

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad  
Intelectual  
Oficina internacional



(10) Número de Publicación Internacional  
**WO 2010/142833 A1**

(43) Fecha de publicación internacional  
16 de diciembre de 2010 (16.12.2010)

PCT

- (51) **Clasificación Internacional de Patentes:**  
C21D 8/02 (2006.01) C22C 38/14 (2006.01)
- (21) **Número de la solicitud internacional:**  
PCT/ES2010/070385
- (22) **Fecha de presentación internacional:**  
9 de junio de 2010 (09.06.2010)
- (25) **Idioma de presentación:** español
- (26) **Idioma de publicación:** español
- (30) **Datos relativos a la prioridad:**  
P 200930282 9 de junio de 2009 (09.06.2009) ES
- (71) **Solicitante (para todos los Estados designados salvo US):** CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS (CSIC) [ES/ES]; C/ Serrano, 117, E-28006 Madrid (ES).
- (72) **Inventores; e**
- (75) **Inventores/Solicitantes (para US solamente):** MEDINA MARTÍN, Sebastián, F. [ES/ES]; Centro Nacional De Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Avda. Gregorio del Amo, s/n, E-28040 Madrid (ES). GÓMEZ, Manuel [ES/ES]; Centro Nacional De Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Avda. Gregorio del Amo, s/n, E-28040 Madrid (ES). FERNÁNDEZ GONZÁLEZ, Bernardo, J. [ES/ES]; Centro Nacional De Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Avda. Gregorio del Amo, s/n, E-28040 Madrid (ES). LÓPEZ SERRANO, Víctor [ES/ES]; Centro Nacional De Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Avda. Gregorio del Amo, s/n, E-28040 Madrid (ES).
- (74) **Mandatario:** PONS ARIÑO, Ángel; Glorieta de Rubén Darío, 4, E-28010 Madrid (ES).
- (81) **Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible):** AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) **Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible):** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Publicada:**  
— con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))

(54) **Title:** SIMPLIFIED PROCESS FOR HOT-ROLLING A STRUCTURAL STEEL WITH TITANIUM AS A MICROALLOYING ELEMENT

(54) **Título :** PROCESO SIMPLIFICADO DE LAMINACIÓN EN CALIENTE DE UN ACERO ESTRUCTURAL CON TITANIO COMO ELEMENTO MICROALEANTE

(57) **Abstract:** Simplification of the hot-rolling process in a rolling train for structural steels containing Ti and N and with a Ti/N ratio of between 1 and 3, preferably close to 2. The recrystallized austenitic grain size is reduced very little between passes, since the starting point is a very small initial austenitic grain corresponding to the reheating temperature. The present invention proposes a smaller number of passes. The final ferritic grain would be refined by pre-hardening of the austenite, which is achieved by performing the last passes at temperatures close to  $A_{r3}$ , followed by immediate cooling after the passage through the rolling train, at a cooling rate of approximately 20°C/s.

(57) **Resumen:** Simplificación del proceso de laminación en caliente en un tren de laminación de aceros estructurales conteniendo Ti y N y con relación Ti/N comprendida entre 1 y 3, preferentemente próxima a 2. El tamaño de grano austenítico recristalizado se reduce muy poco entre pasadas, ya que se parte de un grano austenítico inicial muy pequeño correspondiente a la temperatura de recalentamiento. La presente invención propone un menor número de pasadas. El afino del grano ferrítico final se obtendría por endurecimiento previo de la austenita, lo que se consigue realizando las últimas pasadas a temperaturas próximas a  $A_{r3}$ , seguido de enfriamiento inmediato tras el paso por el tren de laminación, a una velocidad de enfriamiento próxima a 20°C/s.

WO 2010/142833 A1

**PROCESO SIMPLIFICADO DE LA LAMINACIÓN EN CALIENTE DE UN  
ACERO ESTRUCTURAL CON TITANIO COMO ELEMENTO  
MICROALEANTE**

5

**DESCRIPCIÓN**

**OBJETO DE LA INVENCION**

10 El objeto de la invención se refiere a un proceso simplificado de laminación en caliente de aceros estructurales microaleados con titanio, que implica un ahorro de energía y un aumento de la efectividad respecto a los procesos convencionales.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

15

Los aceros estructurales conteniendo Ti son aceros de microestructura ferrita+perlita que, además de cumplir las propiedades mecánicas que se les exige, especialmente de resistencia a tracción (superior 500 MPa) y de tenacidad (Temperatura de transición dúctil-frágil (TT) por debajo de -50°C), son de alta soldabilidad, y esto les hace aptos para su empleo en grandes estructuras de ingeniería que necesariamente deben construirse por soldadura de sus componentes.

20

Los aceros estructurales ( $C < 0.18\%$ ) laminados en caliente con microestructura final de ferrita y perlita son utilizados en multitud de aplicaciones en las que se exige un buen compromiso de resistencia y tenacidad, con temperaturas de transición dúctil-frágil inferiores a -50°C. Este tipo de aceros puede cubrir muchas aplicaciones en el mercado, especialmente grandes estructuras en las que se requiere la soldadura como técnica de unión. Estos aceros son laminados en caliente tanto de forma convencional, es decir en un proceso de laminación controlada, como por laminación directa / compacta.

25  
30

Los aceros microaleados con Ti tienen la ventaja de que el tamaño de grano austenítico a la temperatura de recalentamiento, previa a la laminación, es muy pequeño. Por otra parte, los aceros estructurales deben tener una microestructura ferrítica fina para alcanzar los valores de resistencia y tenacidad señalados. El papel de las partículas TiN o TiC como controladores del tamaño de grano austenítico, inhibiendo el crecimiento del tamaño de grano, es bien conocido y el mecanismo a través del cual ejercen dicho control puede ser explicado e interpretado por las expresiones de Zener y Gladman, que relacionan el tamaño de precipitado y la fracción de volumen precipitado con el tamaño de grano austenítico.

La mayor parte de los autores están de acuerdo en que para la mayoría de las aplicaciones en las que se exige el control del tamaño de grano austenítico, una relación Ti/N generalmente comprendida entre 1 y 3 proporciona buenos resultados, especialmente cuando el Ti comienza a precipitar en estado sólido, ya que el tamaño medio de los precipitados sería más pequeño. Esta característica hace que el Ti sea un elemento indispensable en los aceros soldables.

En los aceros estructurales/microaleados con Ti, las partículas TiN no se disuelven a las temperaturas de recalentamiento, aunque puede producirse una disolución parcial. Por consiguiente, durante la laminación en caliente el tamaño medio y el volumen precipitado permanecen constantes. Debido a las fuerzas de anclaje que las partículas ejercen en los límites (fronteras) de grano austenítico, este permanece pequeño durante toda la laminación, y en consecuencia la recrystalización entre pasos es muy rápida.

