

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN MARTIN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”

**Estudio de las temperaturas de transformación $\alpha' \rightarrow \gamma$ (martensita
inducida por deformación – austenita) en aceros inoxidables (*)**

Por Ing. Pablo Peláez

Directores

Dr. Javier Fava

Dra. Miriam Neyra

(*) Tesis para optar al título de *Magister en ciencia y tecnología de los materiales*

República Argentina

2023

RESUMEN

El fenómeno de endurecimiento por transformación de fase inducida por deformación es observado comúnmente en los aceros inoxidable de la serie AISI 300. El grado de endurecimiento está limitado por la estabilidad estructural del material. En este sentido, durante el trabajado en frío, los aceros inoxidable austeníticos con bajo contenido de níquel son propensos a sufrir el cambio de fase inducido por deformación de la fase austenita- γ (FCC) a la fase martensita- α' (BCC o BCT). Por otro lado, mediante tratamientos térmicos (TT) que involucran calentamientos isotérmicos y/o calentamientos continuos, la fase austenita puede ser recuperada. El grado de la reversión está relacionado con la temperatura del TT por encima de la temperatura A_S (temperatura a la cual la transformación de martensita a austenita comienza en un proceso de calentamiento). Se obtiene un 100 % de austenita cuando la temperatura del TT iguala a A_F (temperatura de finalización de la austenización); el resultado depende también del tiempo del TT y de la deformación inicial

En este trabajo se estudió la reversión de la martensita inducida por deformación a austenita en aceros inoxidable austeníticos AISI 304L, AISI 321 y un acero rico en Nb. Las muestras utilizadas fueron traccionadas hasta la rotura resultando en cantidades diferentes de martensita- α' a lo largo de la probeta. La formación de martensita- α' y su reversión a austenita- γ proporcionan una combinación de buenas propiedades mecánicas, como la conformabilidad y la resistencia. Es importante conocer las temperaturas de reversión de la α' y las cantidades resultantes de cada fase (γ y α'). Para estudiar estos aspectos, se aplicaron técnicas de ciencias de materiales y métodos electromagnéticos no destructivos.

Se realizaron mediciones de saturación magnética que permitieron cuantificar la martensita- α' y realizar dos curvas de calibración para evaluar el contenido de la fase α' : una a partir de mediciones con ferriscopio y otra en función de las permeabilidades magnéticas. Luego, con la técnica de dilatometría se pudieron determinar las temperaturas de inicio y finalización de la reversión $\alpha' \rightarrow \gamma$ a través de tres métodos de detección de temperatura: el método offset, el método de la 2da derivada y un método capaz de llevar a cabo la deconvolución de transformaciones superpuestas mediante el ajuste de curvas dilatométricas. Utilizando velocidades de calentamiento entre 2 y 100 °C/s, se obtuvieron diagramas reversión-temperatura-tiempo para los tres tipos de aceros traccionados. Estos diagramas permitieron observar la evolución de los mecanismos de reversión de la martensita- α' , desde su superposición a velocidades de calentamiento bajas hasta su posterior separación a velocidades por encima de los 10 °C/s.

Palabras claves: aceros inoxidables austeníticos, ensayos no destructivos, dilatométrica, corrientes inducidas

Abstract

The phenomenon of phase transformation-induced strengthening is commonly observed in AISI 300 series stainless steels. The degree of strengthening is limited by the structural stability of the material. In this context, during cold working, austenitic stainless steels with low nickel content susceptible to undergo deformation-induced phase transformation from austenite- γ (FCC) to martensite- α' (BCC or BCT). On the other hand, through heat treatments (HT) involving isothermal and/or continuous heating, the austenitic phase can be restored. The extent of reversion is related to the HT temperature above the A_S temperature (the temperature at which the martensite-to-austenite transformation begins during a heating process). A 100% austenite is obtained when the HT temperature equals A_F (austenite transformation finish temperature); this also depends on the HT time and initial deformation.

This work investigates the reversion of deformation-induced martensite to austenite in AISI 304L, AISI 321, and a Nb-rich stainless steel. Samples were subjected to tensile testing, resulting in varying amounts of martensite- α' along the specimen. The formation of martensite- α' and its reversion to austenite- γ provide a combination of favorable mechanical properties, such as formability and strength. Understanding the reversion temperatures of α' and the resulting quantities of each phase (γ and α') is crucial. To study these aspects, materials science techniques and non-destructive electromagnetic methods were employed.

Measurements of magnetic saturation were conducted to quantify martensite- α' , and two calibration curves were generated to assess the content of the α' phase: one based on ferriscope measurements and the other based on magnetic permeabilities. Subsequently, dilatometry was used to determine the start and finish temperatures of the $\alpha' \rightarrow \gamma$ reversion through three temperature detection methods: the offset method, the second derivative method, and a method for deconvolution overlapping transformations through fitting of dilatometric curves. Utilizing heating rates from 2 to 100 °C/s, reversion-temperature-time diagrams were obtained for the three tensile-tested steels. These diagrams allowed for the observation of the evolution of martensite- α' reversion mechanisms, from overlap at low heating rates to subsequent separation at heating rates exceeding 10 °C/s.

Keywords: Austenitic stainless steels, non destructive testing, dilatometry, Eddy-current testing

Índice

Capítulo 1: Introducción.....	1
1.1 Aspectos relevantes de la formación de martensita inducida por deformación en aceros inoxidables austeníticos	1
Capítulo 2: Aspectos teóricos	5
2.1 Formación de martensita	5
2.2 Factores que afectan la cinética de transformación	7
2.2.1 Composición química	7
2.2.2 Temperatura de deformación	9
2.2.3 Velocidad de deformación	10
2.2.4 Modos de deformación	10
2.3 Mecanismos de reversión de martensita-α' a austenita-γ	11
Capítulo 3: Materiales.....	16
3.1 Muestras traccionadas	16
3.1.1 Composición química y tratamiento térmico	16
3.1.2 Ensayo de tracción.....	17
3.2 Muestras laminadas	19
3.2.1 Composición química y tratamientos térmicos	19
Capítulo 4: Procedimiento experimental	22
4.1. Metalografía	22
4.2. Difracción de rayos X.....	23
4.3 Saturación magnética	23
4.3.1 Cálculo de las concentraciones de martensita- α' a través de la magnetización específica de saturación	23
4.3.2 Configuración experimental.....	26
4.3.3 Preparación de las muestras	27
4.4 Ferritoscopio	28
4.4.1 Configuración experimental.....	31
4.5 Permeabilidad magnética	32
4.5.1 Introducción.....	32
4.5.2 Calculo de la permeabilidad magnética relativa	33
4.5.3 Configuración experimental.....	36
4.6 Dilatometría.....	36
4.6.1 Equipo y funcionamiento del dilatómetro	38
4.6.2 Preparación de las muestras	39
4.6.3 Configuración experimental.....	40

4.6.4 Procesamiento de los datos	41
4.6.5 Temperaturas de transformación	46
4.7 Ruido magnético Barkhausen	52
4.7.1 Conceptos básicos	52
4.7.1.4 Influencia de un campo magnético aplicado y producción del RMB.....	57
4.7.2 Sistema de medición	59
4.7.3.1 Preparación de las muestras.....	61
4.7.4 Procesamiento de señales.....	63
Capítulo 5: Resultados y Discusiones	68
5.1 Saturación Magnética.....	68
5.2 Metalografía y difracción de rayos X	72
5.3 Ferritoscopio	75
5.4 Permeabilidad magnética	79
5.5 Dilatometría.....	83
5.5.1 Muestras laminadas	83
5.5.2 Muestras Traccionadas.....	108
5.5.3 Conclusiones	117
5.6 Ruido magnético Barkhausen	119
5.6.1 Muestras de acero inoxidable austenítico traccionadas hasta la rotura	119
5.6.2 Muestras de acero AISI 304 deformado a distintos porcentajes de deformación	128
5.6.3 Muestras ferromagnéticas AISI 439 deformadas	130
Capítulo 6: Conclusiones	132
Capítulo 7: Trabajos futuros	134
Referencias	136

Capítulo 1: Introducción

1.1 Aspectos relevantes de la formación de martensita inducida por deformación en aceros inoxidables austeníticos

Debido a su excelente formabilidad, capacidad de endurecimiento por deformación y soldabilidad, así como su buena resistencia a la corrosión, los aceros inoxidables austeníticos (AIAs) son una opción viable para utilizarlos en intercambiadores de calor, tuberías, instrumentos quirúrgicos, componentes de aviones, entre otros. Sin embargo, su tensión de fluencia es generalmente baja, lo que limita su utilización en aplicaciones estructurales.

Estos tipos de aceros presentan una aleación que contiene entre un 16 y un 28 % de cromo. Este aleante proporciona una buena resistencia a la corrosión y también es un estabilizador de la ferrita y martensita, las cuales tienen una estructura cubica centrada en el cuerpo (BCC) y son ferromagnéticas. Para que la fase austenítica se mantenga a temperatura ambiente, se requiere una concentración suficiente de elementos estabilizadores como el níquel, el manganeso, el nitrógeno y el carbono. La fase austenítica no es magnética y tiene una estructura cubica centrada en las caras (FCC). Por otro lado, se sabe que muchos tipos de aceros inoxidables austeníticos son metaestables a temperatura ambiente, lo que significa que pueden transformarse en una fase denominada Martensita Inducida por Deformación (MID) durante la deformación en frío. En función del grado de deformación, la fase martensítica puede manifestarse como martensita- α' , correspondiente a altos niveles de deformación, o como martensita- ϵ , que se asocia con deformaciones más pequeñas. Como se verá más adelante cada una presenta características diferentes.

La cantidad de MID depende de varios factores, como: temperatura, deformación plástica, modo de deformación, velocidad de deformación, estado de tensiones, tamaño de grano, orientación del grano, etc. [1-3]. Además, la composición química del acero y la energía de falla de apilamiento, conocida en inglés como Stacking-Fault Energy (SFE), también tienen influencia en la cantidad de MID [2-5].

La transformación de austenita- γ a martensita- α' durante el trabajado en frío puede ser usada de manera efectiva para mejorar las propiedades mecánicas del acero [6]. Sin embargo, esto puede provocar una anisotropía en las propiedades mecánicas [7], disminuir la resistencia a la corrosión [8-10], y cambiar las propiedades magnéticas [11-13]. Por otra parte, la formación de martensita durante la deformación es responsable del aumento de la tasa de

endurecimiento, la inhibición del cuello de botella y el aumento de la elongación uniforme. Esto se conoce como el efecto de plasticidad inducida por transformación (TRIP) y desempeña un papel importante en la determinación de las propiedades mecánicas de los aceros inoxidable austeníticos. Por otro lado, el caso particular de la transformación de reversión de la martensita inducida por deformación ha recibido un renovado interés debido a la posibilidad de controlar la microestructura para obtener un tamaño de grano ultrafino en estos tipos de aceros [14, 15]; o para producir áreas localizadas de austenita en una estructura martensítica con el fin de lograr buena conformabilidad manteniendo una alta resistencia mecánica [16]. Evidentemente, la formación de martensita en aceros inoxidable austeníticos, la medición de la cantidad de martensita, los factores que afectan la cantidad de martensita transformada, las técnicas utilizadas para estudiar la cinética de la transformación, las propiedades mecánicas resultantes y el refinamiento del grano son temas muy importantes que han sido estudiados en diversas investigaciones.

En resumen, el estudio de la martensita inducida por deformación en aceros inoxidable austeníticos es un campo de investigación importante y en constante evolución que abarca desde la comprensión de los mecanismos de transformaciones de fase hasta la caracterización de las propiedades mecánicas y su optimización para aplicaciones específicas. Este conocimiento es crucial para el desarrollo de nuevos materiales y para mejorar la eficiencia y durabilidad de los componentes estructurales utilizados en una amplia gama de aplicaciones industriales y tecnológicas.

