

Evolución de la microestructura y de las propiedades mecánicas durante el recocido isotérmico de un acero de 0,04 % C calmado al aluminio^(*)

J. Millán*, A.L. Rivas*, J.M. Cabrera**, S. Camero*** y J.C. Machado****

Resumen Se evaluó el efecto de la velocidad de calentamiento y el tiempo de recocido a 700 °C sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de un acero de 0,04 % C calmado al aluminio, con un porcentaje de reducción en frío de 80 %. En tal sentido, muestras de este material fueron sometidas a velocidades de calentamiento de 12, 20, 40 y 650 °C/min y, después, mantenidas por un máximo de 15 h a 700 °C. La evolución microestructural de las muestras durante las etapas de calentamiento y mantenimiento a 700 °C se evaluó mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y transmisión. Las propiedades mecánicas de tracción y dureza se correlacionaron con las características microestructurales observadas. Los resultados mostraron que, con tiempos de mantenimiento a 700 °C superiores a 6 h, se logran obtener las propiedades mecánicas requeridas del producto. No obstante, los valores adecuados de anisotropía plástica se obtuvieron, solamente, en muestras calentadas a bajas velocidades, donde, además, se formaba una estructura de grano recristalizado tipo *pancake*.

Palabras clave Recocido isotérmico. Recristalización. Estructura *pancake*.

Microstructural and mechanical properties evolution during an isothermal annealing of a 0.04 % C Al-killed steel

Abstract The effect of heating rate and annealing time on the microstructure and mechanical properties of a commercial 0.04 % C Al-killed steel, cold rolled up to 80% is evaluated in the present study. For this purpose samples were isothermally annealed at various heating rates (12, 20, 40 and 650 °C/min) and then soaked at 700°C for 15 h. The microstructural evolution of the samples during the heating process and holding temperature was evaluated by optical microscopy, scanning and transmission electron microscopy. Tensile mechanical properties and hardness measurements were also correlated with the microstructural features. Results showed that with soaking time greater than 6 h, the mechanical properties specified for the material are reached, even though, appropriate plastic anisotropy values were only obtained in samples heated at low rates, where a “pancake” type of structure is also formed.

Keywords Isothermal annealing, Recrystallization, Pancake structure.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros ferríticos constituyen los materiales más empleados en la producción de componentes para carrocerías de automóviles, siendo los más comunes aquellos de bajo contenido de carbono (entre 0,04 y 0,08%) calmados al aluminio, los cuales cumplen

con fuertes restricciones en cuanto a propiedades mecánicas, tales como límite elástico entre 165 y 190 MPa, alargamiento superior al 38 % y altos valores de anisotropía plástica, entre otros^[1 y 2]. El procesamiento adecuado de estos aceros permite obtener un material idóneo para la fabricación de partes complejas mediante embutición

(*) Trabajo recibido el día 13 de enero de 2005 y aceptado en su forma final el día 1 de agosto de 2005.

(*) Universidad Simón Bolívar; Dpto. Ciencia de los Materiales, Edif. MEM, piso 2, 89000, Baruta, Edo. Miranda, Venezuela.

(**) Universidad Politécnica de Cataluña; Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica ETSEIB, Av. Diagonal 647, 08028, Barcelona, España.

(***) Universidad Central de Venezuela; Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, 51717, Caracas, Venezuela.

(****) SIDOR (Siderúrgica del Orinoco); Matanzas, Puerto Ordaz, Venezuela.

profunda sin sacrificar sus propiedades de resistencia mecánica, las cuales son necesarias para garantizar la seguridad del vehículo^[3]. Un control adecuado de todas las variables involucradas en la fabricación, incluyendo acería, laminación en caliente y en frío, tratamientos térmicos y superficiales, garantizan la obtención de un producto con alto desempeño en las posteriores labores de estampado. Si la mayoría de estas variables se mantienen controladas, las propiedades anteriormente nombradas estarán determinadas finalmente por la microestructura desarrollada durante el tratamiento térmico de recocido, última etapa antes de la embutición. De ahí, la importancia de estudiar los cambios microestructurales que sufre el material durante el recocido estático industrial^[4 y 5]. De esta manera, en el presente estudio se evalúan los cambios microestructurales que ocurren durante las etapas del recocido estático de un acero con 0,04 % C, calmado al aluminio, y su incidencia sobre las propiedades mecánicas requeridas para la embutición profunda del material, permitiendo así establecer las condiciones adecuadas del tratamiento térmico de recocido.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1. Material y condiciones del tratamiento térmico de recocido

El material utilizado en el presente estudio corresponde a láminas de acero calmado al aluminio producido por la empresa Siderúrgica del Orinoco (SIDOR). El material proviene de un proceso de laminación en caliente con temperaturas de final de laminación y bobinado de $870\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $570\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Las bobinas de acero fueron sometidas, posteriormente, a un proceso de laminación en frío, hasta un porcentaje de reducción de 80 %, alcanzando un espesor final de 1,22 mm. La composición química del material, expresada en porcentaje en masa correspondió a: 0,04 % C; 0,16 % Mn; 0,005 % P; 0,003 % S; 0,012 % Si; 0,034 % Cu; 0,0009 % Ni; 0,01 % V; 0,01 % Nb; 0,037 % Al y 50 ppm N.

Las velocidades de calentamiento correspondientes al tratamiento térmico de recocido así como el tiempo de permanencia a la temperatura de mantenimiento, constituyeron las principales variables de estudio del presente trabajo de investigación. De esta manera, el proceso de recocido empleado consistió de calentamientos lentos a tres velocidades distintas (12, 20 y 40 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$) y de un

calentamiento rápido (650 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$). En todos los tratamientos, después de la rampa de calentamiento, se procedía a un mantenimiento a 700 $^{\circ}\text{C}$ durante 15 h para simular el proceso de recocido en campana llevado a cabo en las prácticas industriales. Los calentamientos lentos de 20 y 40 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ se encuentran dentro del intervalo típico de velocidades de calentamiento empleadas en el recocido estático industrial en campana^[4-8]. En cambio, el recocido a 12 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ y el recocido a 650 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ corresponden a condiciones extremas de calentamiento, por estar, respectivamente, uno, por debajo del intervalo de velocidades características y, el otro, muy por encima. La amplia variedad de velocidades de calentamiento ensayadas, permitirá dilucidar con claridad el efecto que tiene este parámetro sobre la microestructura desarrollada en el acero.

Los tratamientos térmicos de recocido fueron realizados en un horno tubular EurothermTM tipo 818 con control de la rampa de calentamiento y cuya atmósfera interna fue controlada por medio de un flujo constante de nitrógeno de alta pureza. Durante las etapas de calentamiento correspondiente a cada uno de los recocidos, se registró la temperatura real dentro del horno a cada instante, con la ayuda de un termopar tipo K (cromel-alumel) en contacto con las muestras de acero. A partir de estas mediciones, se determinaron las velocidades reales de calentamiento promedio previamente mencionadas, a través del ajuste por mínimos cuadrados de los datos registrados.

2.2. Caracterización microestructural

La evolución microestructural se estudió, tanto en la etapa de calentamiento como en la etapa de mantenimiento a 700 $^{\circ}\text{C}$. En las muestras calentadas a bajas velocidades, 12, 20 y 40 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$, se analizó la microestructura a las temperaturas de 450, 500, 550, 600, 650 y 700 $^{\circ}\text{C}$ y a intervalos de 1 h, durante la etapa de mantenimiento a 700 $^{\circ}\text{C}$. En el recocido realizado a altas velocidades de calentamiento, 650 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, las muestras se introdujeron directamente en el horno precalentado a 700 $^{\circ}\text{C}$. En este caso, el análisis de la microestructura se realizó después de 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 y 60 min de permanencia en el horno y, posteriormente, a intervalos de 1 h. Las muestras evaluadas fueron de base cuadrada (3 cm por lado) por 1,22 mm de espesor.

Las muestras tratadas a las distintas condiciones de recocido mencionadas, se analizaron mediante

microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, para seguir el proceso de recristalización, el desarrollo de la estructura de grano y los cambios en la morfología de la cementita. Mediante el método de intercepción de Heyn, siguiendo el procedimiento establecido en la norma ASTM E112-88^[9], se determinó el tamaño de grano ferrítico, promediando los valores obtenidos en las direcciones longitudinal, transversal y normal.