La nucleación de la ferrita durante la transformación austenita→ferrita tiene lugar preferentemente en los límites de grano y también sobre los subgranos (o apilamientos de dislocaciones). Además de los lugares de nucleación heterogénea de la ferrita, conocidos como clásicos y señalados anteriormente, en los últimos años se viene estudiando una tercera vía que consiste en la nucleación intragranular de la ferrita sobre precipitados e inclusiones. Algunos

autores han estudiado la nucleación intragranular de la ferrita acicular sobre inclusiones de MnS-CuS. Otros han estudiado la nucleación intragranular de la ferrita idiomórfica sobre precipitados complejos formados por inclusiones y precipitados del tipo V(C,N).

5

A diferencia de los precipitados (partículas) V(C,N) que tienen una baja energía interfacial con respecto a la ferrita y relativamente alta con respecto a la austenita y por tanto son fuentes de nucleación para la ferrita, las partículas TiN no poseen las mismas características. Esta es una de las razones por la que muchos aceros conteniendo Ti también llevan V como elemento microaleante.

10

Por consiguiente, un camino para afinar el grano ferrítico sería alcanzar un notable endurecimiento de la austenita durante la laminación en caliente, aumentando así la densidad de dislocaciones, y favoreciendo de este modo la nucleación de la ferrita sobre las mismas.

15

## DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Los objetivos expresados anteriormente se logran por medio de un proceso de laminación en caliente de aceros estructurales microaleados con titanio y nitrógeno, según se describe a continuación:

20

### a) Para el caso de laminación en un tren de bandas en caliente

1. El elemento de partida es un acero estructural con la siguiente composición química:

25

$C \leq 0.18\%$ ;  $Mn = 1.3\% - 1.6\%$ ;  $Si = 0.2\% - 0.3\%$ ;  $Al < 0.010\%$ ;  $Ti/N = 1 - 3$

2. La temperatura de recalentamiento en los hornos, antes del comienzo de la laminación puede ser de entre 1000 y 1050° C, ya que es imposible disolver los precipitados TiN y además el tamaño de grano inicial de la austenita es muy

30

pequeño manteniéndose constante durante la laminación a pesar de las sucesivas recristalizaciones entre pasos. Esto supone, por una parte una fuerte reducción en comparación con la laminación convencional en la que la temperatura de recalentamiento es de aproximadamente 1200°C, incluso mayor, y en consecuencia se consigue una reducción considerable del gasto energético. Por otra parte, debido al tamaño de grano inicial pequeño el tamaño de grano no se reduce por la recristalización entre pasos, lo que aumentaría considerablemente la productividad.

El número de pasadas de la laminación en caliente será reducido sin menoscabo de la calidad del producto final. En el caso de chapa delgada (banda) laminada, el número de pasadas se reduce incluso hasta por debajo del 50 %, pudiendo ser suficientes dos pasadas en el tren desbastador y dos/tres en el tren acabador. Esto se traduce en mayor productividad y menores costes.

4. Las últimas pasadas deben realizarse a temperaturas próximas pero superiores a la temperatura de comienzo de la transformación austenita→ferrita, conocida como  $A_{r3}$ .

5. La velocidad de enfriamiento inmediatamente posterior al último paso de laminación debe ser lo más alta posible, cuyo límite sería aquella velocidad que comience a dar bainita por transformación de la austenita. Existe un límite superior a dicha velocidad de enfriamiento, cuyo valor es aproximadamente 20°C/s. Una velocidad superior daría bainita, fase microestructural no deseada. Existe un límite inferior para dicha velocidad, que vale 12° C/s. por debajo del cual el efecto deseado no se lleva a cabo en cuantía satisfactoria.

30

**b) Para el caso de laminación en un tren reversible (chapa gruesa)**

1. La composición del acero de partida coincide con la del apartado a).

2. Temperatura de recalentamiento del orden de 1000°C. En este caso la  
5 temperatura de recalentamiento puede ser mayor que en el caso anterior, ya que  
el desbaste de partida es más grueso y se enfría más lentamente.

3. Ejecutar la laminación definiendo el número de pasadas necesario para  
alcanzar el espesor de chapa deseado con la única restricción de la capacidad de  
10 las máquinas empleadas. De este modo, el proceso es efectivo incluso con  
grandes deformaciones entre pasadas, pudiéndose llegar a un número de  
pasadas que sea el mínimo posible en función de las características del material y  
de los medios disponibles.

4. Las últimas pasadas deben efectuarse a temperaturas superiores y  
15 próximas a  $A_{r3}$ .

5. Enfriamiento acelerado al final del paso por el tren de laminación,  
inmediatamente después de la última pasada, a una velocidad próxima a 20°C/s.

20

## DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de  
ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de  
25 acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se  
acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en  
donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Fig. 1. Tamaño de grano austenítico a 1300°Cx10 min de los aceros  
30 estudiados.

Fig. 2. Simulación de laminación en caliente.

Fig. 3. Tensión media de fluencia (MFS) en laminación frente a la inversa de la temperatura absoluta.

Fig. 4. Micrografía hecha por extracción de replica de carbono. Acero Z9, deformación  $\varepsilon = 0.20$ ; tiempo interpaso  $\Delta t = 20$  s enfriado desde  $825^{\circ}\text{C}$ .

Fig. 5. Tamaño de grano austenítico frente a la inversa de la temperatura absoluta y frente a la temperatura en  $^{\circ}\text{C}$ .

Fig. 6. Tamaño de grano ferrítico ( $D_{\alpha}$ ) frente al tamaño de grano austenítico ( $D_{\gamma}$ ).

Fig. 7. Diagrama de transformación de fase en enfriamiento continuo (TTT). Acero Z8.

Fig. 8. Tamaño de grano ferrítico frente a la velocidad de enfriamiento. Acero Z8.

Fig. 9. Curva de solubilidad para las partículas TiN a  $1500^{\circ}\text{C}$ .

## REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

### Composición química de los aceros estudiados

Se estudiaron 3 aceros estructurales con contenidos diferentes de Ti y N. La Tabla 1 muestra la composición química de todos ellos. Como puede apreciarse, dos aceros son microaleados con porcentajes diferentes de Ti y el otro no contiene Ti, siendo el acero de referencia.

Tabla 1. Composición química de los aceros empleados (% peso)

Acero	C	Mn	Al	Ti	N	Ti/N
Z7	0.10	1.15	0.042	0	0.0084	0
Z8	0.11	1.20	0.039	0.017	0.0084	2.02
Z9	0.11	1.04	0.045	0.031	0.0073	4.24

### **Simulación de la laminación en caliente**

5 Se realizaron tratamientos termomecánicos de laminación en una secuencia de 21 pasos, estudiando la influencia de la deformación y del tiempo interpaso, que son las variables más importantes y más influyentes en la microestructura. Las condiciones programadas y posteriormente ensayadas fueron las siguientes:

10

Temperatura de austenización o recalentamiento: 1300°Cx10min

Deformación real aplicada en cada paso: 0.20; 0.35.

