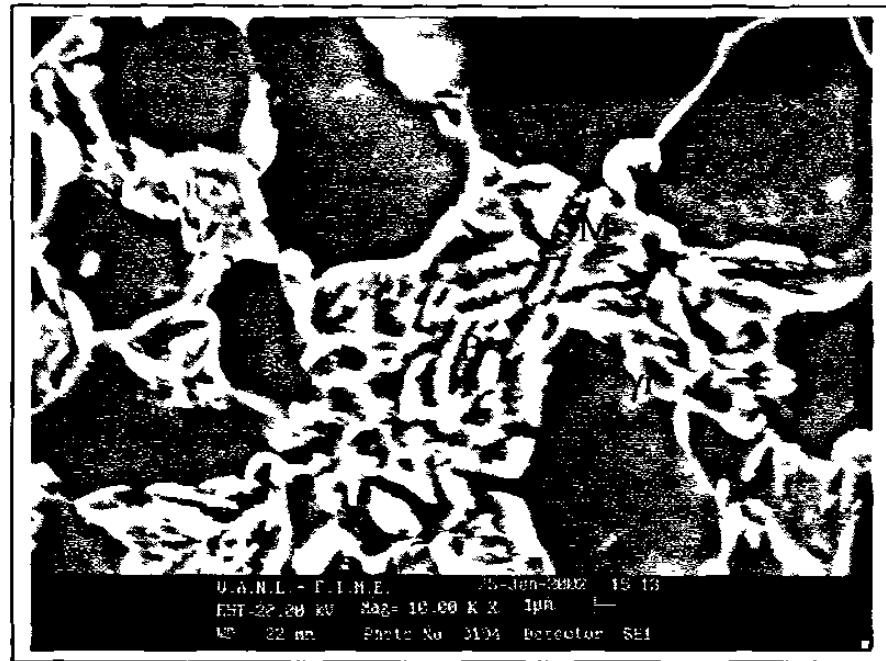


Figura 6.39 Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y a 410 °C durante 10 s. Se observan zonas de martensita rodeadas por ferrita epitaxial, austenita retenida, la formación de bainita y la presencia de carburos no disueltos.

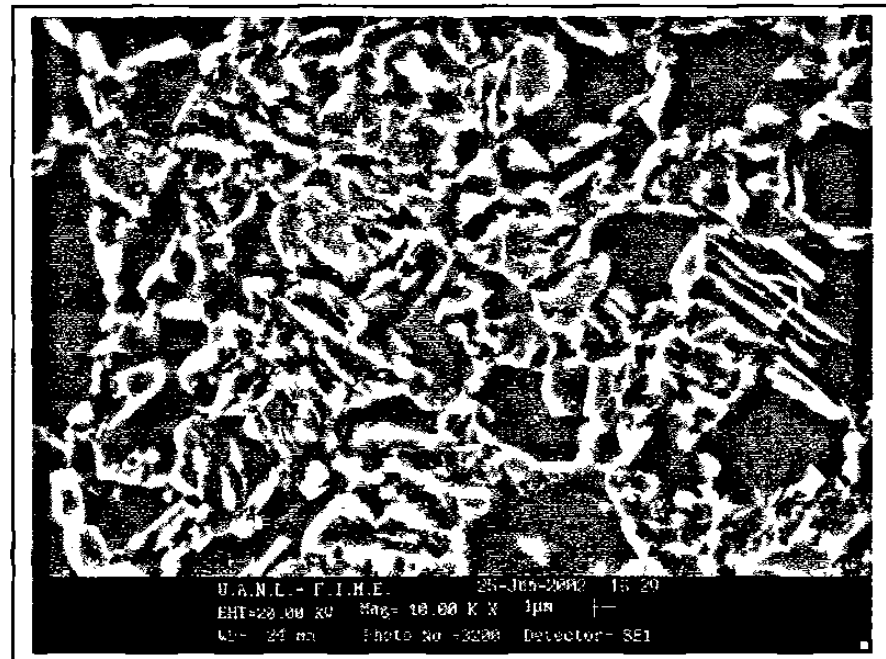
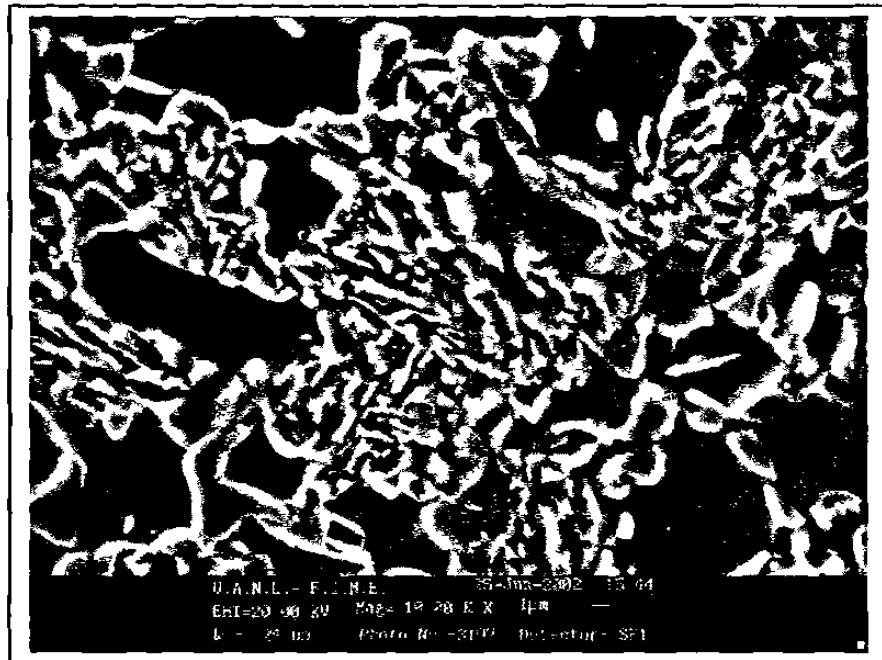


