INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA Y LAS CONDICIONES DEL PROCESADO SOBRE EL CONTENIDO EN ELEMENTOS INTERSTICIALES DE ACEROS FERRÍTICOS LAMINADOS EN FRÍO

T. De Cock[1], C. Capdevila[1], F. G. Caballero[1] y C. García de Andrés[1]*

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (3): 1319-1324

INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA Y LAS CONDICIONES DEL PROCESADO SOBRE EL CONTENIDO EN ELEMENTOS INTERSTICIALES DE ACEROS FERRÍTICOS LAMINADOS EN FRÍO

T. De Cock[1], C. Capdevila[1], F. G. Caballero[1] y C. García de Andrés[1]*

1: Grupo MATERALIA, Departamento de Metalurgia Física, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), Avda. Gregorio del Amo, 8, E-28040 Madrid, España.

** E-mail: cgda@cenim.csic.es*

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008
Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

La determinación del contenido de elementos en solución sólida en aceros bajos en carbono laminados en frío, constituye un aspecto importante debido a que los elementos intersticiales tienen un efecto perjudicial sobre las propiedades de anisotropía (textura) del producto final, generalmente chapa de automóvil. Tanto el contenido de carbono como de nitrógeno en solución sólida dependen de la composición química y de los parámetros termomecánicos tales como la temperatura de bobinado y el grado de reducción en frío. En este trabajo, se ha empleado una técnica novedosa para estudiar la relación entre las variables del procesado y la cantidad de carbono y nitrógeno en solución sólida. Las investigaciones realizadas han permitido demostrar que una selección cuidadosa de la composición, temperatura de bobinado y grado de deformación permite minimizar el contenido en elementos intersticiales, contribuyendo a la optimización del proceso de fabricación de chapa de acero para automóvil, con una sensibilidad mínima al envejecimiento y con una textura en estado recocido favorable.

Palabras Claves: *Aceros ferríticos, Elementos intersticiales, Poder termoeléctrico*

Abstract

Determining the content of solute elements in cold-rolled ferritic steels constitutes an important aspect in metallurgy, since the interstitial elements have a harmful effect on the anisotropy properties (i.e. texture) of the final product, usually steel sheets for automotive applications. Both the carbon and nitrogen contents in solid solution depend on the chemical composition and thermomechanical parameters, such as the coiling temperature and the cold reduction degree. In this work, a novel technique has been applied to study the relation between the process variables and the amount of interstitial elements in solid solution. It was shown that a careful selection of the composition, coiling temperature and deformation grade allows minimizing this content, optimizing the manufacturing process of steel sheets with a low ageing sensitivity and a favorable as-annealed texture.

Keywords*: Ferritic steels, Interstitial elements, Thermoelectric power*

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros ferríticos de última generación para chapa de automóvil están diseñados para optimizar las propiedades de embutición, reduciendo a la vez el espesor de chapa. Para ello, se les aplica una ruta de procesado larga y compleja que comprende la laminación en caliente, bobinado, laminado en frío y recocido a una temperatura relativamente baja (alrededor de 600 ºC). Durante esta última etapa tiene lugar una regeneración de la microestructura (recristalización) acompañada de una evolución de la textura, que provoca que el acero recupere parte de la ductilidad perdida durante la laminación en frío. La correcta selección del valor de los parámetros en cada etapa del procesado permite controlar esta textura, con el fin de optimizar la anisotropía en las chapas y obtener una textura final apropiada para la embutición. En este sentido, la temperatura de bobinado y la etapa de laminación en frío son de vital importancia para la evolución de la textura y la microestructura en etapas posteriores.

Varios estudios [1-3] indican que los elementos intersticiales C y N constituyen el principal factor que afecta a las propiedades de anisotropía del

material, ya que ambos elementos tienen un efecto perjudicial sobre el desarrollo de una textura apropiada para la embutición cuando se encuentran en solución sólida [4].