Temperatura del primer paso: 1175°C

Temperatura del último paso: 675°C

15 Número de pasos en casa simulación: 21

Decremento de temperatura entre pasos: 25°C

Tiempos interpasos ensayados: 20, 30, 60, 100 s

20 Se midió el tamaño de grano austenítico a la temperatura de recalentamiento (1300°Cx10 min), siendo el acero Z8 el que dio un tamaño más fino, del orden de 18  $\mu\text{m}$ , frente a 25  $\mu\text{m}$  para el acero Z9 y 140  $\mu\text{m}$  para el acero Z7 (sin Ti) (Fig. 1).

25 Todas las simulaciones se realizaron por torsión y se determinaron las curvas tensión-deformación calculadas a partir de las curvas Par de torsión-No. de giros. Estos cálculos se realizan a través de la ecuaciones de conversión obtenidas aplicando el Criterio de Plasticidad de Von Mises. A partir de las curvas anteriores, se calculó la tensión media de fluencia en cada paso (MFS=Mean Flow

Stress) por integración numérica de cada curva tensión-deformación y división por el valor de la deformación. (0.20 ó 0.35).

La Fig. 2 es un ejemplo de simulación donde se muestran las curvas  
5 tensión-deformación de todas las pasadas para el caso del acero Z7 con un  
primer paso a 1175°C, un último paso a 700°C, una deformación de 0.23, un  
tiempo interpaso de 20s y una velocidad de deformación de 3.63 s<sup>-1</sup>. La Fig. 3  
muestra la tensión media de fluencia alcanzada en cada pasada frente a la  
10 inversa de la temperatura absoluta para el caso del acero Z7 con los mismos  
parámetros que en la Fig 2. Esta última representación permite calcular las  
temperaturas críticas del acero en la laminación, tales como T<sub>nr</sub> (temperatura de  
no-recristalización de la austenita) y A<sub>r3</sub>. Estas temperaturas delimitan las regiones  
de recristalización (I), recristalización parcial (II) y de transformación de fase (III).

15 Como puede observarse, MFS sufre un cambio en la pendiente de la línea  
de regresión. La diferencia de pendiente entre estas dos rectas es la tensión  
acumulada,  $\Delta\sigma$ . La región III es la zona donde ocurre la transformación de fase  
austenita → ferrita.

20 Este tipo de gráficas arroja una amplia información que permite conocer  
con exactitud la evolución termomecánica del acero y la evolución  
microestructural de la austenita. En este sentido, se determinaron los siguientes  
parámetros que caracterizan la laminación:

25 -Valor de la temperatura de no-recristalización en cada simulación (T<sub>nr</sub>).  
-Valor de la temperatura de comienzo de la transformación  
austenita→ferrita (A<sub>r3</sub>) en cada simulación.

-Cálculo de la tensión acumulada en la austenita durante la laminación.  
30 Este parámetro es el principal responsable del afino de grano ferrítico alcanzado.

Los valores determinados se muestran en la Tabla 2, observándose que en  
estos aceros es muy difícil obtener un valor de la tensión acumulada ( $\Delta\sigma$ ) que

pueda endurecer suficientemente la austenita. En muchos casos el valor de  $\Delta\sigma$  fue nulo, o lo que es lo mismo, la recrystalización entre pasadas es completa hasta la temperatura de transformación  $A_{r3}$ , no apareciendo por tanto la temperatura  $T_{nr}$ . En otras palabras, las partículas TiN, si bien son capaces de controlar el crecimiento de grano austenítico, no son capaces de inhibir la recrystalización entre pasadas, antes bien parecen que actúan como lugares de nucleación para los nuevos granos recrystalizados.

5

Tabla 2. Valores de  $T_{nr}$ ,  $A_{r3}$  y  $\Delta\sigma$  en la simulación de la laminación en caliente.

10

Acero	Tiempo interpaso [s]	$T_{nr}$ [°C]	$A_{r3}$ [°C]	$\Delta\sigma$ [MPa]
Z7	20	847	769	21.1
	30	890	787	9.6
	60	821	778	12.4
	100	---	752	---
Z8	20	848	777	15.9
	30	830	779	15.4
	60	---	784	---
	100	---	798	---
Z9	20	---	783	---
	30	---	782	---
	60	---	789	---
	100	---	787	---

### Tamaño de las partículas TiN

Por medio de la Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), se determinó la evolución de los precipitados (engrosamiento) durante la laminación para los dos aceros con Ti: diagramas de distribución de tamaños y tamaño medio. Esto ha permitido averiguar que los precipitados TiN no coalescen durante la laminación, más bien su tamaño medio se reduce debido a la precipitación

15

inducida del Ti que quedaba en solución a la temperatura de recalentamiento.

Con objeto de conocer la evolución del tamaño de las partículas durante la laminación, se realizaron análisis sobre muestras calentadas a la temperatura de recalentamiento (1300°C) y sobre muestras laminadas hasta 825°C de los aceros Z8 y Z9, respectivamente. El tamaño medio de las partículas TiN más finas (<100 nm) obtenido sobre una población de más de 100 partículas, se muestra en la Tabla 3. El tamaño más pequeño corresponde al acero Z8 y su tamaño no varía a lo largo de la laminación, es decir no se produce coalescencia de precipitados. Recuérdese que al acero Z8 le corresponde una relación Ti/N igual a 2. El hecho de que el acero Z9 haya dado un tamaño más pequeño de partícula cuando es laminado se debe a que a la temperatura de recalentamiento había una cierta cantidad de Ti todavía en solución y que ha precipitado posteriormente, siendo conocido que las partículas precipitadas por inducción de la deformación son siempre más pequeñas.

Tabla 3. Tamaño medio de las partículas TiN a la temperatura de recalentamiento (1300°C) y simulación de laminación hasta 825°C seguido de enfriamiento.

Acero	Temp. [°C]	Tamaño Medio, [nm]
Z8	1300	17.87
Z8	825	18.91
Z9	1300	23.65
Z9	825	14.31

La Fig. 4 muestra una micrografía por extracción de replica de carbono del acero Z9 con una deformación,  $\varepsilon = 0,20$ ; un tiempo interpaso  $\Delta t = 20$  s y enfriada desde 825°C.