Figura 6.40 Espécimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y a 410 °C durante 2 minutos. Se observa poco contenido de martensita, zonas de austenita retenida, la formación de bainita es más evidente y se observan carburos no disueltos.



**Figura 6.41** Especimen sujeto a 760 °C durante 5 minutos y 410 °C durante 5 minutos. Se observan zonas de austenita retenida, y zonas de bainita en una matriz ferrítica. También se aprecia la presencia de carburos no disueltos.

En las Figuras 6.39 a la 6.41 es posible observar la evolución de la microestructura cuando el acero analizado es sujeto a las diferentes condiciones del tratamiento térmico TRIP. El tiempo de permanencia en la etapa intercrítica de 5 minutos no es suficiente para lograr la disolución de las zonas de perlita, ya que se observan carburos no disueltos en las microestructuras de los especímenes. Se comprueba la presencia de martensita rodeada por zonas de ferrita epitaxial, así como la evolución de la microestructura para estabilizar pequeñas zonas de austenita retenida; la formación de bainita progresa conforme la etapa isotérmica se desarrolla.

La martensita en las microestructuras de los especímenes indica que la temperatura de la etapa isotérmica está por debajo de la  $M_s$  detectada en los experimentos de dilatometría. Su presencia es debida a que la estabilidad de la austenita se modifica al presentarse fenómenos de partición de manganeso y

carbono principalmente, los que modifican la Ms de la austenita presente por debajo de la temperatura calculada. La martensita en un acero sujeto a un tratamiento térmico TRIP no es deseada, ya que el objetivo de éste es generar la mayor cantidad posible de austenita retenida estable y evitar la formación de la primera.

Conforme la aleación permanezca una mayor cantidad de tiempo en la etapa isotérmica, la transformación de austenita a bainita se favorece siguiendo el mecanismo de difusión de carbono en la austenita y precipitación de carburos para formar las sub-unidades que confirman la microestructura de esta fase.