En el presente trabajo, se abordará detenidamente la relación entre el procesado y la concentración de intersticiales por medio de la técnica de la medida del Poder Termoeléctrico (PTE). La gran sensibilidad a cualquier cambio composicional y del estado de deformación [5] del PTE la convierten en una técnica experimental adecuada para estudiar la influencia de los parámetros clave del procesado, como la temperatura de bobinado y el grado de reducción en frío, sobre la concentración de intersticiales antes de la etapa de la recristalización.

2. PARTE EXPERIMENTAL

La composición de los aceros estudiados en este trabajo figura en la Tabla 1. Los materiales han seguido una ruta de laminación austenítica, con una temperatura de final de laminación de 890 ºC, seguida de un posterior enfriamiento al aire hasta la temperatura de bobinado (CT). Posteriormente fueron laminados en frío con el grado de reducción de (CR) especificado en esta tabla.

Tabla 1. Composición química (en porcentaje en masa) de los aceros estudiados.

Acero	C	Si	Mn	P	Al	N	CT*	CR**
A	0,014	0,007	0,19	0,007	0,055	0,0025	740	70
B	0,045	0,010	0,19	0,012	0,040	0,0037	740	75
C	0,080	0,011	0,17	0,004	0,053	0,0040	740	75
D	0,014	0,007	0,19	0,007	0,055	0,0025	740	59
E	0,014	0,007	0,19	0,007	0,055	0,0025	740	80
F	0,014	0,006	0,21	0,007	0,053	0,0028	550	75

CT: Temperatura de bobinado, en ºC.
CR: Grado de reducción en frío, en %.

Para el estudio metalográfico se corta un trozo de cada material en el estado final de procesado (estado de recepción), se preparan metalográficamente las probetas de forma habitual y, a continuación, se atacan con picral, un reactivo que revela con nitidez la presencia de carburos en la microestructura [6].

El esquema del equipo de poder termoeléctrico (PTE) se detalla en otro trabajo [7]. El procedimiento experimental de la medida del PTE es el siguiente: la muestra se sujeta entre dos bloques de un metal de referencia (en el presente caso, acero de bajo contenido en carbono). Entre ambos bloques existe una diferencia de temperatura ΔT=10 ºC, que da lugar a una diferencia de potencial ΔV entre los extremos de la referencia (efecto Seebeck). El poder termoeléctrico S se define como la relación $\Delta V/\Delta T$, aunque en el presente caso el equipo no muestra el valor absoluto de la muestra (S*), sino un PTE relativo en comparación con el PTE de hierro (S0*) a 20 °C:

$$S = S^* - S_0^* = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (1)$$

El valor del poder termoeléctrico no depende del tamaño de la muestra, lo que es otra ventaja importante de la técnica. Además, la medida se lleva a cabo de forma rápida (menos de 1 minuto) y precisa (aprox. ± 0,5%). La resolución típica del equipo es de 0.001 μV/K.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El ataque con picral de los aceros A, C y F (figura 1) revela que a temperaturas de bobinado altas la cementita está presente en la microestructura en forma grosera (micrografías (a) y (b) de la figura 1). Además, la cantidad de precipitados es más alta en el acero con más carbono (micrografía (b)). Por otra parte, al bajar la temperatura de bobinado, se observa que el proceso de precipitación es diferente, dando lugar a precipitados muy finos (micrografía (c)).

De estos ataques metalográficos se deduce que, para la misma temperatura de bobinado, el estado de precipitación de los aceros es morfológicamente comparable. Con objeto de estudiar si existe aún carbono en solución sólida después del proceso de precipitación en forma de cementita, que tiene lugar durante el bobinado, se ha aplicado un mantenimiento isotérmico a 270 ºC durante 3 horas. Como ya ha sido referenciado en la literatura [8], a esta temperatura solo tiene lugar un único proceso: la difusión de elementos intersticiales (C y N) hacia las dislocaciones. Este proceso provoca un aumento del poder termoeléctrico, ya que los elementos intersticiales que se encontraban en solución sólida difunden hacia las dislocaciones y ya no son detectables con esta técnica [9].