En esta tesis, se llevó a cabo una investigación con el fin de profundizar en los aspectos relacionados con la transformación de reversión de martensita- α' a austenita- γ . Para ello, se trabajó con tres conjuntos de muestras de aceros inoxidable austeníticos: AISI 304L y 321; y un acero del tipo $18.18Cr-7.76Ni-0.12Nb$ identificado como Acero estabilizado con Nb (AcNb). Los aceros AISI 304L y AcNb fueron proporcionados por la División de Investigación Aplicada en Métodos Electromagnéticos No Destructivos (IAMEND), Departamento Ensayos No Destructivos y Estructurales (ENDE), Centro Atómico Constituyentes (CAC), Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA). Mientras que el acero AISI 321 fue proporcionado por el Grupo ICES-Ondas Elásticas, Gerencia Desarrollo Tecnológico y Proyectos Especiales, CNEA

Durante esta tesis se estudiaron los siguientes aspectos de la transformación de reversión $\alpha' \rightarrow \gamma$: la evaluación de la cantidad de martensita presente en las muestras, la determinación de las temperaturas de inicio y finalización de la transformación de reversión; así como los diferentes mecanismos que intervienen en este proceso. Asimismo, se analizó cómo la

cantidad de martensita presente en cada muestra afecta los parámetros magnéticos y sus microestructuras.

Para la evaluación de la concentración de martensita, se utilizaron técnicas no destructivas basadas en el método de corrientes inducidas (CI) y mediciones de saturación magnética. Debido a que la martensita- α' es ferromagnética y la austenita- γ es paramagnética, fue posible determinar la cantidad de martensita- α' a través de ensayos que dependan de esta propiedad.

En este trabajo, se añadieron puntos experimentales a dos curvas de calibración previamente presentadas en otros trabajos realizados por miembros de la División IAMEND [17-19]. La primera de ellas permite correlacionar las lecturas de ferrita- δ de un ferritoscopio comercial con los valores de martensita- α' en aceros inoxidable austeníticos. Esta curva, mejora y amplía el rango de validez de la curva presentada en [20] para valores mayores al 55 % de ferrita- δ . La segunda curva relaciona las concentraciones de martensita con las permeabilidades magnéticas, las cuales fueron medidas mediante una técnica inversa de corrientes inducidas desarrollada por miembros de la División IAMEND [19].

Por otro lado, el estudio de las temperaturas de transformación de reversión de los aceros inoxidable austeníticos es importante, ya que su conocimiento permite diseñar los tratamientos termomecánicos correspondientes para obtener las propiedades y microestructuras deseadas [21]. Se sabe que, si se calienta el acero a una temperatura suficientemente alta, la martensita inducida por deformación (martensita- α') se puede revertir a austenita- γ . Esta transformación también se puede producir durante el servicio a temperaturas elevadas, lo que puede afectar el comportamiento del material. La dilatometría es una técnica muy útil para estudiar las transformaciones de fases en aceros. En estos ensayos, se mide la variación dimensional del material durante su calentamiento y enfriamiento, lo que permite detectar los cambios de fase y las temperaturas de transformación. En este trabajo, se realizaron diversos ensayos de dilatometría para conocer las temperaturas de inicio y finalización de la transformación de reversión de la MID. Estos ensayos, además de permitir determinar las temperaturas de transformación, permitieron estudiar y conocer los distintos tipos de mecanismos de reversión de la fase martensítica: difusional y de corte.

Por otro lado, se utilizó la técnica de medición del ruido magnético Barkhausen (RMB) para detectar la presencia de martensita- α' ferromagnética en una matriz paramagnética (austenita- γ) en los aceros mencionados anteriormente y en probetas del acero AISI 304 que fueron deformadas en diferentes porcentajes de deformación mediante ensayos de tracción

uniaxial. Para ello, se han empleado parámetros como el valor RMS de la señal (valor cuadrático medio), la función RMS en relación con la corriente y un análisis frecuencial mediante el uso de un espectrograma. Los resultados de la aplicación del RMB, permitieron conocer cómo varía la señal Barkhausen ante distintas cantidades de martensita y, por lo tanto, evaluar la efectividad de esta técnica como herramienta para caracterizar este tipo de aceros.

Por último, esta tesis permitió completar los estudios iniciados en [22], los cuales fueron realizados sobre un conjunto de muestras de aceros inoxidables austeníticos AISI: 304, 316L y 347, laminados en frío y luego sometidos a tratamientos isotérmicos de reversión de la martensita- α' . Por lo tanto, los estudios realizados en esta tesis sobre muestras laminadas y traccionadas en frío permitieron: (a) desde el punto de vista de la transformación de fases $\alpha' \rightarrow \gamma$: profundizar mediante ensayos de dilatometría el estudio de las temperaturas de inicio y finalización de la transformación y de los mecanismos actuantes. Además, permitió comparar tres métodos diferentes para identificar las temperaturas de transformación a partir de los datos de dilatometría; (b) desde el punto de vista de los ensayos no destructivos (END): agregar más puntos a las dos curvas de calibración propuestas por el grupo IAMEND, nombradas anteriormente, e incluir el estudio de parámetros del RMB.

Capítulo 2: Aspectos teóricos

En este capítulo se profundizará en los aspectos teóricos de la formación de martensita inducida por deformación en aceros inoxidable austeníticos, analizando la influencia de diferentes factores que tienen lugar en este proceso y su efecto en las propiedades mecánicas del material.

2.1 Formación de martensita

La Figura 2.1 (a) muestra esquemáticamente el cambio en las energías libres de la martensita y la austenita con la temperatura [23]. T_0 representa la temperatura a la cual la martensita y la austenita están en equilibrio, y M_S representa la temperatura de transformación martensítica por enfriamiento. La diferencia de energía libre entre la austenita y martensita $\Delta G_{M_S}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$, es la fuerza impulsora química para el comienzo de la transformación martensítica. Cuando se aplica una tensión a la austenita a una temperatura T_1 (entre M_S y T_0), la fuerza impulsora mecánica U' debido a la tensión se añade a la fuerza impulsora química $\Delta G_{T_1}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ y la transformación martensítica comienza a la tensión crítica donde la fuerza impulsora total es igual a $\Delta G_{M_S}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$. En la Figura 2.1(a), $U' = \Delta G_{M_S}^{\gamma \rightarrow \alpha'} - \Delta G_{T_1}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ es la fuerza impulsora mecánica crítica necesaria para la transformación martensítica inducida por tensión (TMIT) a la temperatura T_1 .

En la Figura 2.1 (b) se observa que al aumentar la temperatura hasta M_S^σ (donde M_S^σ corresponde a la temperatura límite, por encima de M_S , para que la TMIT ocurra), la tensión requerida para la TMIT aumenta linealmente con la temperatura [24, 25]. Desde M_S^σ hasta M_d , la deformación plástica de la austenita precede a la TMIT, provocando que la transformación martensítica ocurra bajo el proceso conocido como transformación martensítica inducida por deformación (TMID). Por lo tanto, la temperatura M_d es la temperatura límite por encima de la cual no habrá transformación inducida por deformación. Por ejemplo, a una temperatura T_1 , la austenita se deforma plásticamente cuando se le aplica una tensión σ_a , luego se endurece al aumentar la tensión hasta σ_b para luego transformar a martensita mediante la TMID. La aparición de la transformación martensítica a menor tensión (σ_b es considerablemente menor que σ_c , en la cual ocurriría la TMIT a la temperatura T_1) está relacionada con los sitios de nucleación energéticamente favorables generados por la deformación plástica [26].

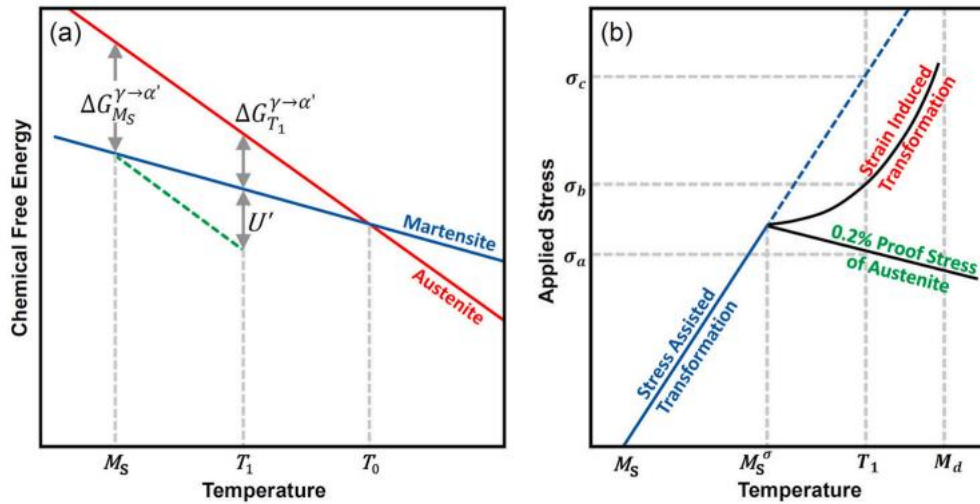


Figura 2.1. (a) Ilustración del cambio de energía libre de la austenita y martensita en función de la temperatura; (b) ilustración que muestra la tensión crítica para la formación de martensita en función de la temperatura [23].

En el caso de los aceros inoxidables austeníticos, se ha demostrado que los sitios de nucleación de la MID se encuentran en la intersección de bandas de deslizamiento [27, 28], como se muestra en la Figura 2.2, en la presencia de martensita- ϵ [28, 29] (la cual presenta una fase HCP y es paramagnética) y en las maclas mecánicas [26, 29, 30]. También se ha propuesto que la deformación plástica de la austenita puede concentrar la tensión localmente en obstáculos como los límites de grano y los límites de macla [24, 31].

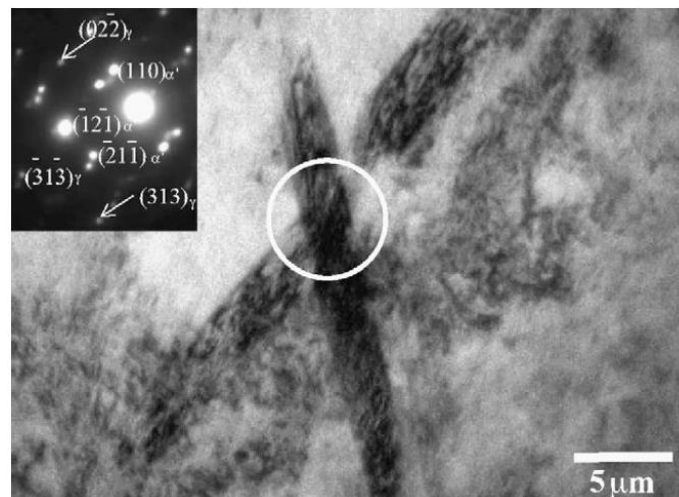


Figura 2.2. Formación de martensita- α' en la intersección de las bandas de deslizamiento [27].

Por último, se sabe que la transformación martensítica inducida por deformación se ha observado en dos secuencias: $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ y $\gamma \rightarrow \alpha'$. Cuando la cantidad de martensita- α'

aumenta con el grado de deformación, la cantidad de martensita- ϵ pasa por un máximo y disminuye posteriormente, como muestra la Figura 2.3, lo que sugiere la secuencia de transformación $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ [32-34]. Por lo tanto, para deformaciones que producen altos contenidos de MID generalmente sólo se tendrá la fase α' .

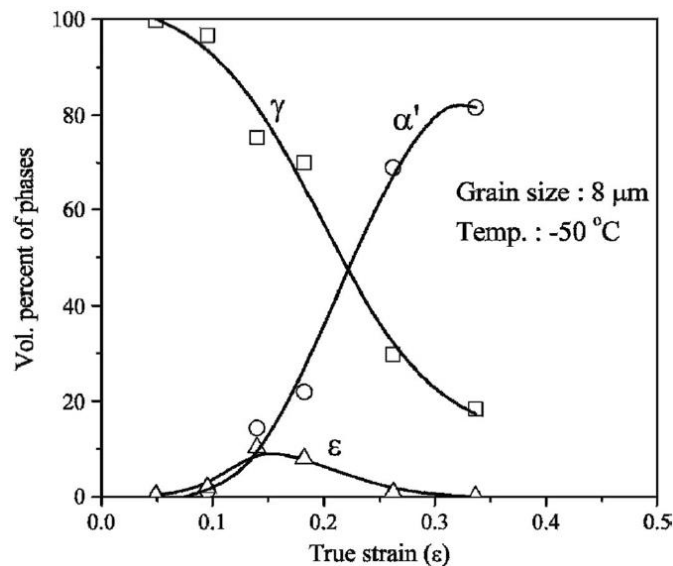


Figura 2.3. Cambio de fase en un acero 304 en función de la tensión [35].