Con el fin de cuantificar los cambios morfológicos en el tamaño de grano ferrítico durante la etapa de mantenimiento a 700 °C, se calculó el factor de forma (*F.F*), mediante la relación entre el largo y el ancho del grano recristalizado.

Para evaluar la precipitación de AlN, se analizaron por microscopía electrónica de transmisión, varias muestras tratadas a 12 °C/h y 650 °C/min mantenidas por 1 y 15 h a 700 °C. Las muestras extraídas de las láminas se prepararon mediante réplicas de extracción de carbono, depositando una capa de carbono sobre la superficie de muestras previamente pulidas por métodos mecánicos y atacadas con nital al 2 %. La deposición de la capa de carbono se realizó utilizando un evaporador de alto vacío marca HitachiTM HUS-5GB, durante un tiempo de exposición de 40 min. La película de carbono se retiró de la muestra mediante un proceso electrolítico, usando una solución de 80 % de etanol y 20 % de ácido perclórico.

2.3. Determinación de las propiedades mecánicas a tracción

Para realizar los ensayos de tracción se mecanizaron 78 probetas a partir de la lámina de acero en condiciones de laminación en frío. Las dimensiones de las probetas se seleccionaron de acuerdo a la norma ASTM E8M-91^[10], tomando como punto de referencia el espesor de la lámina cuyo valor nominal es de 1,22 mm. Las principales propiedades estudiadas fueron: límite elástico, resistencia máxima, porcentaje de alargamiento total y coeficiente de anisotropía plástica. El mecanizado de las probetas de tracción se efectuó considerando la dirección de laminación del material y, de esta forma, se obtuvieron tres grandes grupos de probetas: a) las orientadas paralelamente a la dirección de laminación (0°), b) las orientadas diagonalmente a 45° y c) las orientadas perpendicularmente a la dirección de la laminación del material (90°). Una vez obtenidas las probetas, éstas se sometieron a un tratamiento térmico de recocido estático a 700 °C bajo las mismas condiciones de calenta-

miento (12 , 20 , 40 y 650 °C/min) y a tres tiempos de mantenimiento a 700 °C: 0 h , 6 h y 15 h como tiempo máximo.

Los ensayos de tracción se hicieron en dos grupos. El primero fue destinado a la determinación de las propiedades de alargamiento, resistencia máxima y límite elástico del material por medio del criterio del 0,2 % de deformación permanente. Conocidas cada una de estas propiedades en las tres direcciones de la lámina, se procedió a calcular un promedio para cada condición de recocido empleando las relaciones siguientes^[11 y 12]:

Para el límite elástico (*Re*):

$$Re = \frac{\sigma_{y0^\circ} + 2\sigma_{y45^\circ} + \sigma_{y90^\circ}}{4} \quad (1)$$

Para la resistencia máxima (*Rm*):

$$Rm = \frac{\sigma_{m0^\circ} + 2\sigma_{m45^\circ} + \sigma_{m90^\circ}}{4} \quad (2)$$

Para el alargamiento a rotura (%A):

$$\%A = \frac{\%A_{0^\circ} + 2\%A_{45^\circ} + \%A_{90^\circ}}{4} \quad (3)$$

Estos ensayos de tracción convencionales se realizaron en una máquina electromecánica INSTRONTM a una velocidad de desplazamiento del bastidor de 5 mm/min, empleando un extensómetro longitudinal para medir las deformaciones instantáneas entre los puntos de calibración que definen la longitud de prueba de 50 mm.

El segundo grupo de ensayos se realizó para determinar el coeficiente de anisotropía plástica (*r*), pero empleando, esta vez, una velocidad de ensayo menor (1,5 mm/min). Con la ayuda de dos extensómetros colocados perpendicularmente entre sí dentro de la longitud de prueba, fue posible medir simultáneamente el alargamiento y la reducción de ancho que sufre la probeta estándar cuando es sometida al ensayo de tracción. De esta forma, el software adaptado a la máquina de tracción registró las deformaciones verdaderas tanto longitudinales (*l*) como transversales (*a*) y en consecuencia fue posible determinar el coeficiente *r* como indica la siguiente ecuación:

$$r = \frac{\ln \frac{a_i}{a_f}}{\ln \frac{l_f \cdot a_f}{l_i \cdot a_i}} \quad (4)$$

Al conocer el valor de r en cada una de las direcciones respecto a la laminación del material (0° , 45° y 90°) se procedió al cálculo del coeficiente de anisotropía plástica promedio (r_m) utilizando esta ecuación [12 y 13]:

$$r_m = \frac{r_{0^\circ} + 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ}}{4} \quad (5)$$

Asimismo, se determinó el valor de anisotropía planar Δr definido como muestra la ecuación siguiente:

$$\Delta r = \frac{r_{0^\circ} - 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ}}{2} \quad (6)$$

Cabe, en este punto, recordar que desde el punto de vista de una buena embutibilidad son nece-

sarios valores de r_m altos (retraso de mecanismos de localización de la fluencia) y de Δr pequeños (ausencia de anisotropía, y minimización de las típicas orejas de embutición).

3. RESULTADOS

3.1. Análisis del material en condición de entrega

En la figura 1a), se muestra la microestructura del material en condición de entrega obtenida por microscopía óptica, donde se aprecian los granos de ferrita alargados a consecuencia del trabajo en frío. Adicionalmente, contiene cementita (Fe_3C) como segunda fase mayoritaria, como se evidencia en las fotomicrografías por MEB de las figuras 1b) a 1d). La cementita adquiere distintas distribuciones y

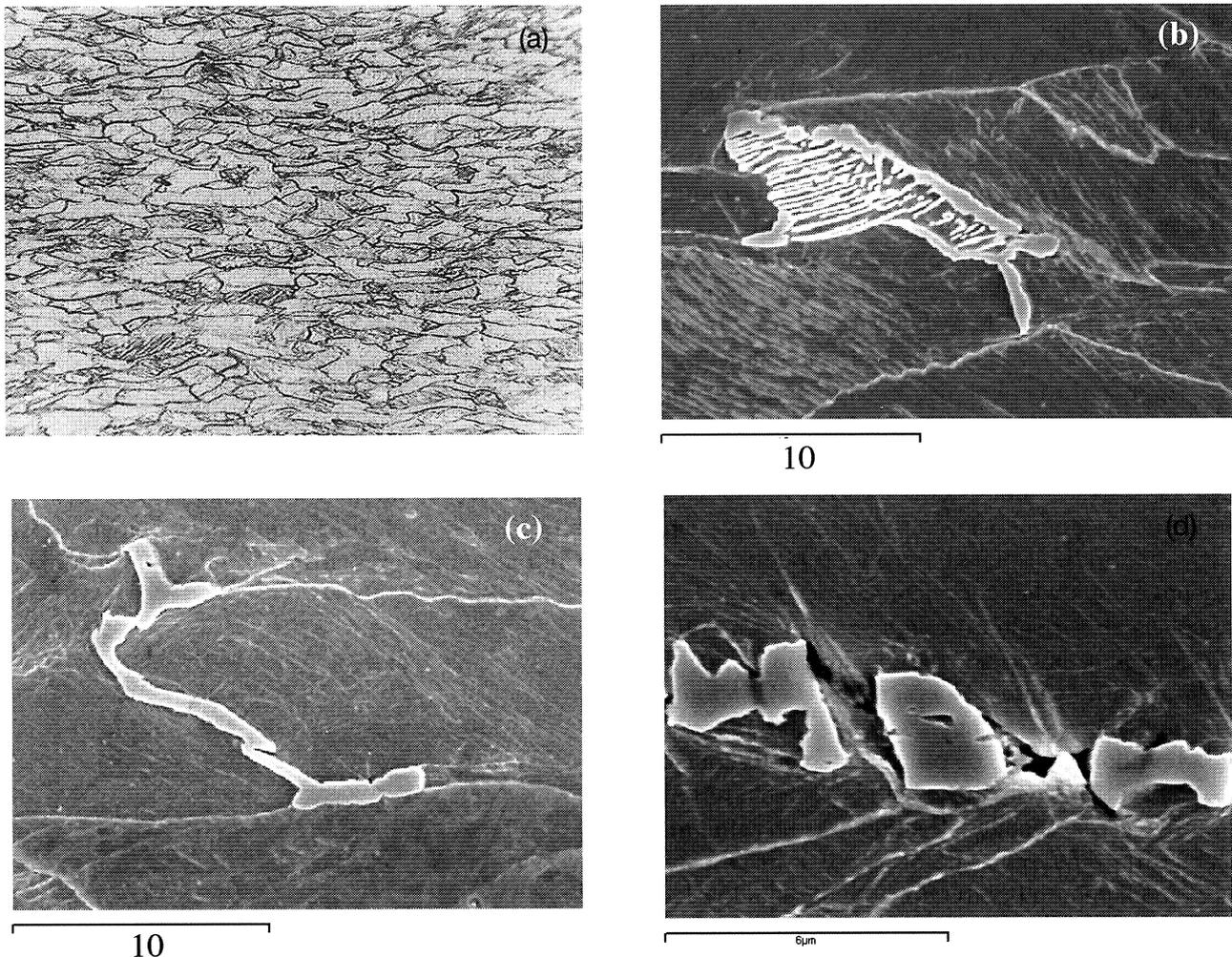


Figura 1. Microestructura del material en condición de entrega mostrando la estructura de grano (a) y distintas morfologías y distribución de la cementita: (b) Estructura laminar, (c) Red continua de cementita en borde de grano y (d) Partículas fragmentadas producto de la deformación en frío.