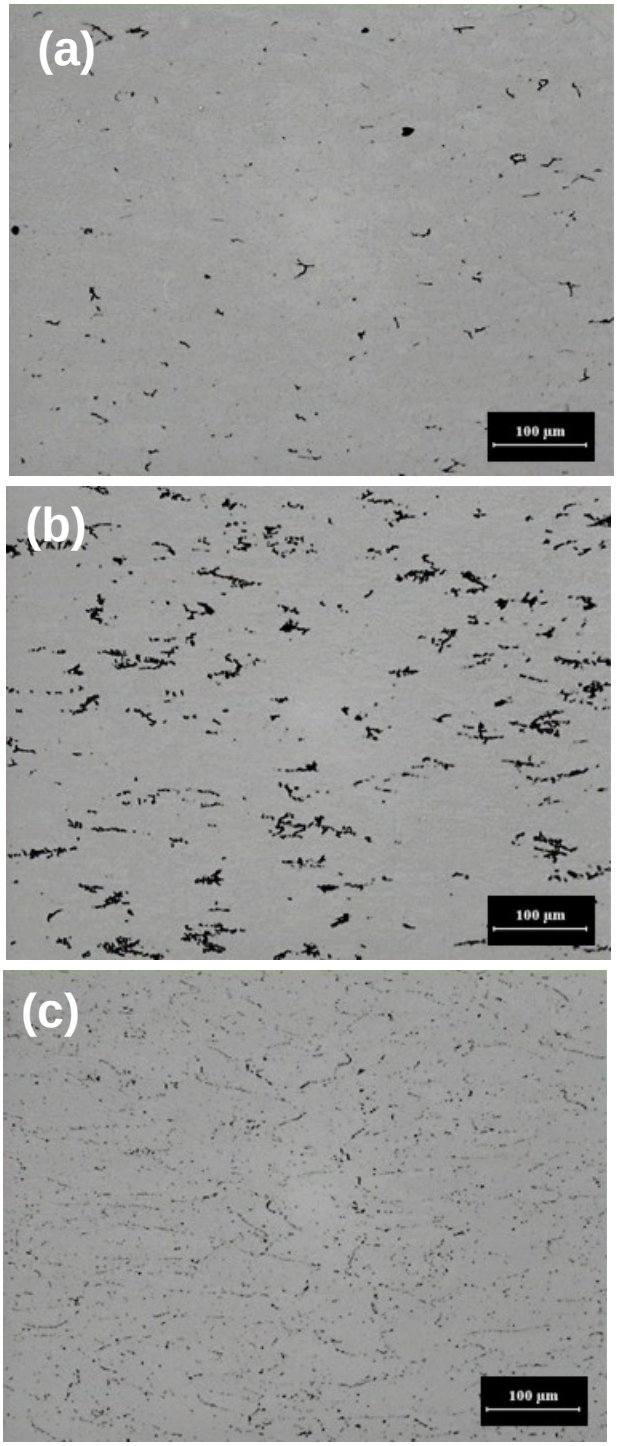


Figura 1. Microestructura del acero en estado de recepción (a) Acero A (C=0,014 %-peso y CT=740 ºC); (a) Acero C (C=0.08 %-peso y CT=740 ºC) y (a) Acero F (C=0,014 %-peso y CT=550 ºC). Las partículas de cementita se observan claramente.

Tabla 2. Medida del PTE (ΔS) después del mantenimiento a 270 ºC durante 3 horas y medida del contenido de carbono en solución sólida según [10].