2.2 Factores que afectan la cinética de transformación

La cantidad de martensita inducida por deformación depende de la composición química [7, 36], el tamaño de grano inicial [31, 37], la temperatura de deformación [38, 39], la velocidad de deformación [39, 40], el estado de tensiones y deformación [39, 41], el tipo de deformación aplicada [42, 43], el campo magnético aplicado [44], entre otros factores. Por lo tanto, es importante estudiar cómo estos factores influyen en la formación de la MID, ya que una comprensión completa de estos procesos es esencial para optimizar las propiedades mecánicas y funcionales de los materiales.

2.2.1 Composición química

La temperatura M_d que indica el límite superior para el fenómeno de la TMID, nombrado anteriormente, resulta difícil de medir. Por lo tanto, en [45] se estableció otro parámetro denominado $M_d(30/50)$. Este valor se obtiene midiendo la temperatura a la cual se forma un 50 % de martensita aplicando una tensión verdadera del 30 % en un ensayo de tracción. La

$M_d(30/50)$ es una buena medida de la estabilidad de los aceros inoxidable metaestables y se describe en la siguiente ecuación [45]:

$$M_d(30/50)(^{\circ}C) = 413 - 13.7(\%Cr) - 9.5(\%Ni) - 8.1(\%Mn) - 18.5(\%Mo) - 9.2(\%Si) - 462(\%[C + N]) \quad (1)$$

La temperatura $M_d(30/50)$ es una medida de la estabilidad de la austenita, es decir, de la resistencia de esta fase a transformarse en martensita por deformación. Esta temperatura se definió originalmente para ensayos de tracción [45]; pero también se utiliza ampliamente para evaluar la estabilidad de la austenita durante la deformación por laminado. Una temperatura $M_d(30/50)$ alta implica una menor estabilidad de la austenita, mientras que, si es más baja, la austenita es más estable.

Para mejorar la estabilidad de la fase γ , se ha observado que es útil aumentar la cantidad de los elementos de la aleación que figuran en la Ec. (1). Esto se debe a que dichos elementos provocan una alteración de la energía de falla de apilamiento y de la fuerza impulsora química [46], lo que mejora la estabilidad de la austenita. En cuanto a la SFE de los aceros inoxidable austeníticos, se ha desarrollado la Ec. (2) para mostrar los efectos de los elementos de aleación [47, 48]. En [45] se realizó una revisión de la ecuación anterior para incluir el efecto del nitrógeno, como muestra la Ec. (3). En la misma investigación, también se desarrolló la Ec. (4) para los aceros $Cr-Ni-Mn$ con el agregado del efecto del nitrógeno. En [49], teniendo en cuenta las interacciones entre los elementos de la aleación, se propuso la Ec. (5). Un mayor valor de SFE implica una mayor estabilidad de la austenita contra la transformación martensítica inducida por la deformación. Esto se debe a que, si la energía de falla de apilamiento es alta, la estructura cristalina de la austenita termina siendo más resistente a la deformación y puede soportar más energía de deformación antes de transformarse en martensita. En general, una SFE por debajo de 20 mJ/m^2 favorece la transformación martensítica, $20 \text{ mJ/m}^2 \leq SFE \leq 50 \text{ mJ/m}^2$ favorece la formación de maclas y una SFE más alta promueve el movimiento de dislocaciones [45, 50].

$$SFE(\text{mJ/m}^2) = -53 + 6.2Ni + 0.7Cr + 3.2Mn + 9.3Mo \quad (2)$$

$$SFE(\text{mJ/m}^2) = -53 + 6.2Ni + 0.7Cr + 3.2Mn + 9.3Mo + 87.3N \quad (3)$$

$$SFE(\text{mJ/m}^2) = 5.53 + 1.4Ni - 0.16Cr + 0.72Mn + 17.1N \quad (4)$$

$$\begin{aligned}
SFE \left(\frac{mJ}{m^2} \right) = & 39 + 1.59Ni - 1.34Mn + 0.06Mn^2 \\
& -1.75Cr + 0.01Cr^2 + 15.21Mo - 5.59Si \\
& -60.69\sqrt{C + 1.2N} + 26.27(C + 1.2N) \\
& \times \sqrt{Cr + Mn + Mo} + 0.61\sqrt{Ni(Cr + Mn)}
\end{aligned} \tag{5}$$

2.2.2 Temperatura de deformación

La temperatura juega un papel determinante tanto en la transformación a martensita inducida por deformación como en la transformación martensítica espontánea o por temple. La transformación a MID se intensifica en condiciones de baja temperatura, tal como se muestra en la Figura 2.4 extraída de [45]. En esta figura, se observa claramente el incremento en la cantidad de martensita en función de la deformación por tracción.

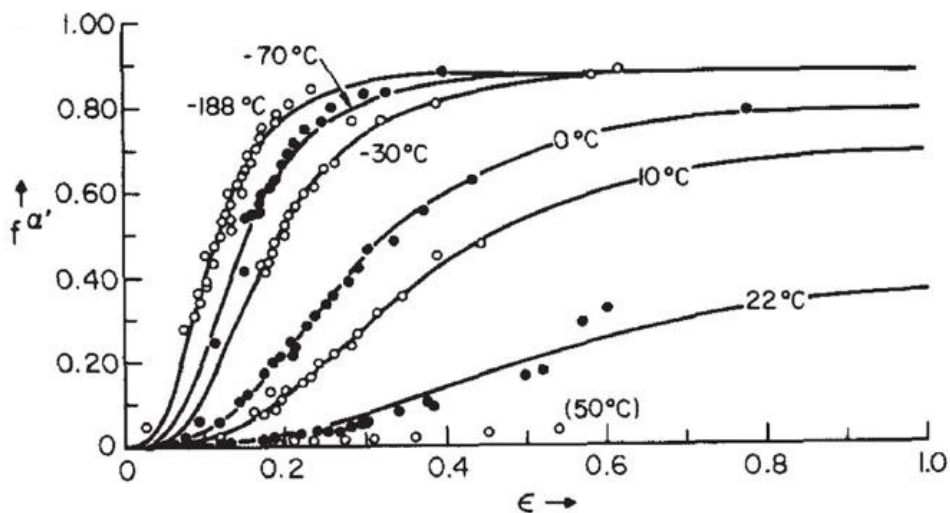


Figura 2.4. Efecto de la temperatura de deformación [45].

De la Figura 2.4 se puede observar que, a bajas temperaturas, es posible obtener una cantidad significativa de martensita con menor deformación aplicada. Sin embargo, a altas temperaturas, no se logra obtener fracciones altas de martensita [23, 38]. De hecho, como se mencionó anteriormente en la Figura 2.1, a una temperatura por encima de M_d , no hay transformación martensítica inducida por deformación.

2.2.3 Velocidad de deformación

El efecto de la velocidad de deformación en la formación de la MID ha sido objeto de debate [40, 51, 52]. En general, se cree que las altas velocidades de deformación promueven la formación de fallas de apilamiento y de martensita- ε , pero suprimen la transformación a martensita- α' [53]. Este último efecto se debe al calentamiento adiabático que disminuye la fuerza impulsora de la transformación [54]. El calentamiento adiabático es más pronunciado a altas deformaciones, lo que significa que el aumento de la velocidad de deformación puede promover la formación de martensita- α' en las primeras etapas de la deformación por tracción, pero luego suprimirla a deformaciones más altas [40]. Además, este efecto se ve acentuado por las bajas conductividades térmicas de la estructura de los aceros inoxidable austeníticos [32]. A modo de ejemplo, en [46] se ha demostrado como la velocidad de deformación afecta la formación de martensita inducida por deformación en un acero AISI 301LN (17.6Cr-6.6Ni-0.14Mo-0.019C), Figura 2.5; confirmando una disminución en la cantidad de martensita- α' al aumentar la velocidad de deformación.

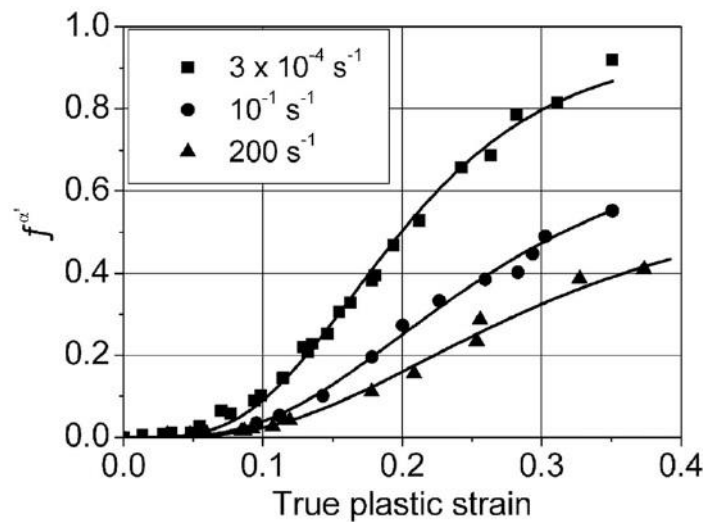


Figura 2.5. Formación de martensita en función de la velocidad de deformación del acero AISI 301LN [46].

2.2.4 Modos de deformación

Se han realizado diversas investigaciones sobre los efectos del tipo de deformación y del estado de tensión [55]. Los resultados indican que la deformación en ensayos de tracción genera una mayor cantidad de martensita en comparación con las pruebas de compresión [55, 56]. Los modos de deformación que activan sistemas de deslizamiento más activos (como la tracción biaxial y el laminado) resultan en un mayor número de intersección de bandas de deslizamiento y, por ende, una mayor fracción de volumen de martensita [57]. En la Figura 2.6 se puede

observar el efecto del tipo de deformación de un acero AISI 301LN en la formación de martensita- α' .

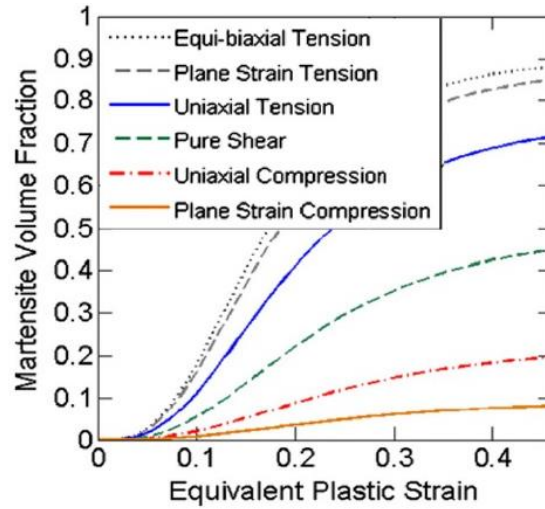


Figura 2.6. Efecto de los modos de deformación en la formación de martensita- α' [55].

2.3 Mecanismos de reversión de martensita- α' a austenita- γ

Existen dos mecanismos principales de reversión de la martensita- α' a la austenita- γ para aceros inoxidables austeníticos cuando el material se somete a un calentamiento: el mecanismo de reversión por difusión y el mecanismo de reversión por corte [58-60]. Estudios previos [60, 61] han demostrado que la temperatura de recocido, la composición química y la velocidad de calentamiento son factores críticos que influyen en el tipo de mecanismo de reversión que ocurre durante el calentamiento de aceros inoxidables austeníticos metaestables.