Figure 1. As received microstructure of the present material showing a) the grain structure and distribution and morphology of cementite: b) lamellar, c) continuous network surrounding grain boundary and d) fragmented particles after cold deformation.

morfologías como, por ejemplo, formando parte de estructuras laminares (Fig. 1b) o como una red continua en los bordes de granos ferríticos (Fig. 1c). Sin embargo, se observa con mayor frecuencia partículas de cementita fragmentadas, debido al proceso de deformación, y alineadas en la dirección de la laminación, como se muestra en la figura 1d).

3.2. Cambios microestructurales durante la etapa de calentamiento

Al evaluar la microestructura de las muestras calentadas lentamente (12, 20 y 40 °C/h) en el intervalo de temperaturas comprendido entre 500 y 650 °C, se pudo evidenciar que a temperaturas inferiores a los 600 °C la microestructura de grano era de características similares a las presentadas en el material en condiciones de entrega, es decir, granos de ferrita deformados y alargados en la misma dirección de la laminación del acero. No obstante, a 650 °C, se observó una matriz ferrítica totalmente recrystalizada. La figura 2 ilustra las características microestructurales referidas para una muestra recocida a 20 °C/h, a las temperaturas de 600 y 650 °C. Se puede apreciar que la forma del grano ferrítico desarrollado durante la recrystalización es alargada, típicamente conocida como estructura de grano *pancake*. Debido a que en las muestras calentadas a 12, 20 y 40 °C/h, se evidenció el mismo patrón de recrystalización, las fotomicrografías mostradas en la figura 2 son representativas de estas tres condiciones de tratamiento térmico. De dicho resultado, se deduce que la recrystalización de la matriz ferrítica se produce en el intervalo de temperaturas entre 600 y 650 °C, independientemente de las tres velocidades de calentamiento ensayadas.

En los recocidos efectuados a velocidades de calentamiento rápidas, de 650 °C/min, fue imposible extraer muestras del horno durante la etapa de calentamiento a las mismas temperaturas de los recocidos anteriores. Por esta razón, se presentan en la figura 3 dos fotomicrografías correspondientes a la sección longitudinal de las muestras después de haber transcurrido 1 min (temperatura de la muestra ~650 °C) y 5 min (temperatura de la muestra ~700 °C) dentro del horno precalentado a 700 °C (Figs. 3a) y 3b), respectivamente). Claramente, se observa una estructura de granos ferríticos deformados en la figura 3a) acompañados por pequeños granos recrystalizados, mientras que la muestra mantenida por 5 min dentro del horno (Fig. 3b)

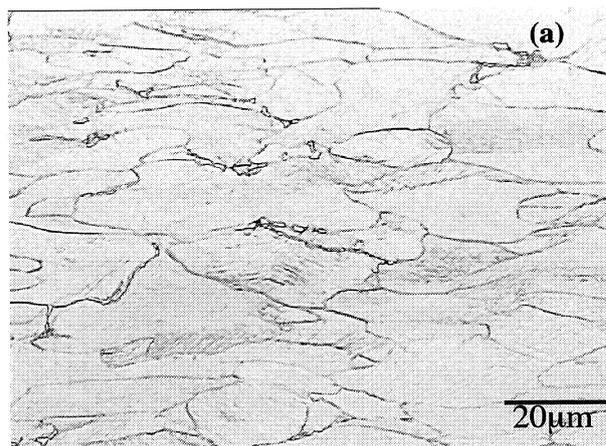


Figura 2. Fotomicrografías de muestras calentadas a 20 °C/h extraídas del horno durante la etapa de calentamiento a: 600 °C (a) y 650 °C (b). Microscopía óptica.

Figure 2. Optical microscopy of samples heated at 20 °C/h, taken from the furnace at a) 600 °C and b) 650 °C.

ha recrystalizado totalmente, observándose una estructura de grano de morfología equiaxial, en contraposición a la estructura *pancake* de las muestras calentadas lentamente.

La cementita presente en este acero de bajo contenido de carbono también experimenta cambios en la etapa de calentamiento de cada uno de los recocidos realizados. Estos cambios se reflejan, por lo general, en el tamaño y la morfología y se presentan especialmente en aquellas partículas que fueron fragmentadas a consecuencia del trabajo en frío. Estos cambios comienzan a ser mucho más marcados después que ha ocurrido la recrystalización de la matriz ferrítica. Un aspecto importante a resaltar es la ubicación de las partículas de cementita antes y después de la recrystalización. Se aprecia que antes de recrystalizar la matriz ferrítica, las partículas de cementita se encuentran, casi exclusivamente, en los bordes de granos de la ferrita

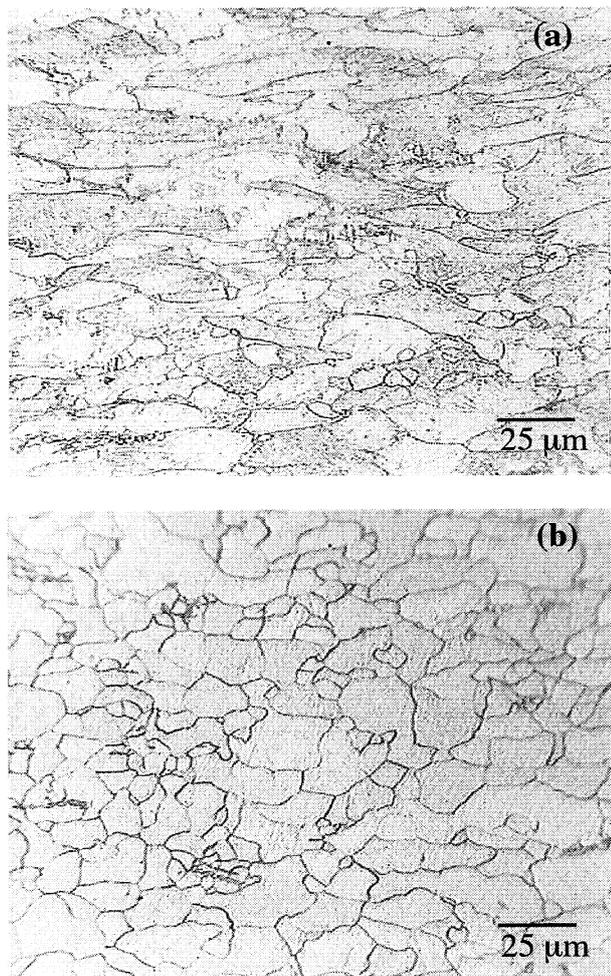


Figura 3. Microestructuras correspondientes a las muestras de acero extraídas del horno en la primera etapa del recocido a 650 °C/min. (a) 1 minuto y (b) 5 minutos después de haber sido introducida en el horno a 700 °C.

Figure 3. Microstructures of samples taken from the furnace after a) 1 min and b) 5 min during the first annealing step.

deformada. Una vez finalizada la recristalización, estas partículas pueden encontrarse tanto en el interior (posiblemente han servido de núcleos a los nuevos granos de ferrita) como en los bordes de los nuevos granos formados, tal como se aprecia en la figura 4.