Acero	ΔS (en nV/K)	$[C]_{SS}$ (en ppm)
A	61	25,4
B	87	38,1
C	102	43,3
D	54	23,7
E	97	37,6
F	159	44,5

Los resultados de la medida del PTE se resumen en la Tabla 2. La misma tabla incluye la medida del contenido de carbono en solución sólida, según el análisis experimental de Hutchinson, basado en un estudio metalográfico, termodinámico, y de la disolución de cementita [10]. Dado que el aumento del poder termoeléctrico ΔS durante un mantenimiento a 270 ºC solo es debido a la difusión de elementos intersticiales, su valor se puede describir mediante una ecuación del tipo:

$$\Delta S = K_C[C]_{SS} + K_N[N]_{SS} \qquad (2)$$

Donde $[C]_{ss}$ y $[N]_{ss}$ es el contenido en solución sólida de carbono y nitrógeno, respectivamente, y K_c y K_n son dos constantes.

Para la aplicación de esta fórmula general es necesario considerar que a temperatura de bobinado alta (CT=740 ºC), todo el nitrógeno precipita en forma de AlN durante el bobinado, mientras que a temperatura de bobinado baja (CT=550 ºC) no se ha producido la precipitación de AlN [11]. Por tanto, en el primer caso se puede asumir que $[N]_{SS} = 0$ y que la única contribución al PTE es debido a la difusión de carbono. En efecto, como se observa en la figura 2, la temperatura de solubilidad del carbono se encuentra por encima de la temperatura de bobinado en todos los aceros salvo en el acero A, donde casi coinciden. Esto demuestra que el carbono no se puede precipitar por completo en forma de cementita, y que el contenido en $[C]_{SS}$ debe ser más alto cuanto más alta la diferencia entre ambas temperaturas. Esta tendencia se confirma al comparar los datos de la tabla 2: el contenido de carbono en solución sólida es más alto en los aceros con más carbono nominal. Asimismo,

de la tabla 2 también se deduce que un aumento de la deformación en frío provoca un aumento de $[C]_{SS}$, probablemente debido a la disolución parcial de la cementita durante la deformación.

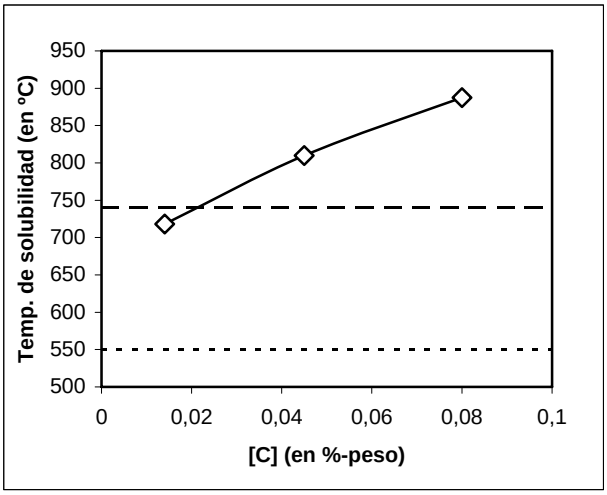


Figura 2. Temperatura de solubilidad en función del contenido nominal en carbono, según la fórmula de Pichler *et al.* [11]. Las dos temperaturas de bobinado se indican mediante líneas horizontales.

Al aplicar la fórmula (2) para el acero A, es decir, con $[N]_{SS} = 0$ y utilizando los valores de la tabla 2, se obtiene un valor de K_c=2,40. A continuación, este valor se puede introducir en la misma fórmula, para obtener un valor calculado de $[C]_{SS}$ a partir de las medidas del PTE (tabla 2). Como se observa en la figura 3, el ajuste entre los valores experimentales y calculados es excelente, permitiendo así calcular el contenido de carbono en solución sólida para todos los aceros con la misma temperatura de bobinado, reduciendo considerablemente el tiempo experimental.

Por otra parte, como se ha observado anteriormente, dicho razonamiento sólo es válido para aceros con temperaturas de bobinado altas, donde no existe nitrógeno en solución sólida.

Para el caso del acero F, la contribución al PTE es la suma de los incrementos producidos por la difusión del carbono y del nitrógeno.