En [61] mediante un análisis termodinámico y usando datos publicados en [62-64] derivan la Ec. (6), expresión que relaciona el cambio de energía libre de Gibbs entre ferrita- α y austenita- γ ($\Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma}$) para un sistema ternario $Fe-Ni-Cr$ con la temperatura y la composición química. $\Delta G_{Fe}^{\alpha \rightarrow \gamma}$ es la diferencia de energía libre entre las fases α y γ en el hierro puro, Ni y Cr son los % en masa de estos elementos y T es la temperatura en Kelvin. La Figura 2.7, tomada de [61], muestra el cambio de energía libre entre ferrita- α y austenita- γ determinado por estos autores para los aceros $16Cr-10Ni$ y $18Cr-9Ni$ en función de la temperatura.

$$\begin{aligned} \Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma} (J/mol) = & 10^{-2} \Delta G_{Fe}^{\alpha \rightarrow \gamma} (100 - Cr - Ni - 97.5Cr - 2.02Cr^2 - 108.8Ni \\ & + 0.52Ni^2 - 0.05CrNi + 10^{-3} T (73.3Cr - 0.67Cr^2 + 50.2Ni \\ & - 0.84Ni^2 - 1.51CrNi) \end{aligned} \quad (6)$$

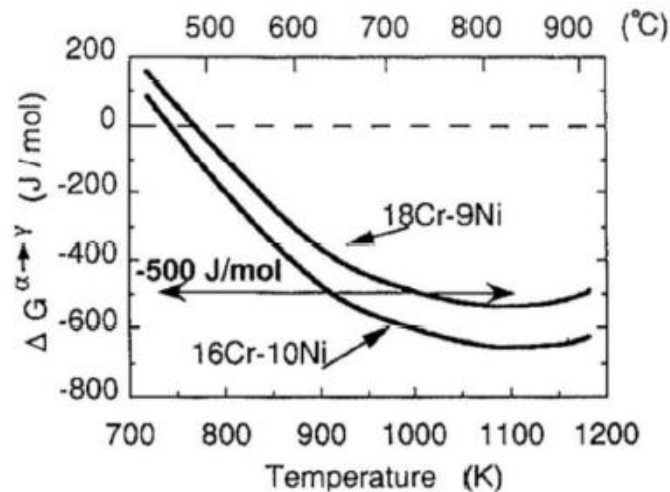


Figura 2.7. Relación entre la temperatura y el cambio de energía libre de Gibbs de ferrita a austenita en los aceros 16Cr-10Ni y 18Cr-9Ni [61].

La Ec. (6) a pesar de haber sido derivada para calcular el cambio de energía libre de Gibbs entre ferrita- α y austenita- γ , los autores también la usan para calcular la variación de energía libre de Gibbs entre martensita- α' y austenita- γ . Cuando el valor de $\Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma}$ es negativo, el γ es más estable que α' , lo cual ocurre a partir de los 450 °C aproximadamente para los aceros 16Cr-10Ni y 18Cr-9Ni según se observa en la Figura 2.7. La temperatura a la cual $\Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma} = 0$, se le denomina T_0 , siendo en este caso $T_0 = 450$ °C. Sin embargo, para que la reversión se lleve a cabo vía mecanismo de corte es necesaria una fuerza impulsora adicional, como se mencionó en la Sección 2.1. Los autores determinaron experimentalmente que para que la MID de un acero 16Cr-10Ni con un 90% de deformación por laminado en frío pueda revertir a austenita vía mecanismo de corte, la temperatura mínima debe ser 650 °C. Esta temperatura fue determinada haciendo distintos tratamientos isotérmicos entre 450 y 750 °C durante 10 s, 0.6 ks (10 min) y 60 ks (16.7 h), calentando las muestras a través de baños de sales que permite un calentamiento rápido, alrededor de 300 °C/s. Observaron que a partir de 650 °C el proceso de reversión se volvía independiente del tiempo de recocido, mientras que a temperaturas menores había una dependencia con el mismo. Además, analizaron la microestructura obtenida para el tratamiento térmico de 650 °C durante 10 s y observaron que la martensita- α' había revertido completamente a austenita- γ . La austenita revertida tenía una alta densidad de dislocaciones al igual que una estructura martensítica, pero el patrón de difracción de electrones mostró una estructura cristalográfica FCC. Este tipo de microestructura es característica de la reversión vía mecanismo de corte. En [65] observaron que cuando la reversión se da vía mecanismo de corte se obtiene una microestructura en la cual son aún visibles los bordes de grano originales (austenita previa) y los nuevos granos de austenita heredan la morfología de

listones de la martensita con alta densidad de defectos. Volviendo a [61], los autores pudieron calcular, mediante la temperatura de 650 °C, el valor de $\Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma}$ el cual fue de -500 J/mol. Esto sugiere que 500 J/mol es la fuerza impulsora mínima requerida para completar la reversión vía mecanismo de corte; además los autores mencionan que este valor de energía libre es constante independientemente del contenido de *Cr* y *Ni* en aceros *Cr-Ni*. Usando la Ec. (6) y considerando una fuerza impulsora de -500 J/mol, también calculan que para que la reversión se lleve a cabo vía mecanismo de corte en un acero 18*Cr-9Ni*, se necesita una temperatura de al menos 750 °C. Si en cambio se realiza un recocido a 650 °C la reversión se daría de forma difusional, ya que a esta temperatura no se alcanzaría la fuerza impulsora necesaria para la reversión vía mecanismo de corte. Para comprobar que efectivamente la reversión era difusional, para el acero 18*Cr-9Ni*, hicieron recocidos a 650 °C a los tiempos mencionados antes y determinaron una cantidad de austenita- γ de 60, 85 y 95 % respectivamente, comprobando que el proceso de reversión dependía del tiempo.

Por otro lado, en [60] se investigó cómo la velocidad de calentamiento puede influir en los tipos de reversión que se presentan en aceros metaestables austeníticos *Fe-Cr-Ni*. Los autores observaron que, conforme incrementa la velocidad de calentamiento, el mecanismo de reversión cambia de un proceso difusional a uno de corte. Esto también fue observado por [66] en donde calentaron muestras de un acero AISI 321 (18.75*Cr-9.20Ni-1.12Mn*) hasta una temperatura de 1000 °C utilizando velocidades de calentamiento de 400, 90, 10, 0.6 y 0.15 °C/s.

En resumen, el mecanismo de reversión por corte se caracteriza por ser independiente de la velocidad de calentamiento en los calentamientos continuos y del tiempo en los tratamientos isotérmicos. Esto provoca que la temperatura inicial del proceso no se vea afectada por la velocidad de calentamiento y que la fracción de martensita- α' transformada a austenita- γ no aumente con el tiempo de permanencia a una temperatura específica durante el tratamiento isotérmico. Por el contrario, el mecanismo de reversión por difusión tiene la característica de que tanto su temperatura inicial como final se incrementan con la velocidad de calentamiento. Además, la fracción transformada de martensita- α' a austenita- γ aumenta con el tiempo de permanencia a una temperatura determinada durante un calentamiento isotérmico. Por último, existen más investigaciones relacionadas con estos fenómenos, los cuales se detallarán en las secciones correspondientes a los ensayos de dilatometría de esta tesis.

Las diferencias entre los mecanismos de reversión se pueden observar a través de un diagrama de reversión-temperatura-tiempo, Figura 2.8. Dicho diagrama, presentado en [7], se basa en una modificación del original publicado en [67] para aleaciones metaestables de *Fe-Cr-Ni*, con el objetivo de ilustrar de manera teórica los conceptos fundamentales y proporcionar

una visión general de los distintos tratamientos térmicos de calentamiento que se pueden aplicar a un acero inoxidable austenítico para estudiar la reversión de la martensita. En la Figura 2.8, las temperaturas A_S y A_F hacen referencia a las temperaturas de inicio y finalización de la reversión por el mecanismo de difusión, respectivamente. A su vez, las temperaturas A_S' y A_F' hacen referencia a las temperaturas de inicio y finalización de la reversión por el mecanismo de corte. Como se dijo anteriormente, la reversión por el mecanismo de corte es independiente de la velocidad de calentamiento, del tiempo de permanencia a una temperatura determinada y, según [61], ocurre en un rango de acotado de temperaturas con respecto al mecanismo de reversión por difusión. En la Figura 2.8, existen dos posibles caminos de tratamientos térmicos que llevan a una reversión completa que involucra el mecanismo de corte: los caminos 1 y 2. En el primero de ellos solo tiene lugar la reversión por el mecanismo de corte, ya que se observa que el camino del tratamiento térmico atraviesa las temperaturas A_S' y A_F' sin llegar a cruzar la A_S . En cambio, el camino 2 presenta la reversión completa mediante los dos mecanismos posibles de reversión debido a que la ruta atraviesa tanto las temperaturas A_S' y A_F' , correspondientes a la reversión por corte, como las temperaturas A_S y A_F , correspondientes a la reversión por difusión.

Como se mencionó anteriormente, la reversión por el mecanismo de difusión depende de la velocidad de calentamiento, de la composición química del material y de la temperatura de recocido utilizada. En recocidos isotérmicos, la reversión por difusión ocurre más rápido a medida que se incrementa la temperatura de calentamiento. Por su parte, las temperaturas A_S y A_F varían con la velocidad de calentamiento y la cantidad de martensita- α' revertida a austenita- γ varía con el tiempo en que se mantiene la temperatura a un valor determinado. Esto se observa en la forma de las curvas de A_S y A_F presentes en la Figura 2.8. En el diagrama se muestran cuatro posibles caminos de reversión que involucran difusión: los caminos del 2 al 5. La ruta 2 ya se había mencionado anteriormente en la cual convivían ambos mecanismos que revertían completamente. La ruta 3 presenta una reversión parcial, por difusión, de la austenita; la ruta 4 presenta una reversión completa, también sólo por difusión, de la austenita y la ruta 5 presenta una reversión incompleta por el mecanismo de corte para luego completarse por el mecanismo de reversión por difusión.

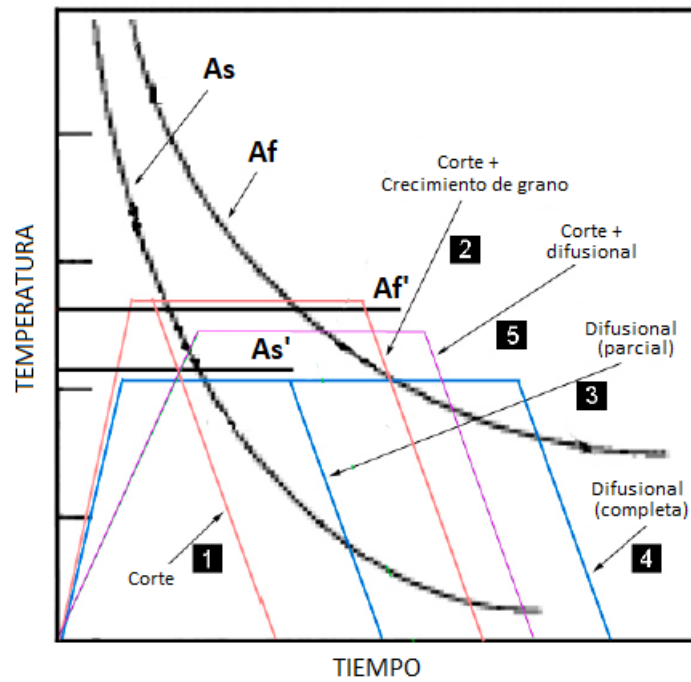


Figura 2.8. Rangos de temperatura de la reversión de la MID [67], modificado de [7].

En los estudios realizados sobre muestras de aceros inoxidables austeníticos en esta tesis, se observó que los calentamientos continuos realizados mediante ensayos de dilatometría provocan la aparición de la reversión por el mecanismo de corte y difusión. En ocasiones ambos mecanismos ocurren de manera simultánea, algo similar a lo que ocurre en el camino 5 de la Figura 2.8.

Capítulo 3: Materiales

3.1 Muestras traccionadas

3.1.1 Composición química y tratamiento térmico

Para el estudio realizado en este trabajo se utilizaron tres planchuelas de aceros inoxidables austeníticos AISI 304L, AISI 321 y el acero estabilizado con *Nb* denominado AcNb. Sus composiciones químicas, en %m/m, se muestran en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Composición química de los aceros traccionados.