6.5.1.2 Serie 2: Etapa intercrítica a 760 °C durante 10 minutos.

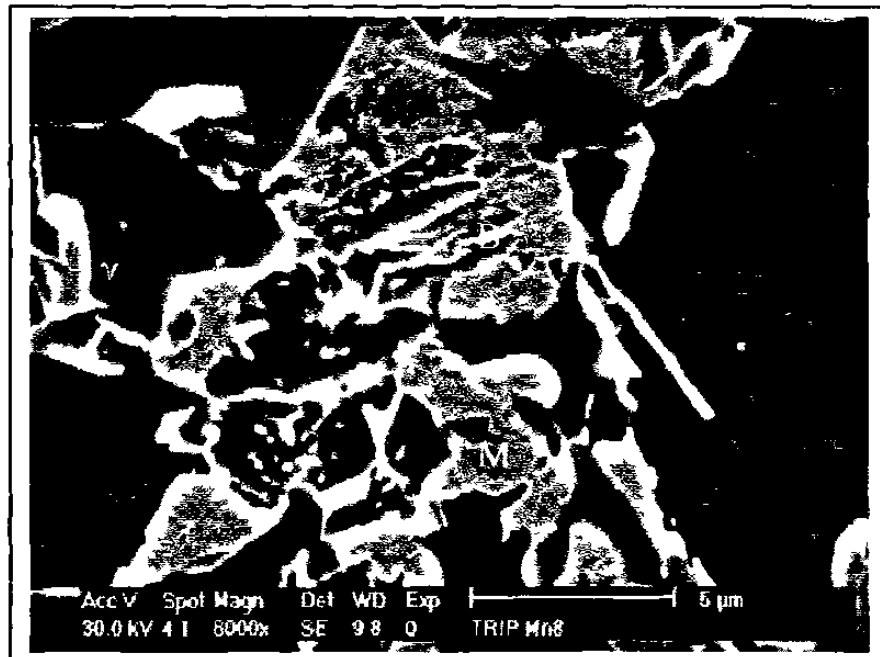


Figura 6.42 Espécimen sujeto a 760 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 10 s . Se observan granos de ferrita no transformada, zonas de martensita rodeadas por ferrita epitaxial, áreas de austenita retenida y bainita. Se observa también la presencia de carburos no disueltos.

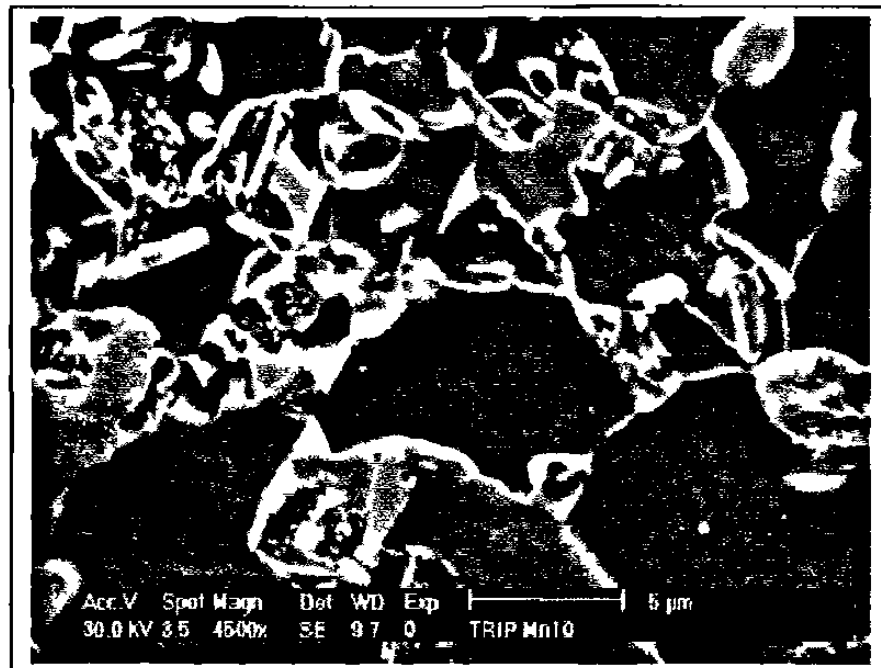
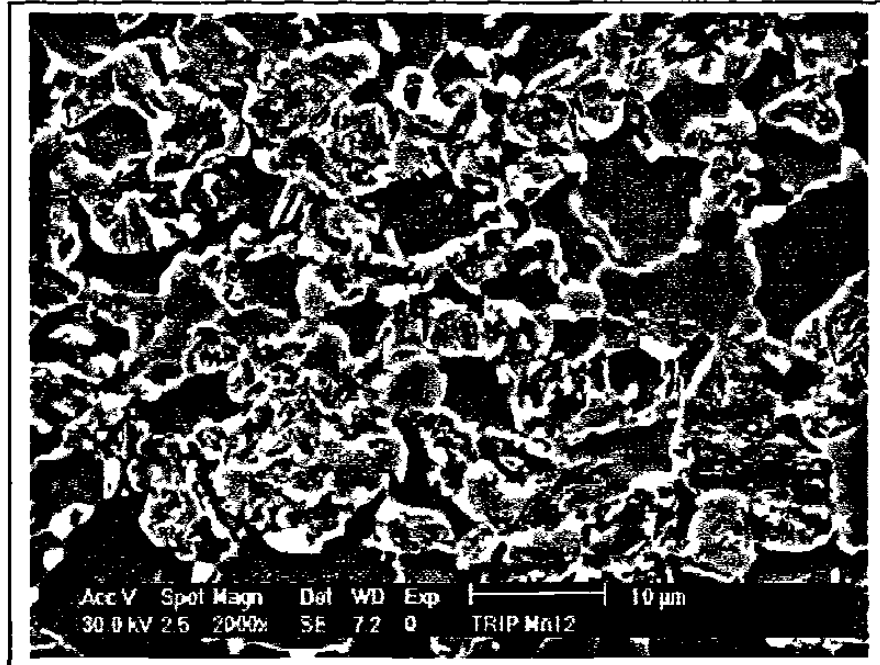


Figura 6.43 Espécimen sujeto a 760 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 1 minuto. Se observan granos de ferrita no transformada, zonas de martensita rodeadas por ferrita epitaxial, áreas de austenita retenida y mayor contenido de bainita. También se presentan carburos no disueltos.