3.3. Evolución del tamaño de grano durante la etapa de mantenimiento

En la figura 5 se presenta la variación del tamaño de grano en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C para los cuatro recocidos evaluados. Se distinguen dos tipos de comportamientos: el primero de ellos, refleja que el tamaño de grano permanece prácticamente invariable en función del

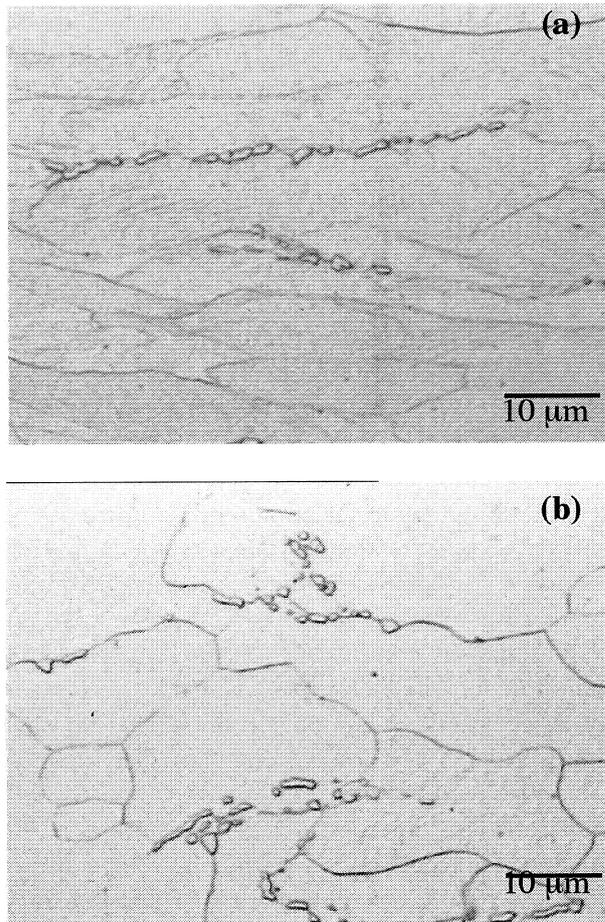


Figura 4. Microestructuras del acero en donde se detallan las características morfológicas de la cementita de las muestras extraídas del horno a 600 °C (a) y 650 °C (b) durante la etapa de calentamiento del recocido I (12 °C/h). Microscopía óptica.

Figure 4. Microstructures showing the morphology characteristics of samples taken from the furnace at a) 600 °C and b) 650 °C during annealing I (12 °C/h).

tiempo, cuando el acero es calentando lentamente a 12, 20 ó 40 °C/h; por el contrario, a una velocidad de calentamiento rápida (650 °C/min) se aprecia un crecimiento significativo del tamaño de grano ferrítico a medida que se incrementa el tiempo de mantenimiento a 700 °C, cambiando de 12 mm a 0 h de mantenimiento, a 25 mm con 15 h de mantenimiento, el cual coincide con el tamaño de grano de las muestras calentadas lentamente.

Otro aspecto que se desprende al observar las microestructuras obtenidas bajo distintas condiciones de recocido estático, es la fuerte dependencia que tiene la morfología del grano recristalizado con respecto a la velocidad de calentamiento. En la figura 6 se muestra como varía el factor de forma

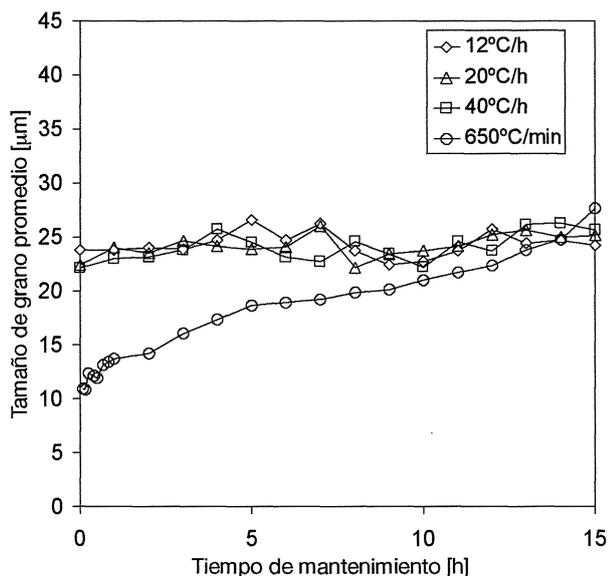


Figura 5. Variación del tamaño de grano recrystalizado en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C para las cuatro velocidades de calentamiento evaluadas.

Figure 5. Dependence of the recrystallized grain size on the holding time at 700 °C at the four heating rates studied.

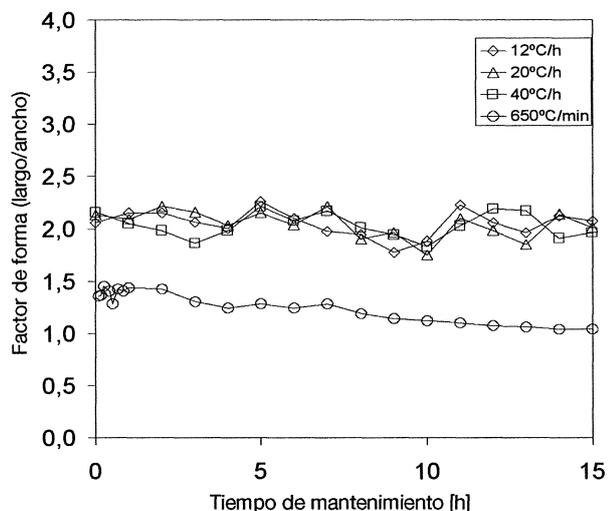


Figura 6. Variación del factor de forma del grano recrystalizado en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C para las cuatro velocidades de calentamiento evaluadas.

Figure 6. Dependence of the shape factor of the recrystallized grain on the holding time at 700 °C at the four heating rates studied.

en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C para los cuatro recocidos efectuados a distintas velocidades de calentamiento. Se aprecia que, cuando el acero es calentado lentamente (12, 20 ó 40 °C/h), el factor de forma del grano recrystalizado es

mayor que 2 y se mantiene prácticamente constante a medida que transcurre el tiempo de tratamiento subcrítico a 700 °C. Sin embargo, a una velocidad alta de calentamiento (650 °C/min), dicho parámetro es menor que 1,5 y su tendencia es a disminuir paulatinamente en función del tiempo de mantenimiento. Dicho en otras palabras, a velocidades de calentamiento bajas se promueve la formación de una estructura de grano tipo *pancake* (alargados) mientras que a mayores velocidades de calentamiento se favorece la estructura de grano equiaxial.

3.4. Esferoidización de la cementita durante el tiempo de mantenimiento

En cuanto a las partículas de cementita, independientemente de la velocidad de calentamiento registrada en cada uno de los cuatro recocidos evaluados, estas experimentan cambios morfológicos a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento a 700 °C. A tiempos largos de mantenimiento, la tendencia general es la de producir una morfología esferoidizada de las partículas de cementita, las cuales se encontraban inicialmente fracturadas a consecuencia de la laminación en frío del acero, o formando una red continua en los bordes de grano ferríticos. La fotomicrografía, obtenida por MEB, presentada en la figura 7 revela una avanzada etapa del proceso de esferoidización, a tan solo 6 h de mantenimiento (Fig. 7a). A 15 h de mantenimiento a 700 °C, se aprecian partículas de cementita completamente esferoidizadas, con tamaño uniforme y equidistanciadas (Fig. 7b).