AISI	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb	V	Cu	Al
304L	Balance	0.027	0.48	1.27	0.021	0.005	19.20	8.70	0.30	-	0.045	0.25	<0.01
AcNb	Balance	0.020	0.44	1.51	0.031	0.003	18.18	7.76	0.08	0.12	0.120	0.08	<0.01
321	Balance	0.009	0.54	0.85	0.029	0.004	17.04	9.05	0.08	0.004	0.026	0.02	-

La muestra AISI 304L fue sometida a un tratamiento térmico de austenización de una hora a 1050°C en vacío y con enfriamiento en aire, en la División Difusión, Departamento de Transformaciones y Propiedades, Gerencia Materiales, CNEA. Para las muestras AcNb y AISI 321 no fue posible realizar este proceso térmico debido a problemas en el sellado de los tubos utilizados para introducir las muestras dentro del horno. Por tal motivo, se utilizaron las planchuelas de estas muestras en su forma original de fábrica. El acero AcNb fue originalmente adquirido bajo la identificación de un AISI 347. Sin embargo, los análisis de composición química mostrados en la Tabla 3.1 indican que la cantidad de *Nb* es inferior al valor requerido para clasificarlo como AISI 347, el cual debería estar entre 10 veces el porcentaje de carbono y el 1% en peso. Dada esta diferencia fue que, en esta tesis, a este acero se lo ha denominado acero estabilizado con niobio (AcNb).

Utilizando los datos de la composición y las Ec. (1) y (2) de la Sección 2.3.1, se determinaron los valores de $M_d(30/50)$ y las energías de falla de apilamiento (SFE) de los aceros traccionados. Los resultados se presentan en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. $M_d(30/50)$ y SFE de los aceros laminados

	AISI 304L	AISI 321	AcNb
$M_d(30/50)$ [°C]	34.5	75.8	63.2
SFE [mj/m ²]	21.2	18.5	13.4

De acuerdo con los resultados, se puede concluir que el acero AISI 321 tiende a formar más martensita cuando se somete a deformación, ya que su temperatura $M_d(30/50)$ es más alta que la de los otros aceros estudiados. En cambio, el acero AISI 304L tiene la menor tendencia a formar martensita, puesto que su $M_d(30/50)$ es la más baja de los tres aceros. Por otro lado, los valores de SFE indican que la fase austenítica del acero AISI 304L resulta más resistente a la deformación, pudiendo soportar más energía antes de transformarse en martensita- α' . Los otros dos aceros son menos estables en este sentido y pueden transformarse a martensita- α' con mayor facilidad.

3.1.2 Ensayo de tracción

La tracción a la que fueron sometidas las probetas tratadas en esta sección tiene como objetivo formar la martensita inducida por deformación. Para realizar los ensayos de tracción, las planchuelas de aceros AISI 321 y AISI 304L fueron cortadas siguiendo las especificaciones de la Norma ASTM E8 [68]; las dimensiones de las probetas pueden observarse en las Figuras 3.1 y 3.2, respectivamente. Por su parte, el corte del acero AcNb no se realizó bajo norma y sus dimensiones se detallan en la Figura 3.3.

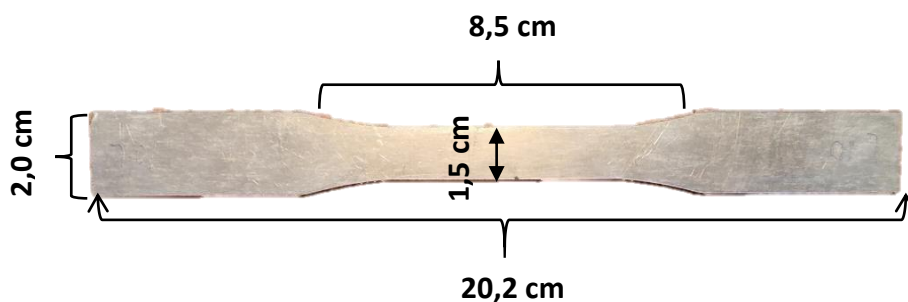


Figura 3.1. Dimensiones de la probeta AISI 321. Espesor de 2.1 mm.

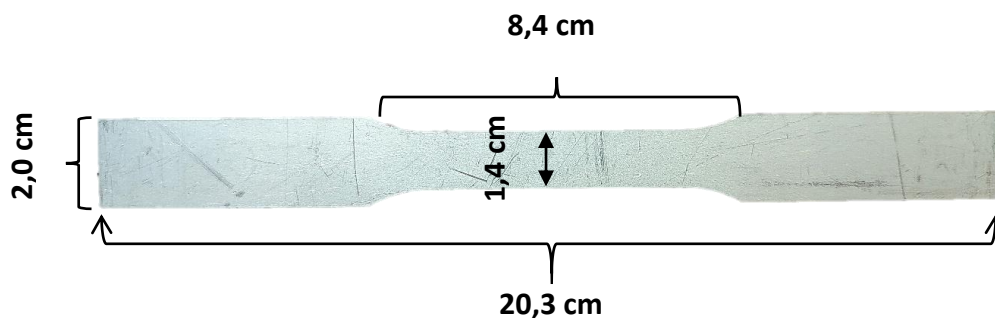


Figura 3.2. Dimensiones de la probeta AISI 304L. Espesor de 5 mm.

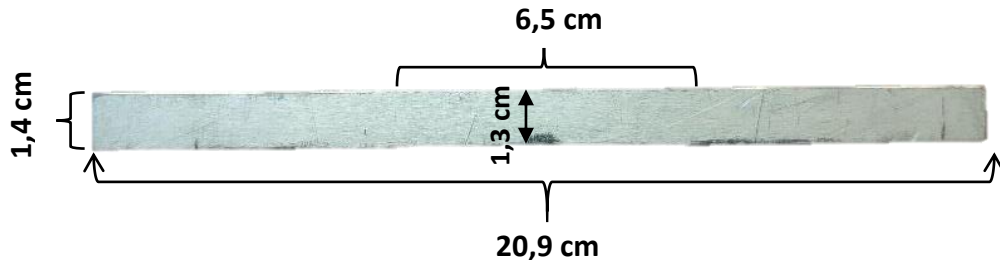


Figura 3.3. Dimensiones de la probeta AcNb. Espesor de 4 mm.

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo en diferentes instalaciones de la Gerencia de Materiales. Para el acero AISI 304L se utilizó la máquina de tracción MTS Landmark perteneciente a la División Fractura del Departamento de Caracterización y Fractomecánica, mientras que para los aceros AcNb y AISI 321 se empleó la máquina de tracción Schimadzu AGN 100, ubicada en el Laboratorio SUR 100, perteneciente a la División Materiales Avanzados. Los ensayos fueron de tracción uniaxial hasta la rotura, se realizaron a una velocidad constante de 1 mm/min, siguiendo la Norma IRAM IAS-U500 [69]. En la Figura 3.4 se presentan las curvas de tensión-desplazamiento de los aceros AISI 304L y AcNb.

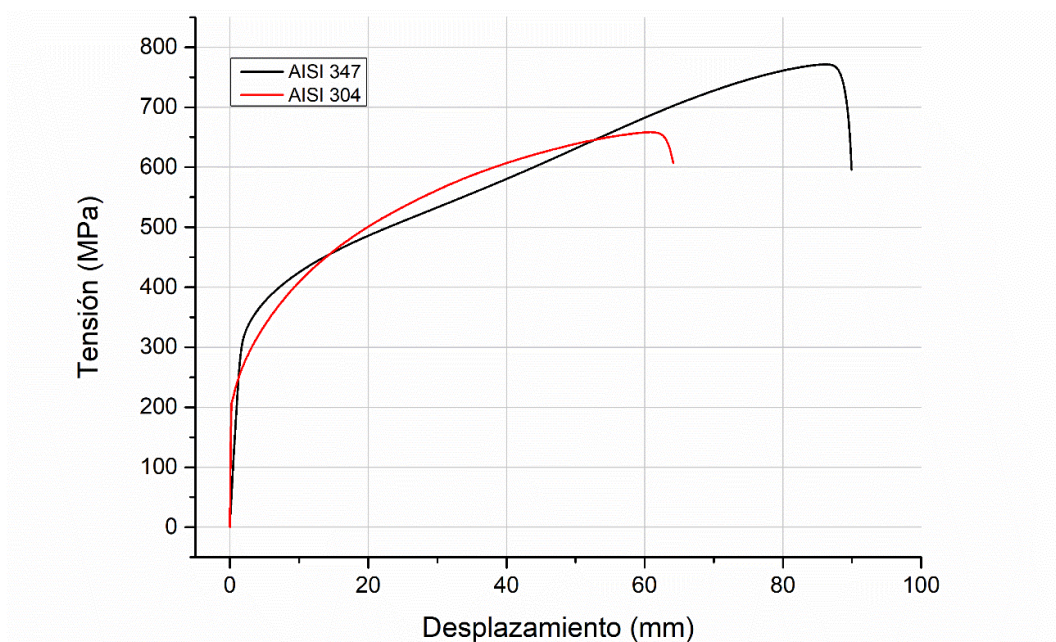


Figura 3.4. Curva tensión-alargamiento del acero AISI 304L y AcNb.

La deformación resultante del ensayo de tracción no es homogénea, por lo tanto, existe un gradiente en contenidos de martensita en las probetas rotas. Este gradiente presenta su máxima deformación, y por lo tanto mayor contenido de martensita, en la zona de la rotura del material y su mínimo en la zona más alejada de esta. Esto se encuentra indicado en la Figura 3.5

para el caso del acero AISI 304L en donde una flecha indica el sentido en el cual el contenido de martensita inducida por deformación es menor.

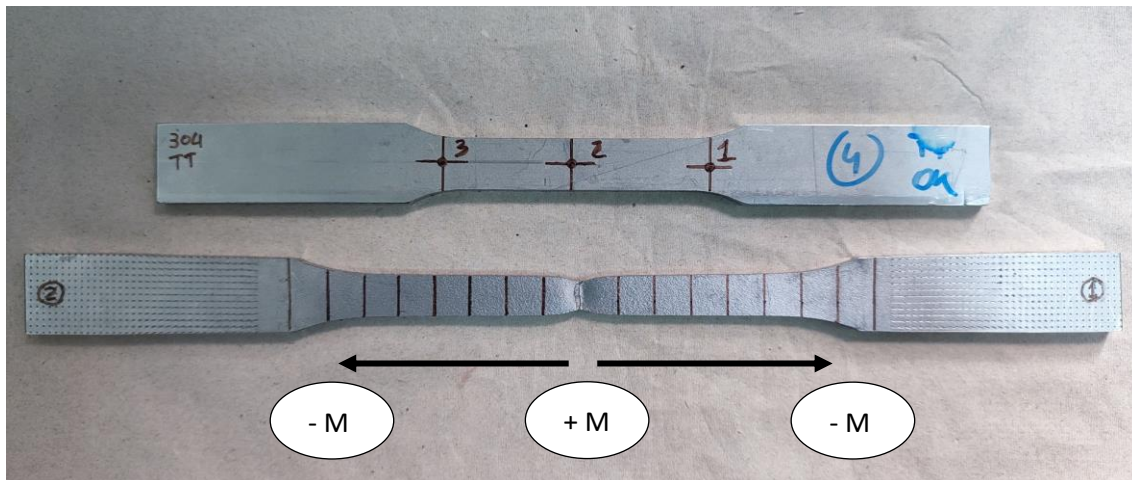


Figura 3.5. Probeta del acero AISI 304L antes y después del ensayo de tracción. Se indican el sentido del gradiente decreciente de formación de la MID.

Es importante destacar que las probetas de los aceros AISI 321 y AcNb no experimentaron una rotura simétrica a diferencia de lo observado en el caso del acero AISI 304L. Esto condujo a dos lados con longitudes diferentes de cada uno de los aceros mencionados.

Por otro lado, se utilizaron muestras deformadas a distintos porcentajes de deformación (1 %, 7 %, 14 %, 21 %, 26 %) de un acero inoxidable austenítico AISI 304 para analizar cómo evoluciona el comportamiento del ruido magnético Barkhausen en diferentes grados de deformación. La deformación fue realizada en la misma máquina de tracción utilizada para los aceros AISI 321 y AcNb bajo las mismas condiciones de ensayo.