**Figura 6.44** Especimen sujeto a 760 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 5 minutos. Se observan granos de ferrita no transformada, zonas de martensita rodeadas por ferrita epitaxial, áreas de austenita retenida y bainita. En las zonas de transformación se aprecian carburos no disueltos.

Para las Figuras 6.42 a la 6.44, se observa una evolución de la microestructura similar a los especímenes que fueron sujetos a la etapa intercrítica a 760 °C durante 10 minutos. La presencia de martensita indica que la temperatura de la etapa isotérmica está por debajo de la  $M_s$  de la aleación.

El hecho de que se observen carburos no disueltos en la microestructura indica que el tiempo de 10 minutos de permanencia en la etapa intercrítica no es lo suficientemente extenso para disolver completamente las zonas de perlita de la microestructura inicial.

6.5.1.4 Serie 3: Etapa intercrítica a 780 °C durante 10 minutos.

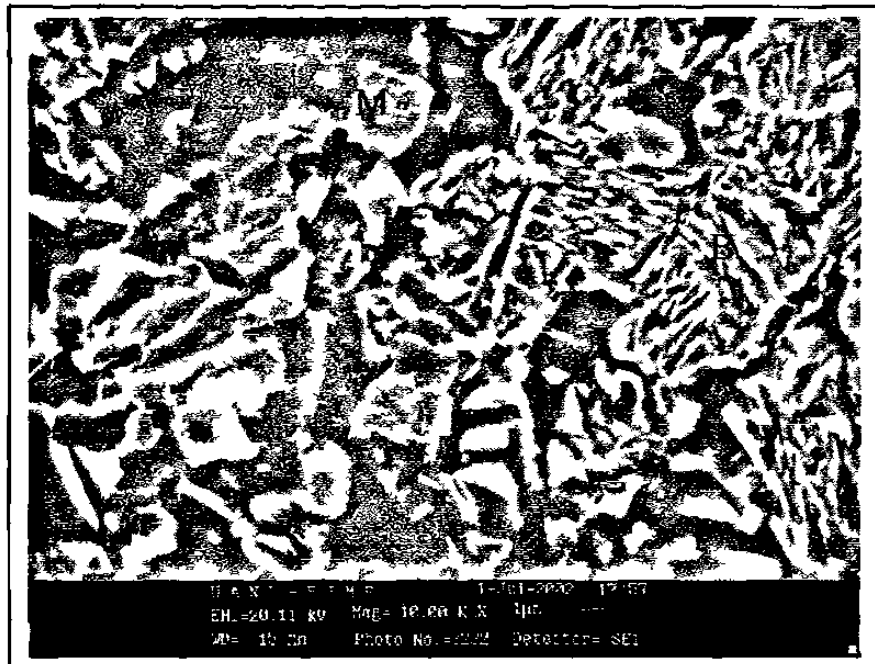


Figura 6.45 Espécimen sujeto a 780 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 10 segundos. Se observan zonas de martensita rodeadas por ferrita epitaxial, áreas de austenita retenida y bainita en una matriz ferrítica. La presencia de carburos no disueltos es menos evidente.