## 25 Evolución del tamaño de grano austenítico durante la laminación

Se realizaron simulaciones para medir el tamaño de grano austenítico ( $D_\gamma$ ) durante la laminación, siendo la última pasada a 1150°C, 1075°C y 950°C, respectivamente. Un enfriamiento posterior hasta una temperatura de 25°C inferior, que correspondería a la temperatura de la siguiente pasada, para que la austenita recristalice, y finalmente temple en agua. El tamaño de grano austenítico recristalizado frente a la temperatura se muestra en la Fig. 5, correspondiente al acero Z8, donde también se ha representado el tamaño a la temperatura de recalentamiento de 1300°C.

Los resultados muestran que  $D_\gamma$  apenas varía desde la temperatura de recalentamiento hasta la temperatura final de laminación de 925°C, observándose que en un amplio intervalo de 200°C el valor de  $D_\gamma$  apenas ha descendido 5  $\mu\text{m}$ .

#### **Relación entre tamaño de grano austenítico y ferrítico final**

El tamaño de grano ferrítico final se midió en las mismas condiciones que el grano austenítico final. Es decir, se realizaron simulaciones idénticas a las anteriores, y en lugar de templar la probeta se enfrió por una corriente de argón hasta la temperatura ambiente, siendo la velocidad de enfriamiento 3.5°C/s.

En la Fig. 6 se muestra el tamaño de grano ferrítico ( $D_\alpha$ ) frente al tamaño de grano austenítico ( $D_\gamma$ ) para el acero Z8, observándose la dependencia del primero sobre el segundo. Dado que  $D_\gamma$  varía muy poco con la temperatura final de laminación, la variación de  $D_\alpha$  también es pequeña.

Por consiguiente, los resultados muestran con claridad que el grano ferrítico en los aceros estructurales con Ti no se puede afinar a través de las sucesivas recristalizaciones entre pasadas de la laminación debido a que el tamaño de grano austenítico recristalizado permanece prácticamente constante.

#### **Afino de grano ferrítico**

De acuerdo con los datos anteriores, para afinar el grano ferrítico en estos

aceros es necesario recurrir a las otras dos variables que afecta al tamaño de grano, a saber:

- 1) Endurecimiento de la austenita al final de la laminación y antes de la transformación austenita→ferrita.
- 2) Aumentar la velocidad de enfriamiento después de la laminación y durante la transformación austenita→ferrita.

1) La austenita puede ser endurecida tratando de acabar la laminación a temperaturas superiores y próximas a la temperatura de transformación austenita→ferrita  $A_{r3}$ . En este sentido, se realizaron simulaciones hasta 825°C e inmediatamente, sin tiempo para recrystalizar, es decir inmediatamente después de la última pasada, las probetas fueron enfriadas por una corriente de argón consiguiendo una velocidad de enfriamiento durante la transformación austenita→ferrita de 3.5°C/s. Los tamaños de grano ferríticos medidos se muestran en la Tabla 4. Ahora los tamaños son mucho más pequeños que los obtenidos desde austenitas recrystalizadas.

Por otra parte, el tamaño de grano ferrítico obtenido por transformación de la austenita después de la laminación fue independiente de las condiciones de laminación excepto para el mayor de los tiempos interpasos aplicados (100 s), que fue algo mayor. Una comparación entre los tres aceros, mostró que el acero Z8 daba un grano ferrítico más fino (aproximadamente 8  $\mu\text{m}$ ), y el acero Z9, a pesar de su mayor contenido de Ti, mostró el grano ferrítico más basto (12  $\mu\text{m}$ ).

Tabla 4. Tamaño del grano ferrítico en el acero Z8 después de la laminación y enfriamiento desde 825°C.

Deformación	Tiempo	$T_{nr}$ (°C)	$A_{r3}$ (°C)	Tensión	Tamaño de
-------------	--------	---------------	---------------	---------	-----------

en cada paso $\varepsilon$	Interpaso $\Delta t(s)$			Acumulada $\Delta\sigma$ (Mpa)	grano ferrítico, $D\alpha(\mu\text{m})$
0.35	20	---	773	---	8.13
0.35	60	---	795	---	8.41
0.35	100	---	789	---	8.18
0.20	20	848	777	15.9	8.07
0.20	60	---	784	---	9.85
0.20	100	---	798	---	8.03

2) El otro camino para afinar el grano ferrítico en estos aceros sería actuar sobre la velocidad de enfriamiento después de la laminación y durante la transformación austenita  $\rightarrow$  ferrita. Para averiguar las velocidades de enfriamiento que garantizan la formación de una microestructura ferrita+perlita se determinó el diagrama de transformación en enfriamiento continuo (Continuous Cooling Transformation = CCT), conocido en español como diagrama Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT).

10

La Fig. 7 muestra el diagrama TTT para el acero Z8 donde pueden observarse las fases y sus regiones de transformación, para velocidades de enfriamiento  $V_i$ , expresadas en  $^{\circ}\text{C/s}$ , ( $i=1, 2, \dots, 11$ ) iguales a (0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 y 500) respectivamente. El dato más importante para los objetivos de la presente invención es que la velocidad máxima que garantiza la formación de una microestructura mixta de ferrita más perlita (F+P) es de aproximadamente  $20^{\circ}\text{C/s}$ . Por encima de esta velocidad, comienza a aparecer la bainita, que no es deseable.

15

Se midieron los tamaños de grano ferrítico obtenidos a las diferentes velocidades de enfriamiento ensayadas y se comprobó que la velocidad de enfriamiento ejerce una fuerte influencia sobre el tamaño final del grano ferrítico (Fig. 8). De una velocidad de enfriamiento de  $3.5^{\circ}\text{C/s}$  a una velocidad de  $20^{\circ}\text{C/s}$

20

se consigue una reducción del tamaño de grano ferrítico desde 11  $\mu\text{m}$  hasta 7  $\mu\text{m}$ , lo que representa un afino de grano del 36%.

5 Por consiguiente, teniendo en cuenta las dos "variables" que inciden en el afino de grano ferrítico, se pueden obtener microestructuras finas y por tanto con buenas propiedades mecánicas.

### EJEMPLO DE LA REALIZACIÓN DE LA INVENCION

10 La simplificación de la laminación en caliente de los aceros estructurales con Ti descrita en la presente invención consiste en la reducción del número de pasadas, teniendo lugar las últimas a temperaturas próximas a  $A_{r3}$  y seguido de un enfriamiento durante la transformación austenita→ferrita hasta valores próximos a 20°C/s.

15

La presente invención se aplica sobre todo a la laminación convencional tanto en el tren de bandas en caliente (chapa delgada) como en la laminación reversible (chapa gruesa, perfiles, etc.)

20 La aplicación de la invención se lleva a cabo del siguiente modo:

#### Laminación convencional:

25 1. El acero es fabricado con una composición química propia de un acero estructural con calidad de soldable (bajo contenido de carbono, hasta un 0.18 %), con bajos contenidos de Al y una relación Ti/N próxima a 2. Es conveniente que los contenidos de Ti y N sean adecuados para que la precipitación de las partículas TiN tengan lugar en el estado sólido del acero, es decir en fase austenítica, como se muestra en la Fig. 9, que  
30 representa el área de composiciones limitada por la curva de solubilidad de 1500°C.