Por último, se utilizó un acero AISI 439 el cual es 100 % ferromagnético utilizado para comparar las mediciones del ruido magnético Barkhausen producido por una muestra 100 % ferromagnética con aquellos aceros que no tengan una matriz completamente ferromagnética, en este caso, los aceros AISI 304L, 321 y AcNb. Se eligió este acero su bajo contenido de carbono, lo que permite una mejor comparación con las muestras de acero inoxidable austenítico

3.2 Muestras laminadas

3.2.1 Composición química y tratamientos térmicos

Como se mencionó en la Sección 1.1, se utilizaron algunas de las muestras laminadas estudiadas previamente en [22], con el fin de complementar el estudio de la martensita inducida

por deformación. Las composiciones químicas de estas muestras, en %m/m, se presentan en la Tabla 3.3

Tabla 3.3. Composición química de los aceros laminados.

AISI	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb
304	Balance	0.04	0.68	1.67	0.022	0.005	18.8	9.2	0.08	-
316L	Balance	0.02	0.39	1.50	0.023	0.010	17.9	12.3	2.48	<0.01
347	Balance	0.03	0.52	1.55	0.018	0.003	17.9	9.3	0.22	0.60

Los tratamientos termo-mecánicos de preparación de las muestras fueron los siguientes [22]: Todas fueron sometidas a un tratamiento térmico de austenización de una hora a 1050°C en vacío y con enfriamiento en aire. Luego fueron laminadas a -70 °C con una reducción total resultante del 63 %, obteniéndose muestras con un máximo de martensita- α' . Por último, fueron sometidas individualmente a tratamientos térmicos de recuperación parcial de la fase γ . Esto consistió en calentar diferentes muestras a temperaturas entre 200 y 1000°C, durante una hora. De esta manera, la fase austenítica fue parcialmente recuperada, obteniéndose muestras con distintos contenidos de martensita. Las muestras laminadas estudiadas en esta tesis fueron aquellas que han quedado sin analizar en [22]. Las mismas poseen dimensiones de 65 x 30 x 2.3 mm³. En la Tabla 3.4 se identifican las muestras de cada acero utilizadas, junto con su tratamiento térmico de recuperación de fase austenítica en cada una de ellas.

Tabla 3.4. Temperaturas de tratamientos térmicos para las muestras estudiadas.

AISI 304		AISI 316L		AISI 347	
Muestra	Temp. TT(°C)	Muestra	Temp. TT(°C)	Muestra	Temp. TT(°C)
M1	200	M7	800	M1	200
M10	900	M9	900	-	-
-	-	M10	950	-	-

Por último, utilizando las Ec. (1) y (7) de la Sección 2.3.1 y las composiciones químicas de la Tabla 3.3, se determinaron los valores de $M_d(30/50)$ y SFE de los aceros laminados. Los resultados se presentan en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5. $M_d(30/50)$ de los aceros laminados

	AISI 304	AISI 316L	AISI 347
$M_d(30/50)$ [°C]	28.3	-19.9	44.1
SFE [mJ/m ²]	23.3	63.6	24.2

De esta forma, es posible determinar que el acero AISI 347 es el que presenta mayor tendencia a formar martensita cuando es sometido a deformación en frío, debido al mayor valor de temperatura $M_d(30/50)$. Por el contrario, el AISI 316L es el que tiene menor tendencia a formar esta fase ya que su $M_d(30/50)$ es la más baja de los tres aceros en estudio. Los valores de SFE muestran que el acero AISI 316L soporta mayor energía de deformación provocando mayor estabilidad de la austenita frente a la transformación a MID. Mientras que los aceros AISI 304 y 347 presentan valores muy similares de SFE.

Capítulo 4: Procedimiento experimental

4.1. Metalografía

Se seleccionaron muestras correspondientes a la zona de la rotura de las tres probetas ensayadas por tracción. Estas zonas presentan la mayor cantidad de deformación de toda la probeta, por lo tanto, contienen la mayor cantidad de MID. Dichas zonas se marcan con una circunferencia de color rojo en la Figura 4.1. Por otro lado, se cortaron muestras de los tres aceros laminados de [22] indicados en la Tabla 3.3 de la Sección 3.2. Los resultados en [22] mostraron que el contenido de martensita- α' era homogéneo a lo largo de toda la muestra. Estas muestras fueron las M1, M7 y M1 de los aceros AISI 304, 316L y 347, respectivamente.

La preparación de las muestras se realizó de la siguiente manera: primero, se incluyeron las muestras en resina conductora PolyFast. Posteriormente, se procedió a desbastar la superficie de cada muestra utilizando papel abrasivo de carburo de silicio de distintas granulometrías (220, 320, 400 y 600) en una máquina de abrasión rotativa con lubricación acuosa. Tras el desbaste, se realizó un pulido con pasta de diamante de $6\ \mu m$ en un paño grueso, seguido de pulido con un paño de $1\ \mu m$. Finalmente, se realizó un proceso de ataque electroquímico utilizando una solución de ácido oxálico al 10 %, mediante la técnica del tampón durante un minuto, aproximadamente. Las observaciones metalográficas se llevaron a cabo utilizando un microscopio óptico (MO) Olympus BX60M, equipado con una cámara Olympus DP20 incorporada, perteneciente al Laboratorio de Ensayos de Materiales, División de Metalografía y Ensayos Termomecánicos, Gerencia de Materiales, CAC, CNEA. Además, las muestras fueron examinadas utilizando un microscopio electrónico de barrido (MEB) Fei Quanta 2000 perteneciente al Laboratorio de Microscopía Electrónica, Gerencia de Materiales, CNEA.



Figura 4.1. Zonas seleccionadas, círculos rojos, para metalografía y difracción de rayos X.

4.2. Difracción de rayos X

Dado que las fases austenita y martensita tienen diferentes estructuras cristalinas, es posible identificarlas mediante un ensayo de Difracción de Rayos X (DRX). Para realizar el análisis, se usaron las mismas muestras utilizadas para metalografía tanto para los aceros laminados como para los traccionados. Las fases de las muestras traccionadas fueron determinadas utilizando el difractómetro Epyrean perteneciente al Departamento de Tecnología de Aleaciones de Circonio, Centro Atómico Ezeiza, CNEA. Para las muestras laminadas, se utilizó el difractómetro Bruker perteneciente al mismo departamento. La preparación de las muestras fue similar a la utilizada para la metalografía: se desbastó la superficie de las muestras hasta un papel de granulometría 600 y luego se pulió con pasta de diamante de $6\ \mu\text{m}$ y $1\ \mu\text{m}$. Una vez finalizada la etapa del pulido, se lavaron las muestras con detergente y se enjuagaron con agua. Para asegurar una limpieza más profunda, las muestras se sumergieron en alcohol y se sometieron a un tratamiento con ultrasonido durante cinco minutos.

4.3 Saturación magnética

4.3.1 Cálculo de las concentraciones de martensita- α' a través de la magnetización específica de saturación

En los materiales ferromagnéticos la medición de curvas características de densidad de flujo magnético (B) en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H) se ha utilizado para determinar propiedades como la permeabilidad, la coercitividad y la magnetización de saturación; que se emplean para evaluar las propiedades magnéticas de un material, y a su vez están relacionadas con las propiedades mecánicas del mismo [70-72].

En las muestras utilizadas en esta tesis, se tienen dos fases debido a la deformación del material: la MID y la austenita. La primera de ellas es ferromagnética mientras que la segunda es paramagnética. Esta diferencia, entre las fases, es la que permite utilizar este ensayo para cuantificar la fracción de martensita- α' en las muestras estudiadas. De los datos que se pueden extraer de los ensayos de saturación, el valor que permite calcular la cantidad de fase magnética es la magnetización específica de saturación ($m. e. s.$). Para calcular el porcentaje de martensita- α' en masa de las muestras, a partir de su $m. e. s.$, se requiere determinar la magnetización específica de saturación que tendría una muestra con 100% de martensita- α' y conocer la composición porcentual del acero. En la literatura, no hay un valor acordado de saturación

magnética para un acero con el 100% de martensita, ya que no es posible producir esta cantidad mediante deformación. En [42] se analizó la magnetización de saturación en función del porcentaje de martensita determinado por difracción de rayos X, informando un valor de 160 emu/g para el caso de 100% de martensita. En [73] produjeron una lámina delgada de fase BCC por pulverización de un objetivo de acero AISI 304, y midieron una magnetización de saturación de 130 emu/g. En [74] calcularon un promedio de las magnetizaciones específicas de saturación informadas en [42, 73] obteniendo un valor de 145 emu/g con una incerteza de $\pm 10\%$. En [75] utilizan una *m. e. s* de 133.2 emu/g para un acero AISI 321 para el caso del 100% de martensita- α' , mientras que de acuerdo con [76] la *m. e. s* para un acero AISI 304 es de 154 emu/g. Por otro lado, en [77] para calcular la *m. e. s* en un acero AISI 304, utilizan las magnetizaciones específicas de saturación de los elementos ferromagnéticos (*Fe* y *Ni*) y anti-ferromagnéticos (*Cr*) presentes y reportadas en [76]. Éstas son las siguientes:

- *Fe*: 222 emu/g
- *Ni*: 133 emu/g
- *Cr*: de 0 a -75.2 emu/g

Con estos valores y la composición química de cada acero, calculan la *m. e. s* correspondiente a tener una fase 100% magnética, es decir 100% de martensita- α' . La Ec. (7) muestra el cálculo para determinar el valor de *m. e. s*:

$$m. e. s. aleacion (emu/g) = \sum_{i=1}^n m. e. s. i \cdot N_i \quad (7)$$

Donde *m. e. s. i* es la magnetización específica de saturación de cada elemento de la aleación, *Ni* es la fracción en masa del elemento en la aleación y *n* es la cantidad total de elementos ferromagnéticos y/o anti-ferromagnéticos.

En este trabajo, al igual que en [22], se decidió utilizar el método presentado en [77] para calcular la *m. e. s* debido a que permite trabajar con aceros de distinta composición química. A continuación, se presenta un ejemplo del cálculo de la *m. e. s* para el caso de 100% de martensita en el acero AISI 304L traccionado utilizando la Ec. (7), la composición química del acero mostrada en la Tabla 3.2 de la Sección 3.1 y los momentos magnéticos de los elementos reportados en [76]. En primer lugar, se calcula una *m. e. s* mínima considerando el valor de *m. e. s* mínimo para el *Cr*, las incertezas que aportan el *Fe* y el *Ni* se consideran despreciables en comparación a la del *Cr*:

$$\begin{aligned}
m.e.s_{\text{minima}} (emu/g) &= \sum_{i=1}^3 m.e.s_i \cdot N_i \\
&= m.e.s_{Fe} \cdot N_{Fe} + m.e.s_{Ni} \cdot N_{Ni} + m.e.s_{Cr} \cdot N_{Cr} \quad (8) \\
&= (222 \cdot 0.695) + (133 \cdot 0.092) + (-75.2 \cdot 0.188) \\
&= 152 \text{ emu/g}
\end{aligned}$$

Luego, se calcula una *m. e. s* máxima considerando el valor máximo de magnetización del Cr:

$$\begin{aligned}
m.e.s_{\text{maxima}} (emu/g) &= \sum_{i=1}^3 m.e.s_i \cdot N_i \\
&= m.e.s_{Fe} \cdot N_{Fe} + m.e.s_{Ni} \cdot N_{Ni} + m.e.s_{Cr} \cdot N_{Cr} \quad (9) \\
&= (222 \cdot 0.695) + (133 \cdot 0.092) + (0 \cdot 0.188) \\
&= 167 \text{ emu/g}
\end{aligned}$$

Por último, con los valores de *m. e. s* mínimo y máximo, se calcula un promedio y se obtiene la *m. e. s* media. Estos tres valores se presentan en las Tablas 4.1 y 4.2 para los aceros laminados y traccionados estudiados en este trabajo, respectivamente.

Tabla 4.1. Valores de *m. e. s* mínima, máxima y media de los aceros laminados.