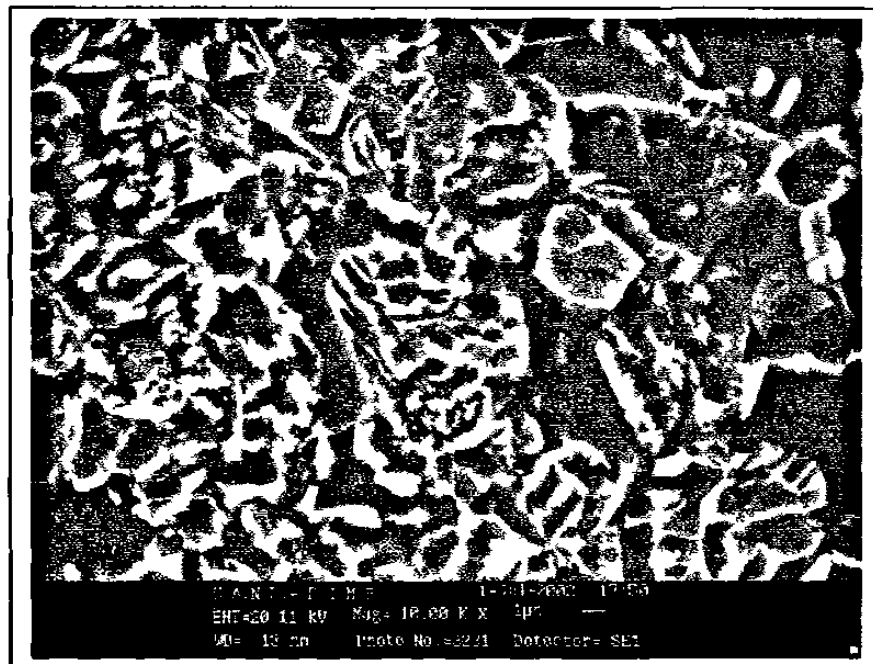
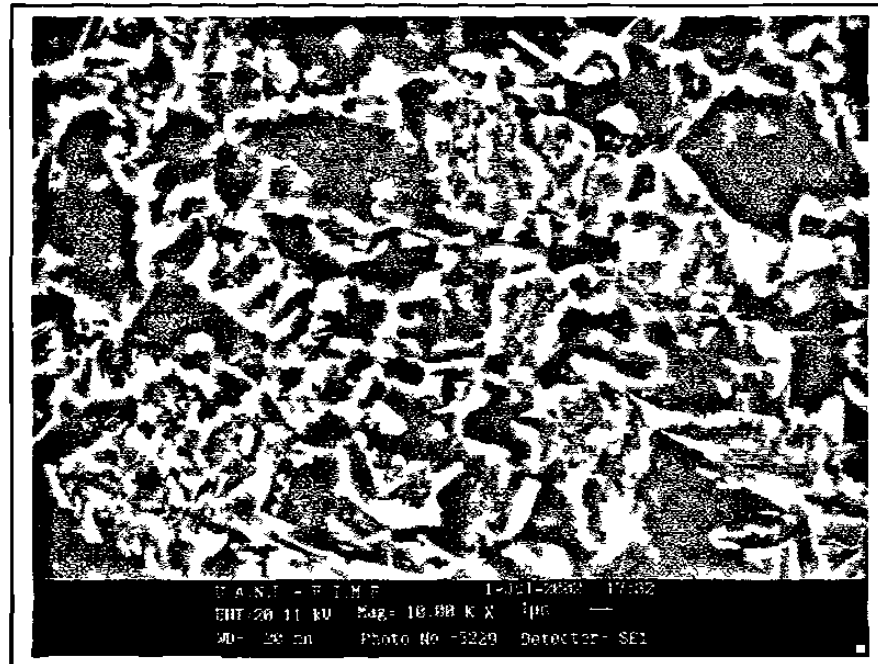


Figura 6.46 Espécimen sujeto a 780 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 2 minutos. Se observan rastros de martensita, zonas de austenita retenida, y la formación de bainita es evidente. Los carburos no disueltos son mínimos.





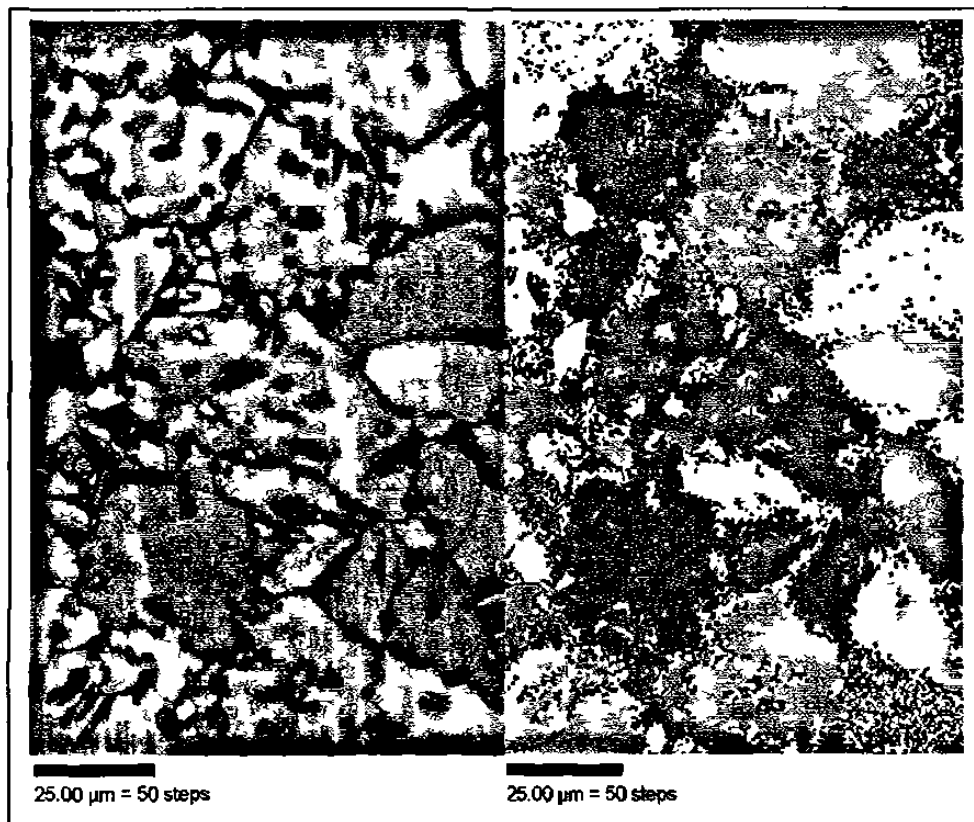
**Figura 6.47** Espécimen sujeto a 780 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 5 minutos. La presencia de bainita se manifiesta claramente en las zonas de transformación, mientras que las zonas de austenita retenida son limitadas. Hay pequeñas concentraciones de carburos en las zonas de transformación.