Ejemplo:  $C \leq 0.18\%$ ;  $Mn = 1.3\% - 1.6\%$ ;  $Si = 0.2\% - 0.3\%$ ;  $Al < 0.010\%$ ;  
Ti/N=2

2. La temperatura de recalentamiento debe ser lo más baja posible para  
5 mantener una distribución de precipitados lo más fina posible. Dicha  
temperatura podría ser entre 1000 y 1050°C.
  
3. Laminación en caliente en el tren de bandas (chapa delgada):
  - 10 1. Menor número de pasadas en el tren desbastador: De las cinco  
pasadas que normalmente se realizan, dos serían suficientes, a  
temperaturas más bajas que las convencionales. Esto es debido,  
como ha sido apuntado anteriormente, a que el tamaño de grano  
austenítico inicial es muy pequeño y durante la laminación se  
15 reduce muy poco. La temperatura del primer paso podría estar  
comprendida entre 1000 y 950°C y la segunda, dependiendo del  
espesor de la chapa y la distancia entre cajas, podría ser de  
aproximadamente 925°C.
  - 20 2. Paso por el tren acabador, con menor número de pasadas que en  
los métodos convencionales: dos o tres pasadas serían suficientes,  
a temperaturas próximas pero superiores, a  $A_{r3}$ . En este sentido, la  
temperatura de la primera pasada está condicionada a que la  
temperatura de la última pasada sea superior y próxima a  $A_{r3}$ . En  
este sentido, teniendo en cuenta que los tiempos interpasos en el  
25 tren acabador son muy pequeños, del orden de 4 s, el enfriamiento  
entre pasadas es casi nulo y la temperatura de la primera pasada  
sería aproximadamente entre 25 y 40°C superior a  $A_{r3}$ .
  - 30 3. Enfriamiento final de la "banda" a velocidades comprendidas entre  
12 y 20° C/s, preferentemente próximas a 20°C/s. El enfriamiento  
acelerado debe comenzar inmediatamente a la salida del tren  
acabador para evitar cualquier inicio de la recristalización estática de  
la austenita.

#### 4. Laminación en caliente en el tren reversible (chapa gruesa):

El enfriamiento de la chapa gruesa es obviamente más lento y el tren reversible implica que los tiempos interpasos son mayores que en el tren de bandas. Estos tiempos son del orden de 25 s y la velocidad de enfriamiento durante la laminación dependerá del espesor de la chapa. Por otra parte, el número de pasadas sería algo mayor que en el caso anterior, aunque esto depende del espesor inicial del desbaste y el espesor final deseado. Por tanto, la chapa sería laminada en las siguientes condiciones:

1. Temperatura de recalentamiento del orden de 1000°C.
2. Reducción del número de pasadas, el menor número posible para alcanzar el espesor de chapa deseado.
3. Las últimas pasadas deben efectuarse a temperaturas próximas a  $A_{r3}$ .
4. Enfriamiento acelerado al final de la laminación, inmediatamente después de la última pasada, a una velocidad de entre 12 y 20° C/s, preferentemente próxima de 20°C/s.

Los resultados que se obtendrían son:

- Tamaño de grano ferrítico  $\leq 5\mu\text{m}$
- Resistencia a la tracción  $\geq 500\text{MPa}$
- Temp. Transición dúctil-frágil  $\leq -50^\circ\text{C}$

## REIVINDICACIONES

- 1.- Proceso simplificado de laminación en caliente de un acero estructural de partida con titanio como elemento microaleante, donde el acero estructural de partida contiene también N, con una proporción Ti/N comprendida entre 1 y 3, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
- calentamiento del acero estructural de partida hasta una temperatura de recalentamiento;
  - ejecución de un número de pasadas en el tren de laminación suficiente para llevar el acero estructural al espesor deseado;
  - realización de al menos la última pasada a una temperatura próxima y superior a la temperatura de inicio de transformación austenita -> ferrita ( $Ar_3$ );
  - enfriamiento inmediato tras el paso por el tren de laminación a una velocidad de enfriamiento comprendida entre 12 y 20°C/s.
- 2.- Proceso simplificado de laminación en caliente de un acero estructural de partida con titanio como elemento microaleante de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el acero estructural de partida presenta la siguiente composición:
- $C \leq 0.18\%$ ;  $Mn = 1.3\% - 1.6\%$ ;  $Si = 0.2\% - 0.3\%$ ;  $Al < 0.010\%$ ;  
 $Ti/N = 1 - 3$
- 3.- Proceso simplificado de laminación en caliente de un acero estructural de partida con titanio como elemento microaleante de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado porque el acero estructural de partida presenta una relación Ti/N próxima a 2.
- 4.- Proceso simplificado de laminación en caliente de un acero estructural de partida con titanio como elemento microaleante de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de recalentamiento está comprendida entre 1000 y 1050°C

5.- Acero estructural obtenido por medio del proceso según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque presenta una resistencia a tracción superior a 500 MPa y una temperatura de transición dúctil -> frágil inferior a -50°C.