3.5. Partículas de AlN

El análisis realizado por microscopía electrónica de transmisión (MET) se enfocó principalmente al estudio de las partículas de nitruro de aluminio (AlN). En la figura 8 se presentan los resultados obtenidos por MET pertenecientes a la muestra calentada a una velocidad de 12 °C/h hasta 700 °C, sin mantenimiento isotérmico. Se aprecia una morfología rectangular de los precipitados caracterizados sobre las réplicas de extracción, constituidos por nitrógeno y aluminio, según el análisis por EDS. Estos precipitados fueron caracterizados como partículas de AlN con una estructura cristalina hexagonal compacta y parámetros de red $a = 3,112 \text{ \AA}$ y $c = 4,982 \text{ \AA}$, resultados derivados de la indexación del patrón de difracción de electrones. Esta estructura hexagonal compacta es la más estable

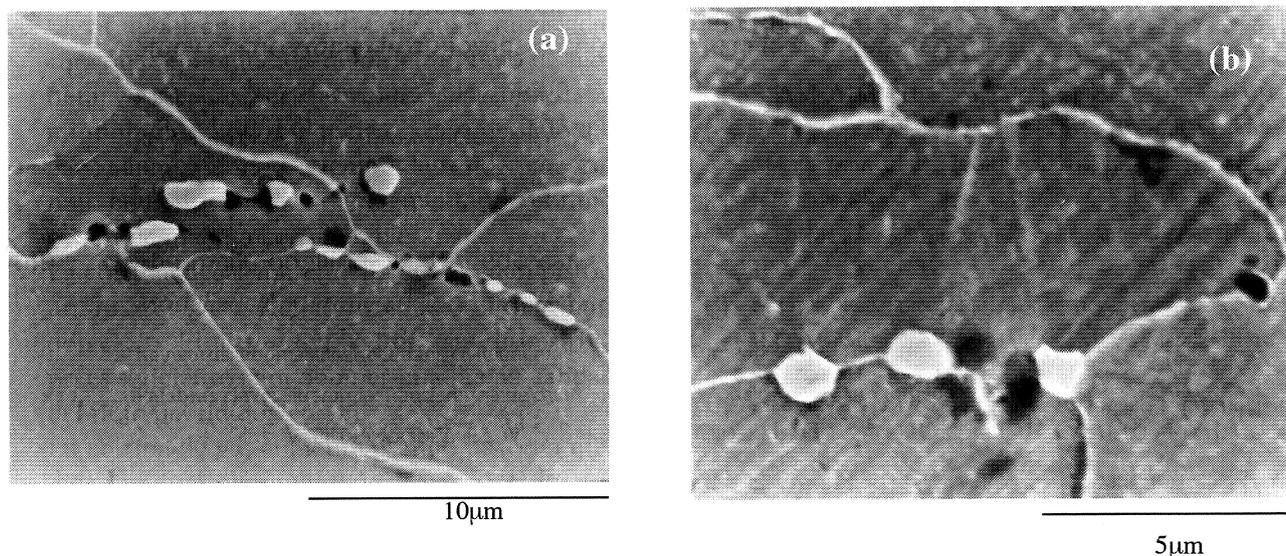


Figura 7. Microestructura por MEB de las muestras recocidas a una velocidad de calentamiento de 40 °C/h y mantenidas a 700 °C durante 6 h (a) y 15 h (d). Sección longitudinal.

Figure 7. Scanning Electron Microscopy image of samples annealed at a heating rate of 40 °C/h and hold at 700 °C for a) 6 h and b) 15 h. Longitudinal section.

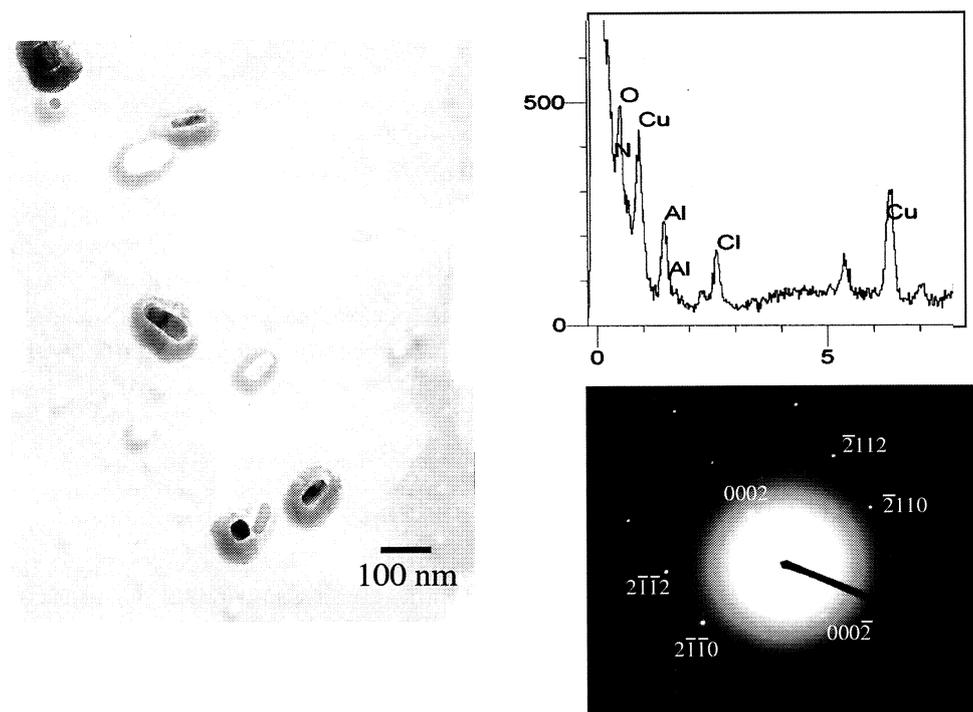


Figura 8. Fotomicrografías MET con los precipitados de AlN de muestras calentadas lentamente con análisis por EDS (a) y patrón de difracción de electrones (b), con eje de zona

Figure 8. Transmission Electron Microscopy image of AlN particles from samples slowly heated. a) Analysis by EDS, and b) electron pattern diffraction with axis zone [0110]

de los precipitados de AlN observados^[14-16]. El tamaño promedio de partículas medido en las muestras calentadas a 12 °C/h fue de 50 nm.

Mediante el análisis por MET realizado en la réplica de extracción correspondiente al acero calentado a 650 °C/min y mantenido durante 1 h a

700 °C, se observaron algunos precipitados de menor tamaño pero de igual morfología con respecto a los anteriores. El reducido tamaño de las partículas, alrededor de 30 nm en promedio, encontrado en estas muestras dificultó la realización del análisis por medio de EDX y/o difracción de electrones. Sólo, la similitud en cuanto a la forma de los precipitados observados en la figura 8, permitió inferir que se trata, presumiblemente, de partículas de nitruro de aluminio (AlN).

Durante el prolongado mantenimiento de las muestras a la temperatura de recocido de 700 °C, se produjo un crecimiento progresivo de los precipitados de AlN, obteniéndose después de 15 h de permanencia a la referida temperatura, un tamaño promedio de partículas de 80 nm para la muestra calentada a 12 °C/h y de 70 nm para la calentada a 650 °C/min.

3.6. Propiedades mecánicas del material recocido

Considerando las tres direcciones, de 0°, 45° y 90° respecto a la laminación, se calcularon los límites elásticos, la resistencia máxima a la tracción y el alargamiento promedio del material en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C, para los cuatro recocidos estudiados, llevados a cabo a velocidades de calentamiento diferentes. Dichos resultados se muestran en la tabla I. Se puede observar que, durante las seis primeras horas de mantenimiento a 700 °C, el esfuerzo de fluencia y el esfuerzo de tracción descienden bruscamente, siendo éste descenso menos pronunciado durante las siguientes nueve horas de mantenimiento. Independientemente de la velocidad con la que fue calentado el acero, el esfuerzo de fluencia tiende al mismo valor después de 15 h de mantenimiento, ubicándose, para este período de tiempo, entre 80 y 105 MPa en promedio, con una desviación estándar máxima de ± 10 para las muestras calentadas a 20 °C/h. Igual comportamiento se observa con la resistencia máxima del material, cuyo valor final se ubica en promedio entre los 230 y 260 MPa.

El porcentaje de alargamiento experimenta un considerable aumento a medida que se incrementa el tiempo de mantenimiento a 700 °C, siendo el incremento más pronunciado en el acero calentado a 12 °C/h para tiempos de calentamientos intermedios (6 h). Sin embargo, con el tiempo de recocido, las diferencias en el porcentaje de elongación de las muestras tratadas a las distintas condiciones de calentamientos se minimizan, tendiendo a un mismo valor comprendido entre 38 y 42 %, para tiempos de mantenimiento de 15 h a 700 °C.

En lo relativo a la dureza, se observó un descenso en los valores de microdureza del material con el tiempo de permanencia a 700 °C, independientemente de la velocidad de calentamiento, encontrándose en valores comprendidos entre 155 HV a 175 HV a 0 h de mantenimiento a 700 °C y entre 100 HV y 125 HV a 15 h de mantenimiento a la misma temperatura.