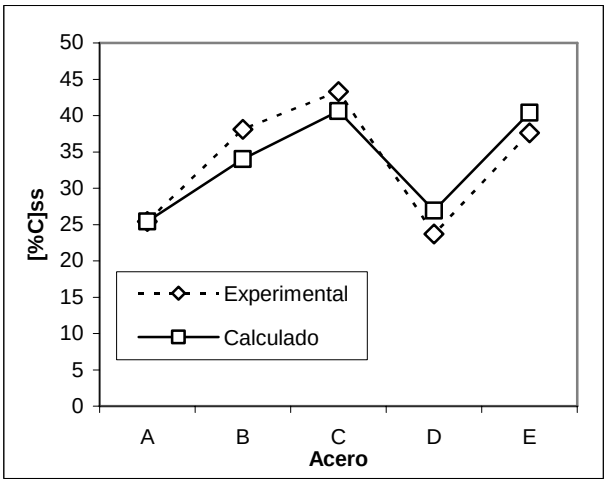


Figura 3. Comparación entre los valores experimentales (tabla 2) y calculados (fórmula (2)) del carbono en solución sólida en los aceros A-E.

Como se observa en la figura 4, la subida adicional detectada por la difusión de nitrógeno en este acero permite calcular el valor experimental de K_N, dado que para una temperatura de bobinado tan baja (CT=550 ºC) la precipitación de AlN es despreciable [11]. Asumiendo que la totalidad del N se encuentra en solución sólida ($[N]_{ss}$=28 ppm), e introduciendo este valor en la ecuación (2), se obtiene que K_N=1,86. Este resultado coincide con un estudio anterior [12], en el que se demuestra que la contribución del nitrógeno a la subida del PTE es inferior a la del carbono.

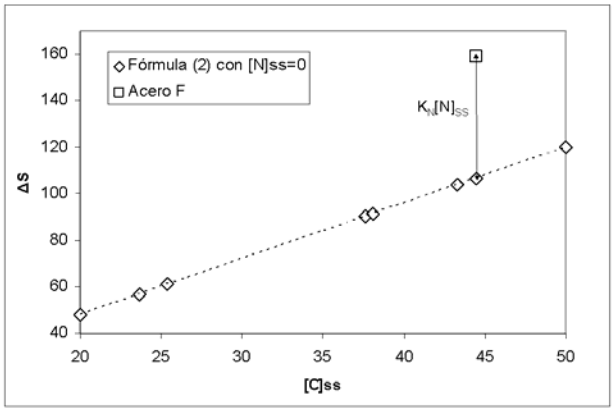


Figura 4. Incremento del PTE debido al aumento del carbono en solución sólida y caso del acero F, donde se observa un aumento adicional debido al nitrógeno en solución sólida.

Por último, se pueden aplicar los resultados del presente trabajo al estudio de la textura. Como se ha indicado anteriormente, el contenido de intersticiales afecta de forma importante a la textura más apropiada para la embutición, que es la textura γ (presencia mayoritaria en los aceros de granos de ferrita con el plano {111} paralelo al plano de laminación). A partir de las medidas de Rayos X, publicados en otro artículo [13], se puede determinar la fracción de granos que pertenecen a este grupo de orientaciones cristalográficas (fibra), $V_{\{111\}}$. Al comprar dicha fracción con el contenido total en intersticiales (figura 5) en los aceros A, C y F, se observa claramente que el aumento de la concentración en intersticiales disminuye drásticamente la fracción de volumen de textura apropiada para la embutición.

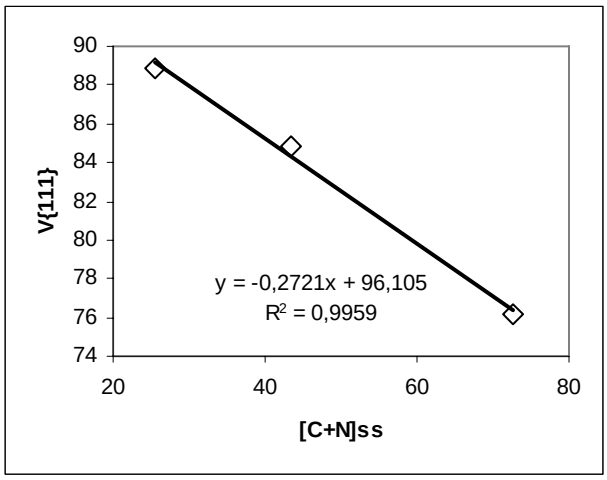


Figura 5. Evolución de la fracción de granos de la fibra γ en los aceros A, C y F en función del contenido en intersticiales.