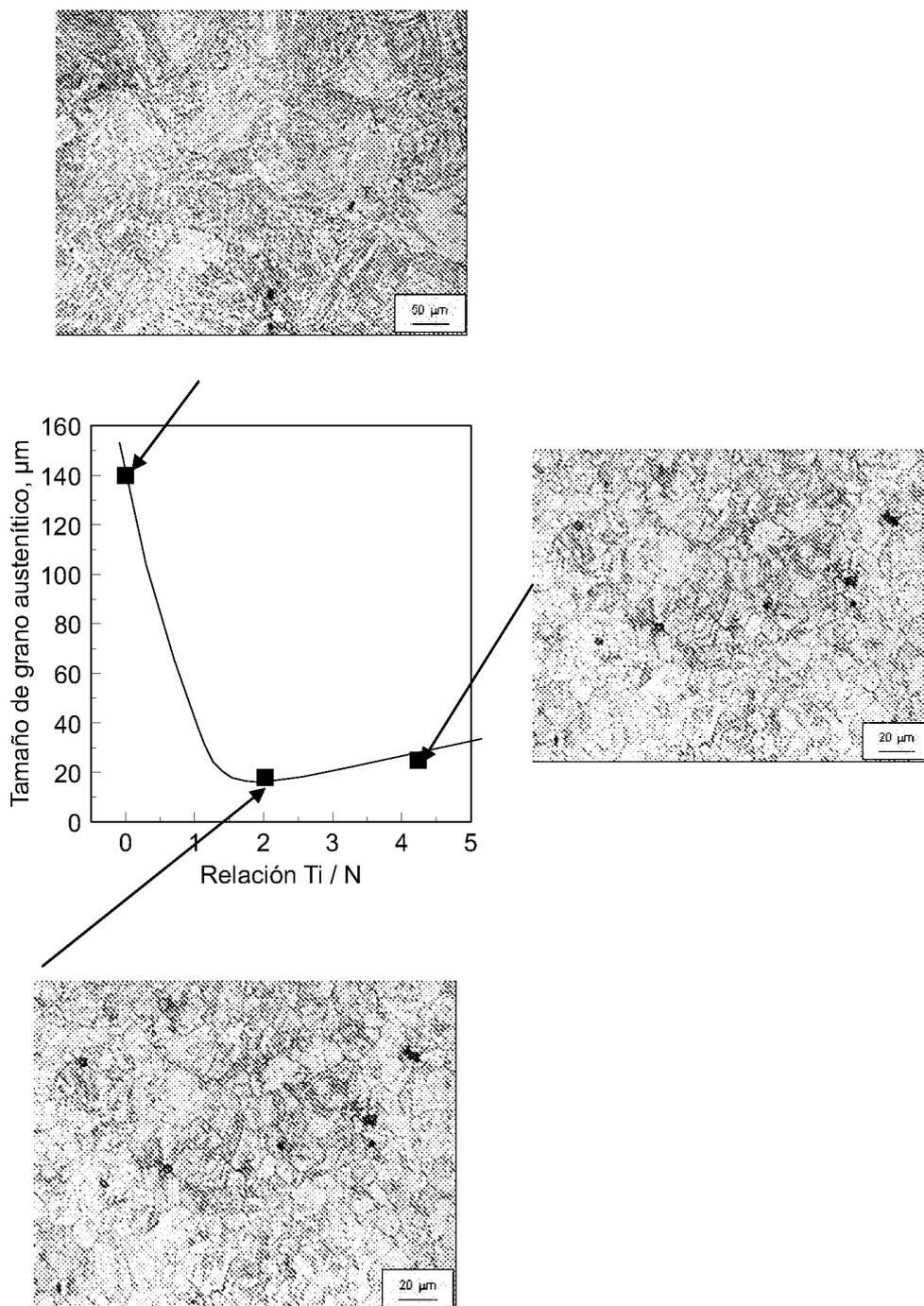


FIG. 1

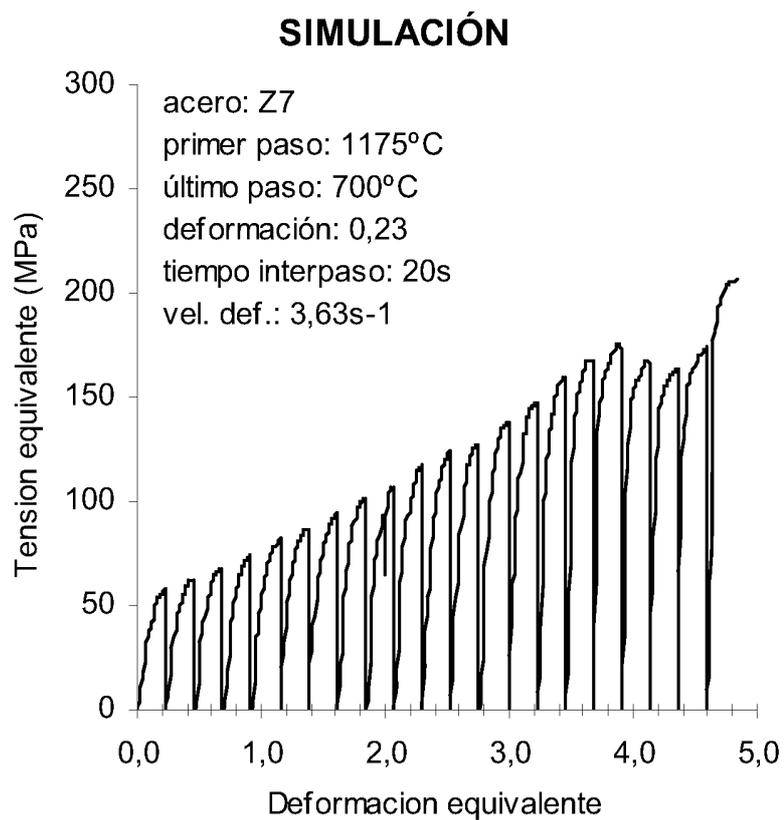


FIG. 2

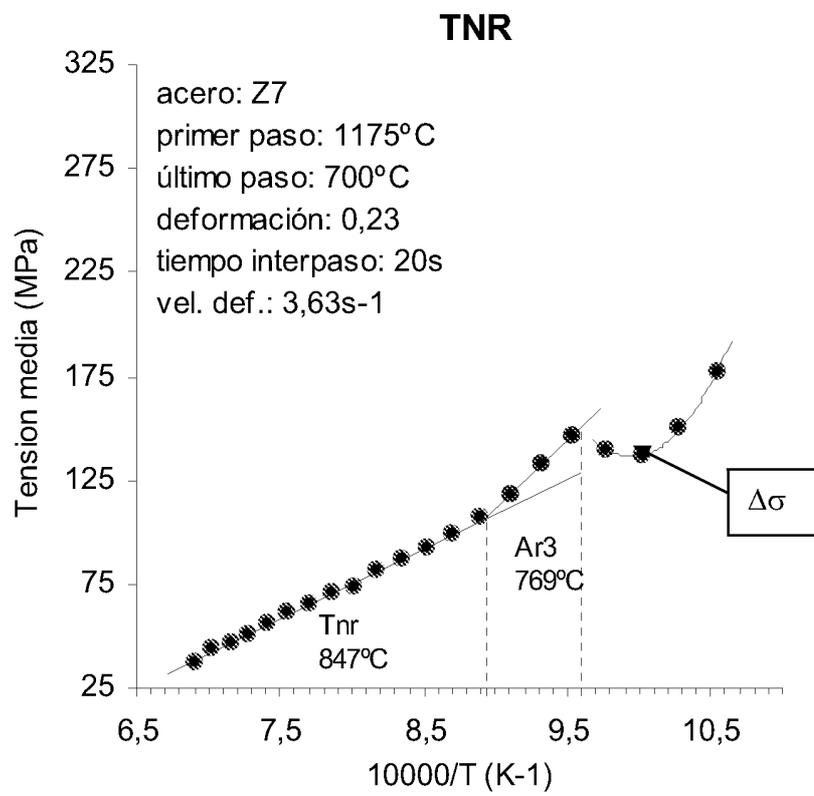


FIG. 3

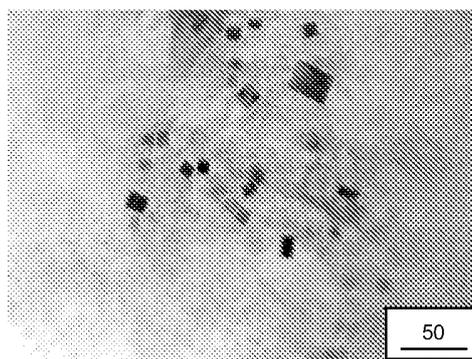


FIG. 4

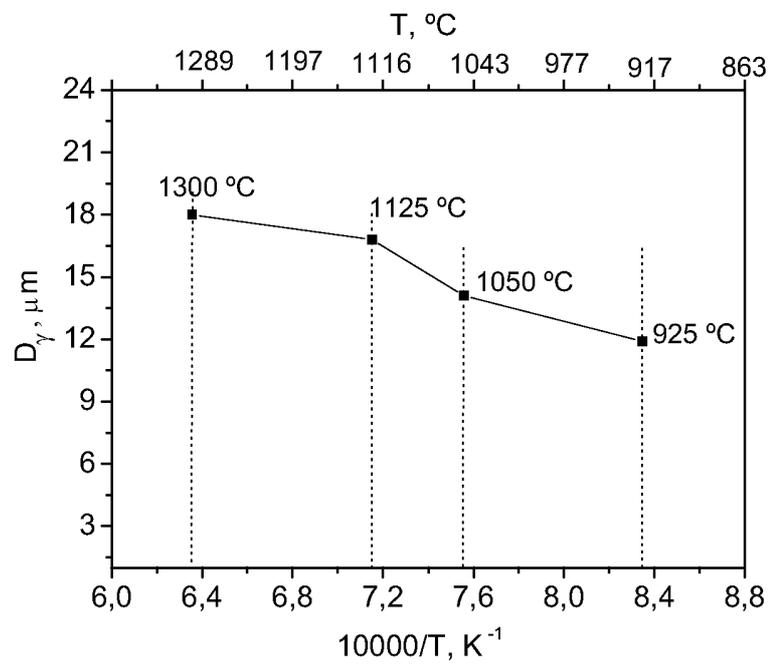


FIG. 5

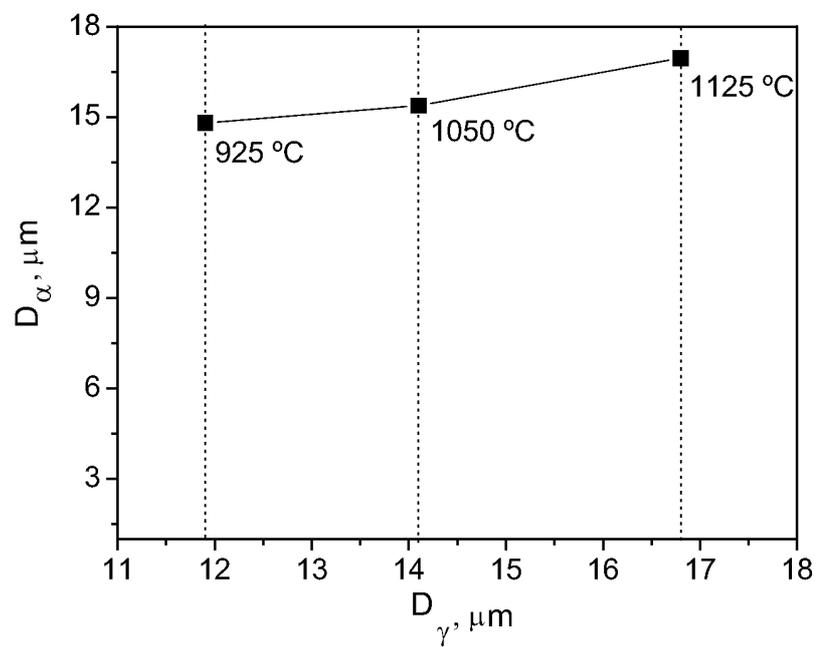


FIG. 6

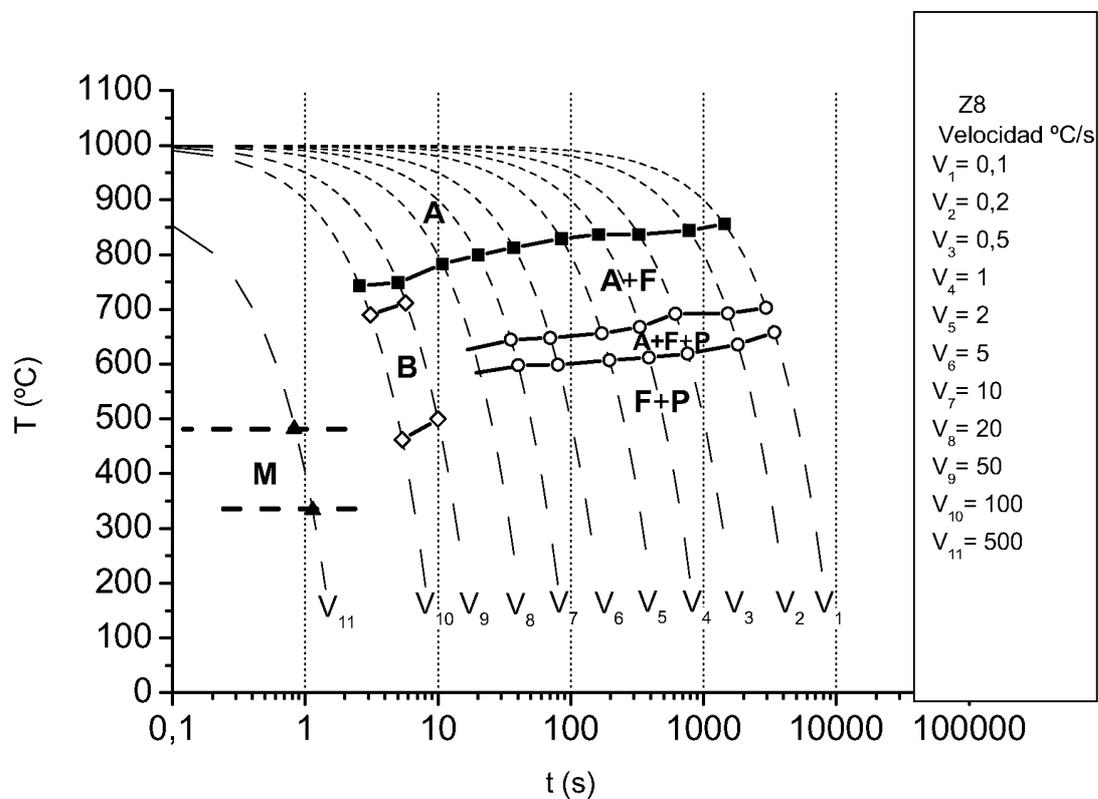


FIG.7

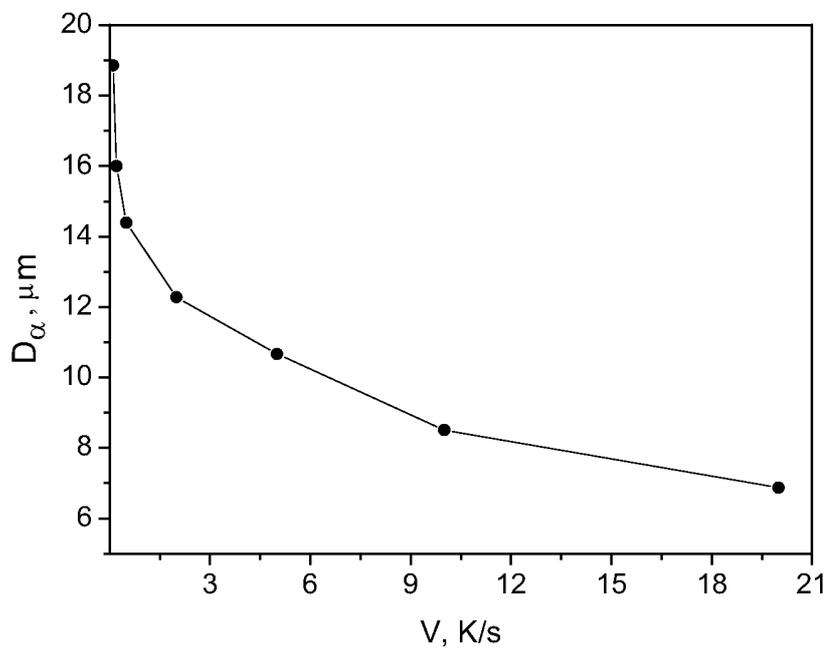


FIG. 8

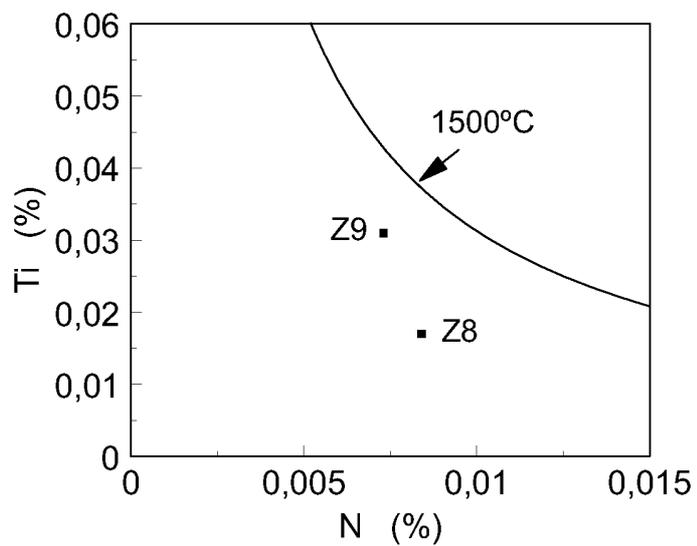


FIG. 9

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/ ES 2010/070385

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

see extra sheet

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
c21d, c22c

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

INVENES, EPODOC, WPI, XPESP

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 9302439 A (SUMITOMO METAL IND) 25.11.1997, abstract. [online][retrieved on 10.09.2010]. Retrieved from : EPODOC Database	1-5
A	KR 20040059581 A (POSCO) 06.07.2004, abstract. [online][retrieved on 10.09.2010]. Retrieved from : EPODOC Database	1-5
A	VEGA, M.I. et al. "Recrystallisation driving forces against pinning forces in hot rolling of Ti-microalloyed steels". Materials Science & Engineering A. 423 (2006) 253-261.	1-5
A	VEGA, M.I. et al. "Influence of TiN Particle Precipitation State on Static Recrystallisation in Structural Steels". ISIJ International. 45 (2005), No. 12, 1878-1886.	1-5

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27.September.2010 (27.09.2010)

Date of mailing of the international search report

**(30/09/2010)**

Name and mailing address of the ISA/  