En las Figuras 6.45 a la 6.47 se observan las microestructuras de especímenes sujetos a 780 °C durante 10 minutos. Como la temperatura de la etapa intercrítica es mayor, se observa una mayor cantidad de fase transformada con respecto a las microestructuras observadas para los experimentos realizados a 760 °C durante 5 y 10 minutos. Sin embargo, las zonas de austenita retenida fueron menores, ya que la temperatura de 780 °C propicia que la fracción volumétrica de austenita sea mayor, aunque el contenido de carbono en la misma sea menor. Esta austenita será menos estable durante la etapa isotérmica. La temperatura de 780 °C permite una mejor disolución de las zonas de perlita iniciales, lo cual se refleja en la poca cantidad de carburos no disueltos de las microestructuras observadas, al compararlas con las microestructuras de los especímenes que fueron sometidos a 760 °C durante la etapa intercrítica.

6.5.2 Microscopía de Imagen de Orientación.

Se consideró la técnica de OIM como una posibilidad para lograr la identificación de fases en aceros que hayan recibido tratamientos térmicos TRIP. Debido a que los granos de austenita presentan orientaciones cristalográficas determinadas, es posible lograr su identificación al generar mapas de Kikuchi en especímenes preparados para tal efecto.

Las condiciones para efectuar los análisis mediante esta técnica permitieron obtener índices de confianza adecuados, sin embargo, los resultados no fueron favorables. A continuación se presentan los resultados más significativos.



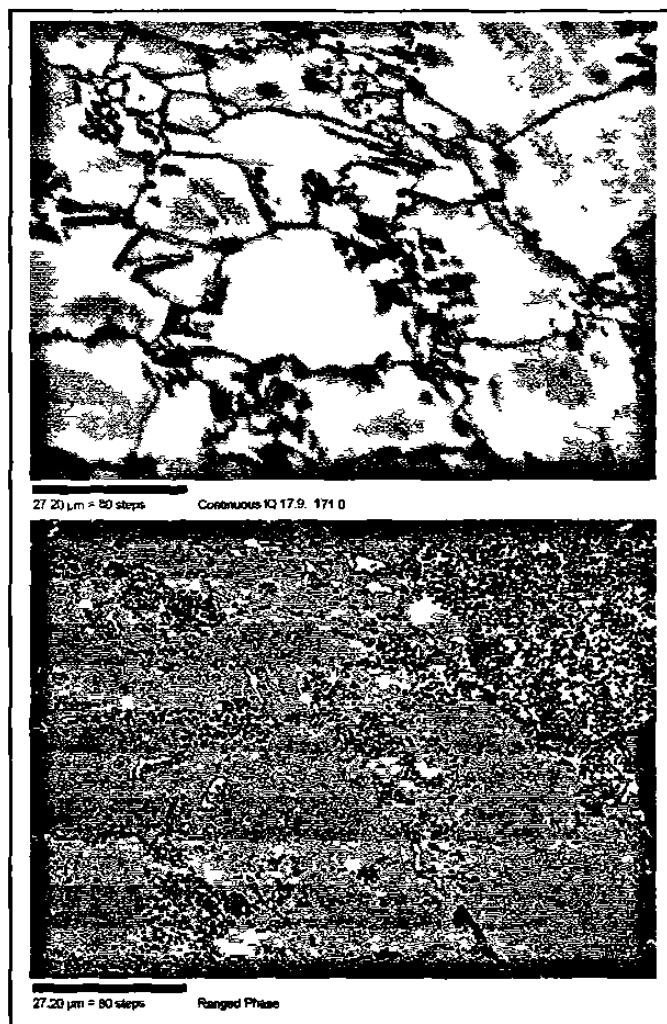
**Figura 6.48** Identificación de fases por medio de OIM en un acero tratado térmicamente a 760 °C por 5 minutos y 410 °C por 5 minutos. Se observa el área analizada y la interpretación de fases dada por el equipo. Las zonas blancas corresponden a la estructura fcc genérica (austenita retenida).