Las diferencias más significativas en cuanto a las propiedades mecánicas de las muestras tratadas a las distintas condiciones de calentamiento, se manifiestan con respecto al coeficiente de anisotropía (r_m). En la figura 9, se muestra un aumento del coeficiente r_m a medida que se incrementa el

Tabla I. Propiedades mecánicas de tracción del acero estudiado, a 0 h, 6 h y 15 h de mantenimiento a 700 °C y distintas velocidades de calentamiento durante el recocido. Re: Límite elástico, Rm: Resistencia máxima, %A : porcentaje de alargamiento a rotura

Table I. Tensile mechanical properties at 0 h, 6 h and 15 h of holding time at 700 °C at different heating rates. Re: Yield stress, Rm: UTS, %A : elongation

| | Rampa de calentamiento | | | | | | | | | | | |
|------------|------------------------|--------|------|---------|--------|------|---------|--------|-------|------------|--------|------|
| | 12 °C/h | | | 20 °C/h | | | 40 °C/h | | | 650 °C/min | | |
| | Re | Rm | % A | Re | Rm | % A | Re | Rm | % A | Re | Rm | % A |
| 0 h | 342±21 | 444±32 | 12±1 | 335±19 | 404±22 | 11±2 | 341±28 | 417±38 | 12±1 | 361±28 | 397±46 | 15±1 |
| Tiempo 6 h | 93±13 | 238±15 | 40±3 | 169±17 | 265±14 | 26±2 | 141±36 | 245±34 | 28±37 | 155±13 | 279±19 | 19±3 |
| 15 h | 82±4 | 237±7 | 40±6 | 100±10 | 240±10 | 38±2 | 91±1 | 250±12 | 40±3 | 102±6 | 251±18 | 42±2 |

Las unidades de P_E y R_m están en MPa

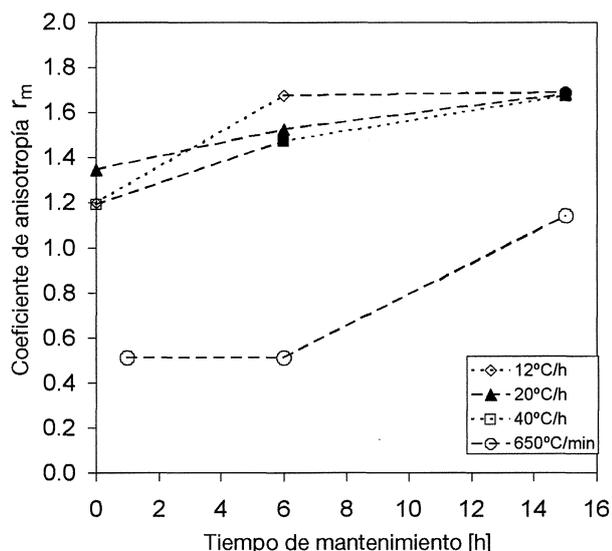


Figura 9. Variación del coeficiente de anisotropía r_m del acero en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C para las cuatro velocidades de calentamiento ensayadas.

Figure 9. Dependence of the anisotropy coefficient r_m on the holding time at 700 °C for the four heating rates tested.

tiempo de mantenimiento del acero a 700 °C. Por otra parte, se puede apreciar que, con velocidades de calentamiento bajas (12, 20 y 40 °C/h) se obtienen valores del coeficiente r_m muy superiores a los obtenidos en el acero calentado rápidamente (650 °C/min), donde el valor, a 15 h de mantenimiento es aún inferior al de las muestras mantenidas por 1 h a 700 °C, previamente calentadas a velocidades bajas. Por otra parte, el coeficiente de anisotropía planar Δr varía con el tiempo de mantenimiento, como se muestra en la figura 10. Dicho coeficiente experimenta una mayor dispersión a cortos tiempos de mantenimiento. Sin embargo, para tiempos de recocido prolongados (15 h), las diferencias en los valores del Δr son menos pronunciadas y cercanas a cero para las distintas velocidades de calentamiento empleadas.

4. DISCUSIÓN

En el acero en condición de entrega se observó cementita con disposición laminar, cementita precipitada a lo largo de los bordes de grano ferríticos, formando redes continuas y, principalmente, cementita fragmentada. Probablemente, la transición de estructuras laminares a cementita precipitada en borde de grano obedece, en primer lugar, al grado de subenfriamiento y al bajo contenido de carbono presente en el acero. Ambos factores pudieron inhibir la nucleación y el posterior creci-

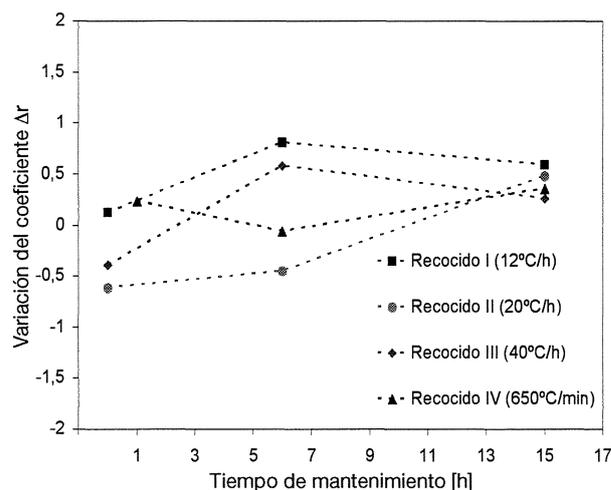


Figura 10. Variación del coeficiente de anisotropía planar (Δr) del acero en función del tiempo de mantenimiento a 700 °C para las cuatro velocidades de calentamiento ensayadas

Figure 10. Dependence of the planar anisotropy coefficient (Δr) on the holding time at 700 °C for the four heating rates tested.

miento cooperativo de láminas alternadas de ferrita y cementita durante el rápido enfriamiento o el tiempo de bobinado de la bobina a 570 °C. Con la laminación en frío a un 80 % de deformación plástica, la cementita que, originalmente, formaba una red continua o semicontinua a lo largo del borde de grano ferrítico se fracturó severamente y los grupos de partículas fragmentadas de diferentes tamaños y morfologías, se alinearon con respecto a la dirección de laminación.

El proceso acelerado de esferoidización de la cementita, encontrado en el acero calmado al aluminio durante la etapa de calentamiento a temperaturas mayores a los 600 °C, es comparable con los resultados presentados por Yang D. Z. *et al.*^[15]. Ellos demostraron que, en un acero con 0,08 % C, la esferoidización de la cementita fragmentada por el trabajo en frío ocurre, simultáneamente, con la recrystalización de la matriz ferrítica donde, la subestructura de dislocaciones introducida en el material tiene un marcado efecto acelerador en el proceso de esferoidización^[15 y 17]. Una de las posibles causas por la cual se acelera el proceso de esferoidización de la cementita fragmentada, está relacionada con la rápida y fácil disolución del carbono dentro de la matriz ferrítica. Algunos investigadores^[18-20] sugieren que la fuerza motora para la rápida disolución de la cementita aumenta debido al incremento de energía interfacial en la interfase cementita/ferrita, ya que se forman

nuevas superficies al fracturar la cementita. Además, se puede generar una alta concentración de defectos puntuales o imperfecciones cristalinas dentro de la estructura ortorrómbica de la cementita a consecuencia de la deformación plástica. Esto, hace que dicha fase se transforme en un compuesto no estequiométrico con valores energéticos altos, facilitando su rápida disolución^[19 y 20]. Independientemente de cuál sea el mecanismo exacto que describa la rápida esferoidización de la cementita encontrada en el acero estudiado, se puede inferir que el grado de deformación plástica juega un papel importante, ya que incide directamente sobre el fenómeno de esferoidización a temperaturas por debajo de los 700 °C. Es importante señalar que, con una cementita completamente esferoidizada se logra disminuir el flujo de esfuerzos producidos durante el posterior conformado en frío del material, ya que confiere al acero una mayor ductilidad y deformabilidad^[21 y 22]. A este proceso, se atribuye principalmente el aumento en el alargamiento del material con el tiempo de mantenimiento a 700 °C, especialmente en las muestras calentadas lentamente, donde el tamaño de grano ferrítico no muestra variaciones apreciables.