O.E.P.M.

Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.  
Facsimile No. 34 91 3495304

Authorized officer

**B. Aragón Urueña**

Telephone No. +34 91 349 32 77

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/ ES 2010/070385

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 9302439 A	25.11.1997	NONE	-----
-----	-----	-----	-----
KR 20040059581 A	06.07.2004	NONE	-----
-----	-----	-----	-----

**CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

***C21D 8/02*** (2006.01)

***C22C 38/14*** (2006.01)

# INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional N°  
PCT/ ES 2010/070385

## A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

Ver hoja adicional

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

## B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)  
c21d, c22c

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, XPESP

## C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones N°
A	JP 9302439 A (SUMITOMO METAL IND) 25.11.1997, resumen. [en línea][recuperado el 10.09.2010]. Recuperado de: EPODOC Database	1-5
A	KR 20040059581 A (POSCO) 06.07.2004, resumen. [en línea][recuperado el 10.09.2010]. Recuperado de: EPODOC Database	1-5
A	VEGA, M.I. et al. "Recrystallisation driving forces against pinning forces in hot rolling of Ti-microalloyed steels". Materials Science & Engineering A. 423 (2006) 253-261.	1-5
A	VEGA, M.I. et al. "Influence of TiN Particle Precipitation State on Static Recrystallisation in Structural Steels". ISIJ International. 45 (2005), No. 12, 1878-1886.	1-5

En la continuación del Recuadro C se relacionan otros documentos  Los documentos de familias de patentes se indican en el Anexo

<p>* Categorías especiales de documentos citados:</p> <p>"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.</p> <p>"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.</p> <p>"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).</p> <p>"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.</p> <p>"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.</p>	<p>"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.</p> <p>"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.</p> <p>"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.</p> <p>"&amp;" documento que forma parte de la misma familia de patentes.</p>
--	--

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.

27.Septiembre.2010 (27.09.2010)

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional

**30-SEPTIEMBRE-2010 (30/09/2010)**

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional

O.E.P.M.

Funcionario autorizado

B. Aragón Urueña

Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.

N° de fax 34 91 3495304

N° de teléfono +34 91 349 32 77

# INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional N°

PCT/ES 2010/070385

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de Publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de Publicación
JP 9302439 A	25.11.1997	NINGUNO	-----
KR 20040059581 A	06.07.2004	NINGUNO	-----

**CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD**

***C21D 8/02*** (2006.01)

***C22C 38/14*** (2006.01)