En la Figura 6.48, es posible observar los granos de ferrita no transformada y en distintos lugares, zonas de transformación, que el equipo de OIM identificó como austenita retenida. Sin embargo, en las esquinas superior e inferior derechas, dos granos de ferrita presentan una amplia cantidad de puntos blancos, que indican que el detector OIM identificó como zonas de austenita retenida. Para este espécimen en particular, se detectó un 14% de austenita retenida, mientras que el análisis de difracción de Rayos X indicó la presencia de 5.3%.



**Figura 6.49** Identificación de fases por medio de OIM en un acero sujeto a 780 °C durante 2 minutos y 410 °C durante 2 minutos. Se observa el área analizada y la interpretación de fases dada por el equipo. Las zonas verdes corresponden a la estructura fcc genérica (austenita retenida) y las zonas rojas a la estructura bcc genérica (ferrita).

El equipo OIM se programó para el análisis de la Figura 6.49 para que las zonas de ferrita se presentasen en color rojo (estructura bcc genérica) y la austenita retenida en color verde (estructura fcc genérica). Las zonas identificadas como austenita retenida coinciden con posibles zonas de transformación. Sin embargo se observan mediciones puntuales en los granos de ferrita no transformada que son identificadas como austenita retenida. En este espécimen, el equipo de OIM indicó 10% de austenita retenida, mientras que el difractor de Rayos señaló 4.3%.



**Figura 6.50** Identificación de fases por medio de OIM para un acero sujeto a un tratamiento térmico de 780 °C durante 10 minutos y 410 °C durante 5 minutos. Se observa el área analizada y la interpretación de fases dada por el equipo. Las zonas verdes corresponden a la estructura fcc genérica (austenita retenida) y las zonas rojas a la estructura bcc genérica (ferrita).

Para la Figura 6.50, se observa la zona analizada mediante OIM y los resultados obtenidos. En rojo se presenta la microestructura identificada como fcc genérica (ferrita no transformada) y, en verde zonas identificadas como estructura fcc genérica (austenita retenida). Dos de los granos (esquina superior derecha) presentan zonas que fueron identificadas como austenita retenida. De acuerdo al OIM, la presencia de austenita retenida es de 15.3%, mientras que el difractor de Rayos X indicó la presencia de 4.7% de dicha fase.

De acuerdo a las condiciones de experimentación descritas en el apartado 6.5.2 y a los resultados arriba expuestos, la técnica de Microscopía de Orientación de Imagen requiere de mayor refinación como para efectuar una cuantificación de la austenita retenida presente en la microestructura de un acero que ha sido sujeto a un tratamiento térmico TRIP.

## 6.6 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] C. J. Lizcano, *Comportamiento Mecánico y Microestructural de Aceros Doble Fase*, Tesis de doctorado de la División de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Mayo de 2001, México.
- [2] F. Chapa, *Estudio de Aleaciones al Manganeso y al Silicio*, Tesis de Licenciatura de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Mayo de 1998, México.
- [3] S. H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, pp. 260-263, McGraw Hill, 2da. Edición, 1986, México.
- [4] L. G. García-Navarro, P. Rodríguez, A. Pérez-Unzueta, R. Colás, C. Lizcano, I. Alvarez y G. Thomas, *Transformation Kinetics in Carbon-Silicon Steels*, The 1st International Automotive Heat Treating Conference 1998, Conference Proceedings, pp. 456-459, ASM International, 1999, E.U.A.
- [5] J. D. Verhoeven, *Fundamentos de Metalurgia Física*, pp. 509-513, Editorial LIMUSA, 1987, México.