Los resultados obtenidos para las muestras calentadas lentamente mostraron una temperatura de recrystalización comprendida entre 600 y 650 °C. Esta elevada temperatura de recrystalización, debe estar asociada a procesos lentos de recuperación y de nucleación de nuevos granos recrystalizados. Uno de los factores que puede inhibir o retardar tales procesos, corresponde a la posible interacción entre elementos intersticiales y sustitucionales presentes en el material o bien a efectos de arrastre de soluto. Los elementos en solución tales como el carbono y elementos sustitucionales como el manganeso, pueden formar una especie compleja inmóvil, a través de una interacción electrónica, denominados comúnmente dipolos intersticial-sustitucional C-Mn. Estos dipolos son efectivos en retardar los procesos de recuperación y nucleación, ya que una dislocación para poder moverse debe interrumpir la interacción que la mantiene unida a la especie compleja o dipolo^[8, 23 y 24]. Adicionalmente, debe considerarse la posibilidad de formación de otros tipos de dipolos, como los constituidos por Al-N y por Mn-N^[8]. Tales formaciones son viables en solución sólida, debido a que sus energías de interacción son comparables con la del dipolo Mn-C explicado anteriormente, aunado con el hecho de que la ferrita se encuentre sobresaturada en nitrógeno y aluminio, antes de iniciar-

se el recocido. Desde este punto de vista, el deslizamiento de las dislocaciones es obstaculizado debido a la presencia de los dipolos Al-N y Mn-N, retardando también la recuperación y, por consiguiente, la temperatura de inicio de recrystalización. Sin embargo, con el incremento de la temperatura, los dipolos formados tenderán a descomponerse en sus átomos constituyentes. En el caso de la interacción Al-N, se disociaría para dar origen a aglomeraciones atómicas o *clusters* de nitrógeno y aluminio, que actúan, posteriormente, como precursores para la precipitación de partículas de AlN. Cabe mencionar, no obstante, que algunos autores^[7, 14 y 25-28] han puntualizado que la precipitación de pequeñas y dispersas partículas de AlN sobre subbordes de granos en aceros calmados al aluminio, retardan significativamente la etapa de recuperación previa a la recrystalización de la matriz ferrítica, ya que actúan como barreras para la migración de subbordes y la coalescencia de subgranos.

Al evaluar la influencia que tiene la velocidad de calentamiento sobre la morfología y el subsecuente crecimiento de la estructura de granos ferríticos durante la etapa de mantenimiento isotérmico a 700 °C, se definieron dos tipos de comportamiento bien diferenciados. El primero de ellos, corresponde al obtenido con la aplicación de velocidades lentas de recocido (12, 20 y 40 °C/h, respectivamente), donde se revela, en primer lugar, la presencia de una estructura constituida principalmente por granos recrystalizados de ferrita alargados tipo *pancake* y no se evidencia un crecimiento apreciable de grano, permaneciendo prácticamente constante a 25 µm, aproximadamente, a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento a 700 °C. El segundo comportamiento, corresponde al obtenido con el recocido efectuado a una elevada velocidad de calentamiento (650 °C/min), donde se observó una estructura de grano recrystalizado tendiendo a equiaxial y se evidenció un significativo incremento del tamaño del grano ferrítico con el tiempo de mantenimiento a 700 °C, aumentando desde 12 µm, aproximadamente, a 0 h, hasta 25 µm después de haber transcurrido 15 h de mantenimiento. Similares resultados, con respecto al primer comportamiento encontrado, obtuvieron Monsalve *et al.*^[4 y 29], con la aplicación de un recocido continuo en aceros de bajo contenido de carbono a distintas temperaturas.

La razón por la cual se obtiene un mayor tamaño de grano ferrítico con los recocidos efectuados a velocidades lentas, detectado en la primera etapa

de mantenimiento a 700 °C, se debe, fundamentalmente, a que con bajas velocidades de calentamiento se favorece la difusión del aluminio para formar *clusters* o pre-precipitados de AlN a temperaturas alrededor de los 550 °C, en forma de delgadas placas sobre las dislocaciones y los subbordes de granos, antes del inicio de la recrystalización de la matriz ferrítica [7, 27 y 30]. Estas aglomeraciones atómicas de nitrógeno y aluminio interfieren en los mecanismos de coalescencia de subgranos y migración de subbordes, trayendo como consecuencia la disminución en la velocidad de nucleación de nuevos granos. Por consiguiente, al existir una frecuencia reducida de nucleación, se esperaría un prolongado crecimiento de los pocos núcleos formados a bajas velocidades de calentamiento [7, 14 y 24]. Por el contrario, con el rápido calentamiento se invierte la secuencia de eventos descrita anteriormente, es decir, ocurre, en primer lugar, la recrystalización de la matriz ferrítica y, luego, la precipitación de finas y dispersas partículas de AlN. De esta manera, no se obstaculizan los procesos de recuperación por lo que se incrementa tanto el número de núcleos como la velocidad de nucleación, dando como resultado la formación de pequeños granos recrystalizados que crecen substancialmente en ausencia de obstáculos.

El hecho que el grano ferrítico permanezca aproximadamente constante a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento en los recocidos a velocidades lentas, sugiere que la presencia de finas partículas de AlN disminuye la movilidad del borde de grano ferrítico. Este hecho, es consistente con los resultados presentados por Cheng *et al.* [31], en los cuales se demuestra que manteniendo durante 168 h (7 d) a 700 °C un acero 0,037 % C - 0,040 % Al - 0,0052 % N, el tamaño de grano ferrítico permanece invariable.

El otro aspecto observado es la fuerte dependencia que tiene la morfología del grano recrystalizado con respecto a la velocidad de calentamiento. Para analizar, desde el punto de vista cuantitativo, estas diferencias se consideró el factor de forma. Cuando el acero es calentado lentamente se obtiene un factor de forma del grano recrystalizado mayor que 2, que se mantiene constante a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento isotérmico a 700 °C. Por el contrario, con una elevada velocidad de calentamiento (650 °C/min), el factor de forma del grano recrystalizado resulta ser menor que 1,5 y su tendencia es a disminuir progresivamente a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento. Estos resultados permiten afirmar

que, a bajas velocidades de calentamiento se promueve la formación de una estructura de granos alargados y orientados en la misma dirección de laminación (estructura *pancake*), mientras que a mayores velocidades de calentamiento prevalece una estructura de grano equiaxial.

La formación de la estructura tipo *pancake*, que ha recibido opiniones controvertidas en bibliografía en cuanto al origen de su formación [7, 14, 24, 31 y 32], puede ser vista como el resultado de una frecuencia de nucleación reducida seguido de un prolongado crecimiento de los nuevos granos a través de la sección longitudinal de los granos originalmente deformados a consecuencia del trabajo en frío. Sumado a esto, se tiene la precipitación o pre-precipitación de AlN en forma de delgadas placas sobre los bordes y subbordes de granos originalmente deformados. Estas delgadas placas podrían actuar como barreras anisotrópicas para el crecimiento de los nuevos granos [7 y 26]. Adicionalmente, considerando el reducido número de núcleos activos para la recrystalización debido a la presencia de aluminio y nitrógeno en solución, es de esperarse un crecimiento anisotrópico a distancias relativamente largas de estos núcleos, según la teoría de crecimiento orientado, favoreciendo así la formación de una estructura de granos tipo *pancake* [7, 14, 26 y 32]. De esta manera, en esta etapa inicial de la precipitación, es decir, durante el calentamiento, las aglomeraciones de aluminio y nitrógeno aparte de disminuir la frecuencia de nucleación de los nuevos granos, constituyen barreras mecánicas que promueven el crecimiento anisotrópico de los granos recrystalizados en determinadas direcciones, dando como resultado final una morfología de grano ferrítico alargado. El desarrollo de estructuras de granos alargados puede, también, ser atribuida a la formación de otros tipos de precipitados antes de la deformación en frío en aceros calmados al aluminio con contenidos de otros elementos aleantes tales como cromo, independientemente de la velocidad de calentamiento utilizada durante el recocido [33].

En cambio, con altas velocidades de calentamiento se incrementa el número de núcleos activos para la recrystalización, como se discutió anteriormente, siendo su posterior crecimiento no-orientado a lo largo de pequeñas distancias, dando como resultado una estructura de grano poco alargada con tendencia a equiaxial [26].

El alto valor del coeficiente de anisotropía plástica (r_m) obtenido en las muestras calentadas lentamente se relaciona, directamente, con la

presencia de una estructura de granos tipo *pancake* y con el marcado desarrollo de texturas cristalográficas de recristalización del tipo $\{111\}\langle uvw \rangle$ [7 y 26], las cuales también se intensifican durante el mantenimiento de la muestra a la temperatura de recocido. Ambos aspectos, confieren al acero una alta capacidad para la embutición en frío, ya que al obtener altos valores del coeficiente r_m se logra una pequeña reducción del espesor y una mayor deformación en el plano de la lámina. Adicionalmente, se obtienen valores de Δr aceptablemente bajos a largos tiempos de mantenimiento, independientemente de las velocidades de calentamiento ensayadas, lo cual, combinado con altos valores de r_m hacen que el material esté en óptimas condiciones para embutición.