De este estudio se puede concluir que tanto un aumento de la concentración nominal del carbono, la disminución de la temperatura de bobinado y el aumento de la reducción en frío tienen una influencia negativa sobre la textura, y por tanto es de esperar que también sobre las propiedades de embutición del acero.

4. CONCLUSIONES

Se han estudiado seis aceros con un contenido en carbono, grado de deformación en frío y temperatura de bobinado diferentes y se ha analizado el estado de precipitación en cada uno. El estudio metalográfico revela que la cementita precipita con morfología grosera en los aceros con temperatura de bobinado alta y fina cuando dicha temperatura sea más baja. El estudio de los aceros por medio del poder termoeléctrico ha permitido diseñar un método para calcular el contenido de carbono en solución sólida. Se he demostrado que, para temperaturas de bobinado altas, el valor del poder termoeléctrico solo depende del carbono en solución sólida, que aumenta conforme se incrementa el contenido nominal del carbono y el grado de deformación en frío. Para temperaturas de bobinado bajas, se debe considerar una segunda contribución, debido a la presencia de nitrógeno en solución sólida. El trabajo ha permitido cuantificar el peso de cada proceso y se ha demostrado que el contenido total de intersticiales está directamente relacionado con la disminución de la fracción de la textura ideal para la embutición, la fibra γ.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Unión Europea su apoyo por medio de la financiación de un proyecto del programa del Carbón y del Acero (ECSC-7210-PR-368) y al Ministerio de Ciencia y Tecnología (Special Action MAT 2002-10810-E). T. De Cock agradece al Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) por su ayuda en la forma de una beca predoctoral (Programa I3P).

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Engl B, Drewes EJ. Proc. *Symp. Technology of Continuously Annealed Cold-Rolled Sheet Steels*. Ed. Pradhan, Warrendale (EE.UU.): The Metallurgical Society of AIME, 1984, p. 123-138.

[2] Wilson FG, Gladman T. *Inter. Mater. Rev*. 1988; **33**: 221-286.

[3] Okamoto A, Takahashi M. ICOTOM 6 *Proc. 6th Int. Conf. on Textures of Materials*. Tokio (Japón): The Iron and Steel Institute of Japan, 1981, vol. 2, p. 739-748.

[4] Kubotera H, Nakaoka K, Araki K, Watanabe K, Nishomoto A, Iwase K. *Trans. ISIJ*. 1977; **17:** 663.

[5] Lavaire N, Merlin J, Sardoy V. *Scripta Mater.* 2001; **44:** 553-559.

[6] Lepera FS. Journ. of Metals. 1980; **32**, 38-39.

[7] Ney JL. *Metall. Mater. Trans. A*. 1998; **29**, 2669.

[8] Ferrer JP, De Cock T, Capdevila C, García

Caballero F, García de Andrés C. *Acta Mater.* 2007; **55**, 2075-2083.

[9] Soenen B, De AK, Vandeputte S, De Cooman BC. *Acta Mater*. 2004; **52**, 3483-3492.

[10] Hutchinson WB, Ushioda K. Scand. J. Metallurgy. 1984; **29**, 25.

[11] Pichler A. *et al.*, "Improvement of cold rolled products by computer assisted metallurgical modelling". ECSC Steel Programme 7210-PR-163, Draft Final Report, 2003.

[12] Brahmi A, Tesis Doctoral. INSA de Lyon; 1993, 212.

[13] De Cock T, Capdevila C, Caballero FG y García de Andrés C. *Mater. Sc. and Eng*. A, sometido a publicación en agosto 2008.