- [6] C. F. Jatzack, J. A. Larson y S. W. Shin, *Retained Austenite and Its Measurements by X-Ray Diffraction (SP-453)*, pp. 2, Society of Automotive Engineers, 1980, E.U.A.
- [7] F. S. LePera, *Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel*, Technical Note of the Journal of Metals, pp 38-39, Marzo 1980, E.U.A.
- [8] W. C. Jeong, *New Techniques for Observation of Retained Austenite in High Strength Dual-Phase and TRIP Cold-Rolled Sheet Steels*, 1994 High Strength Steels for Automotive Symposium Proceedings, pp 267-274, ASM, 1994, E.U.A.
- [9] H. J. Klaar, I. A. El-Sesy y H. A. Hussein, *Microstructure and Properties of C-Mn-Si Dual-Phase Steel*, Steel Research 61, V 2, pp 85-92, 1990, E.U.A.
- [10] G. R. Speich, *Physical Metallurgy of Dual-Phase Steels*, en *Fundamentals of Dual-Phase Steels*, pp 3-45, United States Steel Corporation, 1981, EUA.
- [11] D. K. Matlock, F. Zia-Ebrahimi y G. Krauss, *Structure, Properties, and Strain Hardening of Dual-Phase Steels*, transactions of the Deformation, Processing and Structure of the 1982 ASM Materials Science Seminar, pp 47-87, St. Louis Missouri, ASM 1984, EUA.
- [12] B. D. Cullity, *Elements of X Ray Diffraction*, 2a Edición, Adisson-Wesley, 1978, Nueva York.

# CAPÍTULO 7

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 7.1 Conclusiones.

De acuerdo a lo expuesto en el cuerpo de este documento, es posible llegar a las siguientes conclusiones:

- 1) Las temperaturas de transformación de una aleación ferrosa fueron determinadas por medio de técnicas dilatométricas y con esta información, se establecieron los parámetros que permiten efectuar los tratamientos térmicos específicos.
- 2) La información generada a partir de dilatometría permitió la construcción de diagramas de enfriamiento continuo (CCT). Este tipo de diagramas pone en evidencia la evolución microestructural de un acero desde la zona de austenitización en función de diferentes velocidades de enfriamiento.

- 3) Se determinó que el agente químico más apropiado para analizar la microestructura de un acero sujeto a un tratamiento térmico TRIP, es una solución de  $\text{CrO}_3$  y  $\text{NaOH}$  disueltos en agua destilada, la cual debe estar en ebullición al momento del ataque.
- 4) La mejor técnica para determinar la cantidad de austenita retenida presente en un acero es por medio de difracción de Rayos X, análisis basados en microscopía óptica, o por medio de la técnica OIM resultan con altos niveles de incertidumbre.
- 5) Elevadas temperaturas intercríticas en una aleación ferrosa que es sometida a un tratamiento térmico TRIP propician una mayor descomposición de la perlita inicial, la cual es transformada en austenita.
- 6) La cantidad de austenita formada en un acero durante la etapa intercrítica de un tratamiento térmico TRIP depende de la temperatura de dicha etapa: entre mayor sea ésta, mayor cantidad de austenita se obtendrá.
- 7) Durante la etapa intercrítica se presentan fenómenos de partición y difusión de elementos químicos, como el carbono y el manganeso, que afectan la estabilidad y las dimensiones de los granos de austenita formados.
- 8) La temperatura de la etapa isotérmica de un tratamiento térmico TRIP para una aleación ferrosa debe estar por encima de  $M_s$  para evitar la formación martensita en la microestructura.
- 9) Tiempos de permanencia reducidos durante la etapa isotérmica de un tratamiento térmico TRIP de un acero, permiten obtener mayores



cantidades de austenita retenida, ya que se interrumpe la transformación a bainita.

- 10) Se generó un procedimiento general de evaluación microestructural en un acero sujeto a un tratamiento térmico TRIP, este procedimiento hace uso de técnicas dilatométricas, metalográficas y de difracción de Rayos X.

## 7.2 Recomendaciones.

Algunas recomendaciones o sugerencias que se desprenden de este trabajo para futuras investigaciones en la línea de los aceros TRIP asistidos son las siguientes:

- 1) Evaluar aleaciones ferrosas con mayores contenidos de carbono, por lo menos 0.15%. De esta manera se compensa la falta de aleantes que favorezcan la estabilidad de la austenita generada en la etapa intercrítica de un tratamiento térmico TRIP.
- 2) Efectuar tratamientos térmicos TRIP a estas aleaciones y observar su comportamiento microestructural.
- 3) Desarrollar pruebas mecánicas de tensión en estos aceros para determinar y las posibles propiedades mecánicas de un acero TRIP asistido.
- 4) Desarrollar métodos y técnicas metalográficas que permitan una identificación confiable de fases, en base a los resultados aquí obtenidos.

- 5) Modificar los parámetros de medición para incrementar la precisión en la detección de austenita retenida mediante técnicas de microscopía de orientación de imagen.
- 6) Realizar observaciones mediante microscopía electrónica de transmisión para lograr una mejor caracterización de las fases presentes en un acero sujeto a un tratamiento térmico TRIP determinado, antes y después de un proceso de deformación plástica.
- 7) Seguir el procedimiento de evaluación propuesto en este trabajo para evaluar las características microestructurales en aceros sujetos a tratamientos térmicos TRIP.

# APÉNDICE A

## Condiciones de Experimentación en los Especímenes