%α'	AISI 304			AISI 316L		
	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>
	Max.	Min.	Media	Max.	Min.	Media
	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)
100	166.5	152.4	159.5	161.5	148.0	154.7

Tabla 4.2. Valores de *m. e. s* mínima, máxima y media de los aceros traccionados.

%α'	AISI 304L			AISI 321			AcNb		
	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	<i>m. e. s.</i>	
	Max.	Min.	Media	Max.	Min.	Media	Max.	Min.	Media
	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)	(emu/g)
100	166.3	151.8	159.0	172.5	159.3	165.7	170.1	156.4	163.3

Relacionando los valores de *m. e. s* mínimos y máximos correspondientes a una fase 100% magnética con los valores de *m. e. s* de cada muestra, se pueden obtener las

concentraciones en % m/m mínimas y máximas de martensita- α' presentes en cada muestra ensayada, como se detallan en las Ec. (10) y (11) respectivamente.

$$\% \alpha'_{min} = \frac{m. e. S_{muestra}}{m. e. S_{max}(100\% \text{ martensita})} \cdot 100 \quad (10)$$

$$\% \alpha'_{max} = \frac{m. e. S_{muestra}}{m. e. S_{min}(100\% \text{ martensita})} \cdot 100 \quad (11)$$

Promediando ambos resultados se obtiene el valor medio de la concentración en % m/m de martensita- α' para cada una de las muestras. Las incertezas se calcularon restando las concentraciones en % m/m mínimas de las máximas y dividiendo el resultado por dos. En las Ec. (12) y (13) se muestra el cálculo del valor medio y de la incerteza, respectivamente.

$$\% \alpha'_{media} = \frac{\% \alpha'_{max} + \% \alpha'_{min}}{2} \quad (12)$$

$$\Delta \alpha' = \frac{\% \alpha'_{max} - \% \alpha'_{min}}{2} \quad (13)$$

4.3.2 Configuración experimental

Para realizar las mediciones de saturación magnética, se utilizó un magnetómetro de muestra vibrante modelo Versalab marca Quantum Design, Figura 4.2, perteneciente al Laboratorio de Propiedades Eléctricas y Magnéticas, Departamento de Materia Condensada, Gerencia de Investigación y Aplicaciones, CAC, CNEA.

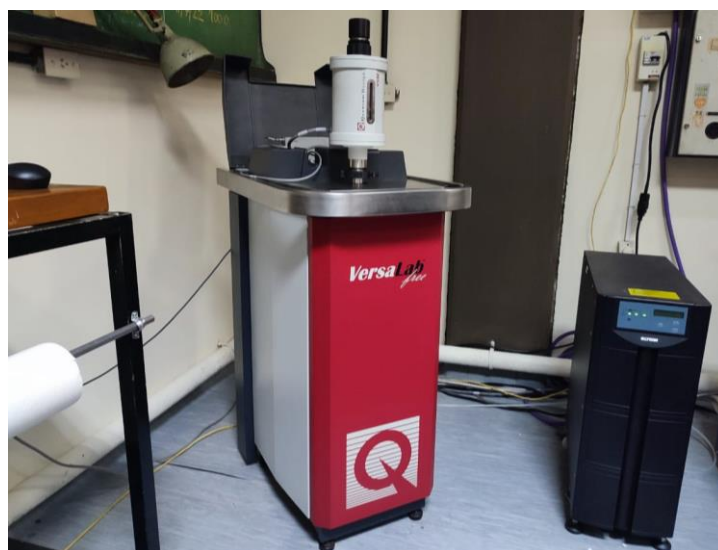


Figura 4.2. Magnetómetro Versalab.

Las mediciones se realizaron a temperatura ambiente y con un campo magnético aplicado máximo de: ± 20 kOe para las muestras del acero 316L laminado, ± 10 kOe para las muestras del acero 304 laminado y ± 15 kOe para todas las muestras de aceros traccionados. En estas condiciones, se logró la saturación de cada una de ellas, excepto para el acero 316L, del cual se explicará la razón en secciones posteriores.

4.3.3 Preparación de las muestras

Se llevaron a cabo 18 cortes mediante electroerosión en solo uno de los lados de cada uno de los tres aceros sometidos a tracción, como se muestra en la Figura 4.3. Posteriormente, las zonas indicadas con un círculo rojo fueron subdivididas en porciones más pequeñas utilizando un disco de corte. Estas secciones específicas se seleccionaron estratégicamente debido a que la cantidad de MID generada durante la tracción no es uniforme, siendo más abundante en la región de la rotura del material y menos pronunciada en el extremo opuesto. En el caso de los aceros AISI 304L y AcNb, se seleccionaron tres zonas que representan, en términos generales, valores altos, medios y bajos de porcentaje de martensita- α' (%m/m). Estos valores se estimaron a través de los resultados obtenidos mediante el ferriscopio, cuyo uso se detalla en la siguiente sección. En cuanto al acero AISI 321, el cual genera una mayor cantidad de MID, se optó por estudiar únicamente dos zonas de estudio; dado que gran parte de la probeta tenía un porcentaje de martensita- α' (% m/m) similar, se tomaron la zona de la rotura y la zona más alejada a la misma. Las muestras laminadas se cortaron mediante un disco de corte. En este caso, debido a que la deformación es uniforme, no se seleccionó una zona específica de la muestra para el corte, a diferencia de lo que se hizo con las muestras sometidas a tracción. A su vez, todas las muestras fueron desbastadas hasta un papel de 1200 para eliminar la deformación causada por el corte. Luego, se desengrasaron y pesaron en una balanza de precisión perteneciente a la División Difusión. Cada muestra fue pesada un total de cinco veces para obtener el promedio final de cada una de ellas. Con el objetivo de evitar saturar el equipo de medición, todas las muestras fueron cortadas de forma tal que el peso promedio final de cada una fuera menor a 0.2 g. En la Tabla 4.3 se especifican las muestras laminadas que no se midieron en [22] y que fueron estudiadas en esta tesis. Por otro lado, en la Tabla 4.4 se informan las muestras de los aceros traccionados.

Tabla 4.3. Muestras laminadas ensayadas.

Muestras Laminadas					
Aceros	AISI 304		AISI 316L		
Muestras	M1	M10	M7	M9	M10

Tabla 4.4. Muestras traccionadas ensayadas.

Muestras Traccionadas								
Aceros	AISI 304L			AcNb			AISI 321	
Muestras	M1	M11	M19	M1	M15	M18	M1	M18

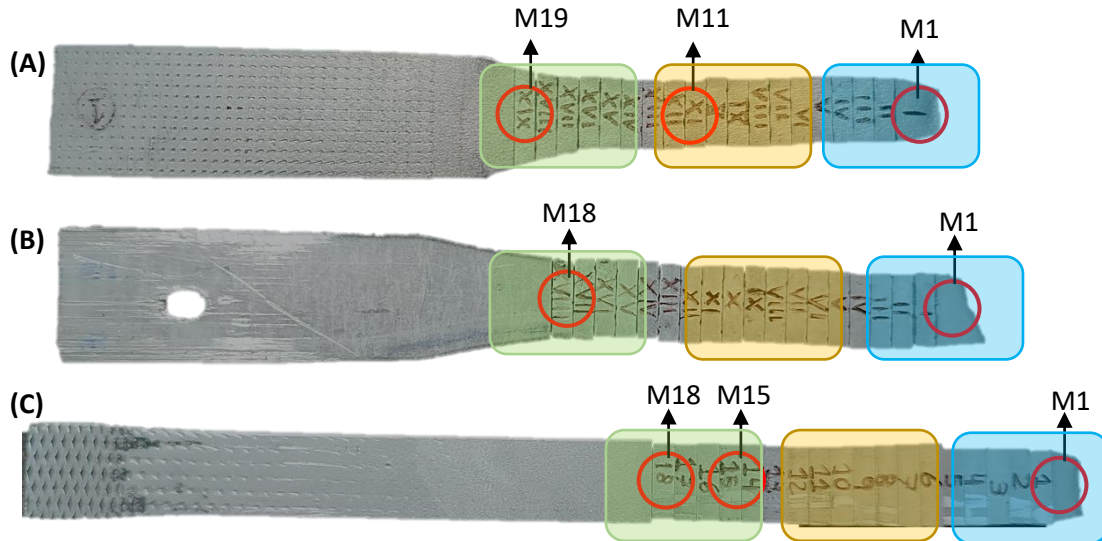


Figura 4.3. Muestras utilizadas en el ensayo **(A)** AISI 304L, **(B)** AISI 321, **(C)** AcNb. En azul, naranja y verde se sombreen las zonas correspondientes a: zona rotura, zona media y zona lejana, respectivamente. Lado 1 de la probeta traccionada.

4.4 Ferritoscopio

El uso del ferritoscopio es una técnica sencilla de caracterización no destructiva in-situ, la cual suele ser utilizada para medir el contenido de ferrita- δ en soldaduras de aceros inoxidables austeníticos. El funcionamiento del ferritoscopio se basa en la técnica de inducción magnética, la cual forma parte del método de corrientes inducidas (CI). El equipo cuenta con una bobina emisora y una receptora, Figura 4.4. Alimentada por una corriente sinusoidal, la bobina emisora genera un campo magnético primario variable que interactúa con la muestra conductora, induciendo corrientes eléctricas en ella. Estas corrientes inducidas generan a su vez otro campo magnético variable. En la zona de las bobinas, el campo magnético total es la suma del campo primario y del inducido. Las variaciones en el campo magnético, provocadas por las corrientes en el material, inducen un voltaje en la bobina receptora. Este voltaje, que es la señal registrada por el equipo, está relacionado con la impedancia de la bobina receptora. A su vez, esta impedancia depende las propiedades electromagnéticas del material, como la conductividad eléctrica y la permeabilidad magnética. En el caso de la aplicación de CI, se asume

que las variaciones del voltaje inducido causadas por cambios en la permeabilidad son mucho mayores que las variaciones que podría introducir un cambio en la conductividad de las fases presentes [22]. Así, en una aleación con una sola fase ferromagnética, la evaluación de los cambios en la permeabilidad se puede utilizar para cuantificar dicha fase, [19].

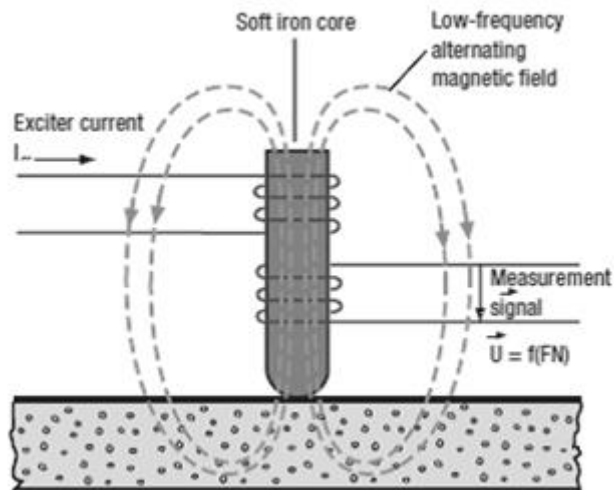


Figura 4.4. Ilustración del método de corrientes inducidas que se aplica en el ferritoscopio [22].