En las muestras calentadas lentamente, la disminución progresiva del límite elástico a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento, no puede ser explicada por medio de la relación de Hall-Petch [23 y 34], ya que el tamaño de grano ferrítico permanece prácticamente invariable bajo estas condiciones de recocido. Por este motivo, el leve descenso en esta propiedad se atribuye, en primer lugar, a los fenómenos de esferoidización y posterior crecimiento de las partículas de cementita, los cuales disminuyen notablemente el gradiente de concentración de carbono disuelto en la fase matriz ferrítica y, por consiguiente, se reduce la interferencia entre éstos átomos intersticiales con las dislocaciones [7 y 35-38]. En segundo lugar, se debe, también, a la coalescencia de las partículas de nitruro de aluminio a medida que transcurre el tiempo de mantenimiento a 700 °C. Este crecimiento, trae como consecuencia un aumento en la distancia media entre partículas de AlN, lo que se traduce a una menor interferencia con el movimiento de las dislocaciones [12], lo que a su vez conduce a un aumento en el porcentaje de alargamiento del material.

Cabe destacar, que para el caso del acero sometido a una velocidad de calentamiento de 650 °C/min, el descenso del límite elástico se debe a un efecto combinado entre el crecimiento de partículas de segundas fases (Fe_3C y AlN) y el crecimiento de grano experimentado durante el mantenimiento isotérmico a 700 °C, tal y como establece la teoría de Hall-Petch.

5. CONCLUSIONES

- Los resultados obtenidos muestran que con 6 h de mantenimiento isotérmico a 700 °C, se lo-

gran conseguir propiedades de límite elástico, resistencia máxima y coeficiente de anisotropía plástica en consonancia con las especificaciones técnicas de aceros ferríticos calmados al aluminio destinados a la embutición profunda. Sin embargo, el tiempo de mantenimiento debe ser mayor a 6 h para alcanzar porcentajes de alargamiento superiores al 38 %, lo cual está asociado, principalmente, al proceso de esferoidización de la cementita.

- Los valores adecuados de anisotropía planar para embutición profunda, solamente se lograron con velocidades de calentamiento lentas, con lo cual se obtiene la estructura de grano recristalizado tipo *pancake*.
- El proceso de recristalización y la morfología del grano recristalizado, dependen fuertemente de la velocidad de calentamiento. El tiempo de mantenimiento a la temperatura de recocido no afecta apreciablemente el tamaño y morfología del grano recristalizado, cuando el acero calmado al aluminio es sometido a velocidades de calentamiento lentas durante el recocido.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer a la empresa SIDOR de Venezuela por suministrar el material utilizado en el presente estudio, al programa CYTED y al DURSI de la Generalitat de Catalunya por el financiamiento parcial del estudio a través de una acción ACI.

REFERENCIAS

- [1] J.C. MACHADO, Trabajo final de Especialización en Siderurgia, Dpto. de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela, 2001.
- [2] J. ASENSIO, G. ROMANO, V. MARTÍNEZ, J. VERDEJA Y J. PERO-SANZ, *Mater. Characterization* 47 (2001) 119-172.
- [3] C. CADY, S. RONG, G. GRAY, D. KORSEKWA Y J. BINGERT, *Metall. Mater. Trans. A* 31 (2000) 2.439-2.448.
- [4] A. MONSALVE, A. ARTIGAS D. CELENTANO Y F. MELENDEZ, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 193-198.
- [5] E. NOVILLO, M.M. PETITE, J.L. BOCOS E.I. GUTIÉRREZ, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 352-358.
- [6] F.J. HUMPHREYS Y M. HATHERLY, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, 1ª edición, Oxford 1995.
- [7] W.B. HUTCHINSON, *Int. Metall. Rev.* 29 (1984) 25-42.
- [8] R.K. RAY, J.J. JONAS Y R.E. HOOK, *Int. Mater. Rev.* 39 (1994) 129-172.

- [9] *Annual Book of ASTM Standards*. Designation: E 112-88, Vol. 02.01, 1992, p. 284.
- [10] *Annual Book of ASTM Standards*. Designation: E 8M-91, Vol. 01.02, 1992, pp. 598-616.
- [11] Y. HOUBAERT Y L. KESTENS, *IV Jornada sobre Materiales en la Industria de la Automoción: Conformado de chapa*, ASM International, Spain Chapter, Eds. A. Roca y J.M. Cabrera, Barcelona, España 2000, pp. 41-54.
- [12] G.W. DIETER, *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, 3th Edition, Boston, MA, EE. UU., 1986.
- [13] *Annual Book of ASTM Standards*. Designation: E 517-00. Vol. 03.01, 2003, pp. 537-541.
- [14] F.G. WILSON Y T. GLADMAN, *Int. Mater. Rev.* 33 (1988) 221-286.
- [15] D. YANG, E. BROWN, D. MATLOCK Y G. KRAUSS, *Metall. Trans. A* 16 (1958) 1.385-1.392.
- [16] B.A. LINDSLEY Y A.R. MARDER, *Acta Mater.* 46 (1998) 341-351.
- [17] W. JONG-NAM Y C.M. BAE, *Mater. Sci. Eng. A* 203 (1995) 278-285.
- [18] I. YAKOVLEVA, L. KARKINA, Y. KHLEBNIKOVA, V. SCHASTLIVTSEV Y T. TABATCHIKOVA, *Phys. Met. Metallogr.* 92 (2001) 602-609.
- [19] D. HYUK, R. CHEOL Y K. PARK, *Acta Mater.* 48 (2000) 3.245-3.252.
- [20] J. LANGUILLAUME, G. KAPELSKI Y B. BAUDELET, *Acta Mater.* 45 (1997) 1.201-1.212.
- [21] B.L. BRAMFITT Y A.K. HINGWE, *ASM Handbook*, Vol. 4, 10th Ed., Ohio, EE. UU., 42-55.
- [22] D. HERNÁNDEZ-SILVA, R.D. MORALES Y J.G. CABAÑAS-MORENO, *ISIJ Int.* 32 (1992) 1.297-1.305.
- [23] H. INAGAKI, *ISIJ Int.* 34 (1994) 313-321.
- [24] K. USHIODA, W.B. HUTCHINSON, J. AGREN Y S.U. VON, *Mater. Sci. Technol.* (1986) 807-815.
- [25] V. MASSARDIER, L. VORON, C. ESNOUF Y J. MERLIN, *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 1.363-1.371.
- [26] T. MICHALAK Y R.D. SCHOONE, *Trans. Metall. Soc. AIME* 242 (1968) 1.149-1.160.
- [27] H. ABE Y T. SUZUKI, *Trans. ISIJ* 11 (1971) 201-210.
- [28] R. OGAWA, T. FUKUTSUKA Y Y. YAGI, *Trans. ISIJ* 12 (1972) 291-297.
- [29] A. MONSALVE, M. PETITE, I. GUTIÉRREZ Y J. URCOLA, *VIII Congreso Nacional de Metalurgia*, Antofagasta, Chile, 1994.
- [30] E. FURUBAYASHI, H. ENDO Y H. YOSHIDA, *Mater. Sci. Eng.* 14 (1974) 123-130.
- [31] L. CHENG, E. HAWBOLT Y T. MEADOWCROFT, *Can. Metall. Q.* 39, (2000) 73-86.
- [32] I.L. DILLAMORE, C.J. SMITH Y T.W. WATSON, *Met. Sci. J.* (1967) 49-54.
- [33] V. MASSARDIER, V. GUÉTAZ Y H. YOSHIDA, *Mater. Sci. Forum* 462-432 (2003) 1.267-1.272.
- [34] I. NOVIKOV, *Theory of Heat Treatment of Metals*, Mir Publishers, Moscow, 1978, Chapter 1-2, 17-121.
- [35] J. SAURA, A. CÁRCEL, J. CEMBRERO Y J. VILLENA, *Rev. Metal. Madrid* 30 (1994) 335-345.
- [36] J.W. NAM Y B.C. MIN, *Scr. Materialia* 41 (1995) 313-318.
- [37] L.C. BROWN, *Acta Metall.* 37 (1989) 71-77.
- [38] K.M. VEDULA Y R.W. HECKEL, *Metall. Trans.* 1 (1970) 9-18.