Al interactuar la sonda con un conjunto de muestras patrón con contenidos de fase ferromagnética conocidos, el voltaje inducido en la bobina receptora puede ser cuantificado. Esta cuantificación la hace la electrónica interna del equipo y como salida proporciona la concentración en %m/m de la fase ferromagnética. Así, es posible construir curvas de calibración que relacionen la lectura de salida del equipo con el contenido de la fase de interés. Por lo tanto, es necesario contar con los patrones adecuados para cuantificar las fases ferromagnéticas de la estructura: ferrita- α , ferrita- δ y martensita- α' . El ferritoscopio se emplea comúnmente para determinar la concentración de ferrita- δ en AIAs; por lo que los patrones certificados que acompañan al equipo corresponden a esa fase. Por ende, las lecturas que indican %m/m de ferrita- δ deben ser convertidas a %m/m de martensita- α' utilizando otra curva de calibración. Existen distintas curvas de calibración determinadas mediante diversas técnicas. En el estudio en [20] se compararon varias técnicas usadas para medir la concentración de martensita inducida por deformación en aceros inoxidable austeníticos. Según este estudio, hay una relación lineal entre las lecturas del ferritoscopio en ferrita- δ y la martensita- α' , en la que las lecturas en ferrita- δ deben multiplicarse por 1.7 para obtener las concentraciones correspondientes de martensita- α' , Ec. (15). Esta es la propuesta de los fabricantes del ferritoscopio disponible en el laboratorio del grupo IAMEND.

$$\alpha'(m/m) = 1.7 \times \delta(m/m) \quad (14)$$

El estudio en [20] indica que la relación lineal es válida hasta lecturas del 55 % de ferrita- δ en el ferritoscopio (93 % de martensita- α'). Existen varios trabajos que han utilizado la curva de calibración propuesta en [20] para medir el contenido de martensita- α' . Por ejemplo, en [78] utilizaron esta curva para detectar el contenido de martensita inducida por deformación a temperaturas criogénicas en un acero AISI 347 (17.29Cr-9.5Ni-0.19Mo) para concentraciones entre el 3 y 6 % de martensita- α' , mientras que en [79] se estudió el comportamiento del endurecimiento de un acero AISI 304 (18.14Cr-8.14Ni-0.146Mo) provocado por la MID utilizando la misma curva de calibración. En este último caso, las concentraciones de martensita- α' evaluadas fueron de hasta un 45 %. Otros estudios, como los que se encuentran en [80, 81], también han utilizado este método para evaluar el contenido de la MID. En el primero de ellos, se emplea la técnica para evaluar una concentración de martensita- α' cercana al 100 % para un acero AISI 321, mientras que en el segundo estudio se evaluó una concentración de martensita- α' del 85 % en aceros AISI 304 y 347.

De los resultados obtenidos por el grupo IAMEND en sus estudios publicados en [18,82], se encontró una discrepancia con el límite superior de validez de la curva de calibración lineal propuesta en [20], indicando que esta relación lineal sólo es válida para lecturas hasta un 30 % de ferrita- δ en el ferritoscopio (51 % de martensita- α'). De esta manera, concluyeron que la curva de calibración, para concentraciones mayores al 30 % de ferrita- δ , se ajusta mejor con una exponencial, Ec. (15). Esta curva fue determinada a partir de los datos de magnetización y permite correlacionar el contenido de martensita- α' de las muestras con las lecturas de porcentaje de ferrita- δ (%m/m) del ferritoscopio, permitiendo así una extensión del rango de validez de la curva hasta lecturas de un 80 % de porcentaje de ferrita- δ (%m/m).

$$y = A \cdot \exp(R_0 \cdot x) + y_0 \quad (15)$$

En la Ec. (15), x son las lecturas del ferritoscopio (en % m/m de ferrita- δ) e y son los % m/m de martensita- α' . La curva de calibración presentada en [22] está compuesta por 27 puntos. En este trabajo, se actualizó dicha curva agregando 13 puntos adicionales que corresponden a mediciones realizadas en los aceros AISI 304L, 321 y AcNb traccionados y AISI 304 y 316L laminados, los cuales fueron detallados en las Tablas 4.3 y 4.4 de la Sección 4.1.3, respectivamente.

4.4.1 Configuración experimental

En el laboratorio se cuenta con un ferritoscopio FMP30 marca Fischer®. Como en todos los métodos de END, es esencial realizar una calibración previa antes de empezar con las mediciones. El ferritoscopio utilizado tiene una calibración que necesita como base una muestra 100% de ferrita- δ . Posteriormente, se debe realizar una calibración correctiva con patrones con porcentajes de ferrita- δ que se aproximen a los contenidos que se quieren medir. En este caso, se utilizó el sensor FGAB1.3 y se procedió a utilizar los patrones de 0.5, 10.2 y 33.0 % de ferrita- δ para la evaluación del contenido de las fases presentes en los aceros AISI 304L y AcNb; y los patrones de 10.2, 33.0 y 54.5 % de ferrita- δ para el acero AISI 321. En la Figura 4.5 se muestra el sistema utilizado en este trabajo.



Figura 4.5. Sistema de medición de ferrita- δ .

Para determinar el contenido en % m/m de ferrita- δ en las muestras traccionadas, se realizaron 10 mediciones en ambos lados de las probetas en las zonas marcadas en las Figuras 4.6 a 4.8 para los aceros AISI 304L, AcNb y AISI 321, respectivamente. De las 10 mediciones se obtuvieron el valor medio en % m/m ferrita- δ y el desvío estándar en cada zona evaluada. Para el caso de las muestras laminadas, se realizaron 10 mediciones en distintos puntos de la muestra para obtener los parámetros mencionados anteriormente, como se observa en la Figura 4.9. Como se mencionó en secciones anteriores, la deformación no homogénea de las muestras traccionados permitió obtener valores de ferrita- δ distintos en cada zona evaluada.

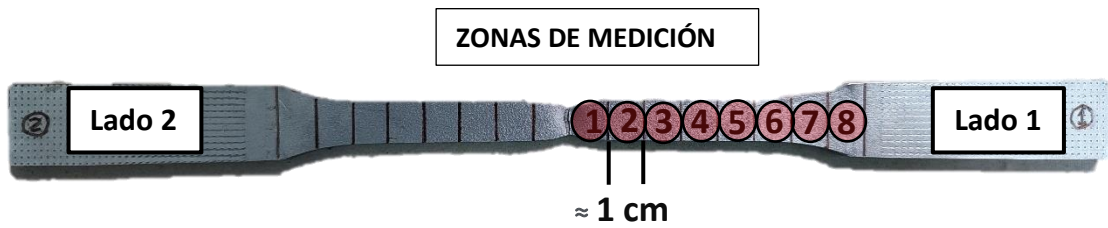


Figura 4.6. Zonas de medición del acero AISI 304L. El lado 2 consta de las mismas zonas que el lado 1.

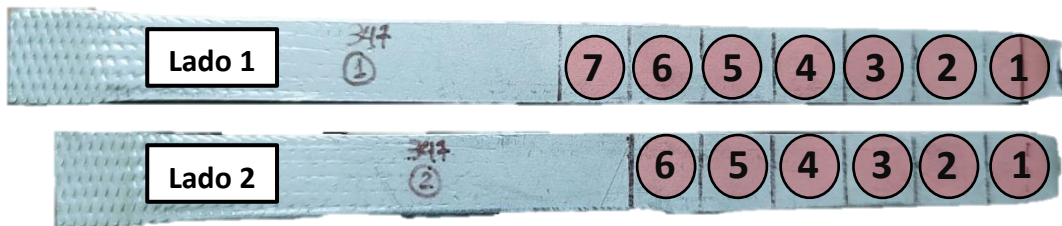


Figura 4.7. Zonas de medición del acero AcNb.

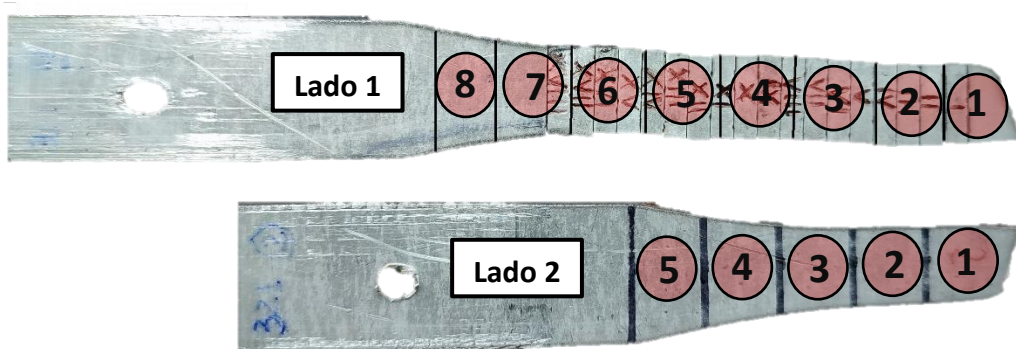


Figura 4.8. Zonas de medición del acero AISI 321.

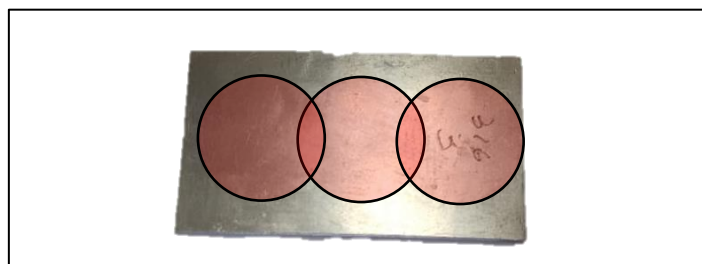


Figura 4.9. Zonas de medición de las muestras laminadas.

4.5 Permeabilidad magnética

4.5.1 Introducción

El cálculo de la impedancia de una bobina sobre un sustrato metálico plano, de conductividad eléctrica σ y permeabilidad magnética μ es un problema básico de la inspección

por corrientes inducidas. En la mayoría de las soluciones analíticas, se propone que tanto σ como μ son independientes de la frecuencia del ensayo, uniformes e isotrópicas. Este tipo de soluciones analíticas concuerdan correctamente con las mediciones cuantitativas de la impedancia de bobinas de corrientes inducidas colocadas sobre una gran variedad de materiales no ferromagnéticos [83]. En el caso de materiales ferromagnéticos, si la propiedad a ser estudiada produce un cambio en la permeabilidad magnética de la muestra, entonces es necesario la elaboración de un modelo que tome en cuenta este cambio [84]. Este es el caso para la determinación del contenido de martensita en aceros inoxidable austeníticos [19, 84, 85]. Como se dijo anteriormente para las otras técnicas de CI utilizadas en este trabajo, esta caracterización es posible debido a la presencia de dos fases: una ferromagnética (martensita- α') y otra paramagnética (austenita- γ). El objetivo principal de este apartado es explicar la técnica utilizada para determinar la concentración de martensita- α' a través de la evaluación de la μ_r (permeabilidad magnética relativa). Esto también permitió añadir puntos experimentales a la curva de calibración determinada en [19], empleada para medir concentraciones de martensita- α' en aceros inoxidables por esta técnica.

4.5.2 Calculo de la permeabilidad magnética relativa

En este trabajo, la permeabilidad magnética fue determinada mediante el método inverso de corrientes inducidas utilizado en [83] para aleaciones no ferromagnéticas y en [85] para materiales ferromagnéticos. Para esto, es necesario conocer la solución teórica del problema de una bobina sobre un conductor, como muestra la Figura 4.10, donde se consideran todos los parámetros relacionados con el cambio de impedancia como: geometría de la bobina y de la muestra conductora, frecuencia del ensayo, propiedades electromagnéticas del material como σ y μ_r y la distancia entre la bobina y el conductor, denominado lift-off.

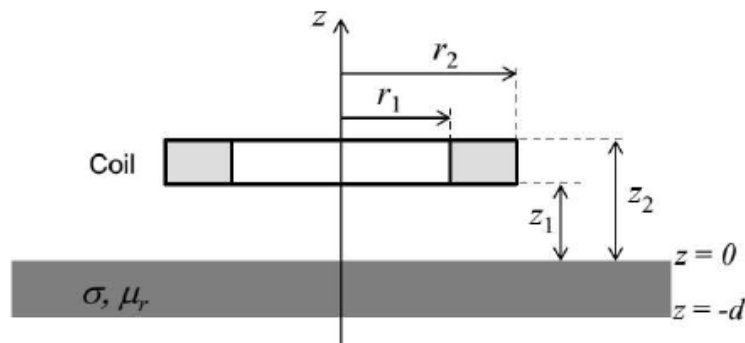


Figura 4.10. Esquema del problema electromagnético.

La Ec. (16) muestra un caso particular de una formula desarrollada en [86] para determinar el cambio teórico de la impedancia de una bobina cilíndrica apoyada sobre una placa conductora, ΔZ^T ; el problema que se resuelve es el de la Figura 4.8.

$$\Delta Z^T = Z^T - Z_0 = \frac{j\pi\omega\mu_0 N^2}{(r_2 - r_1)^2 (z_2 - z_1)^2} \int_0^\infty \frac{\Gamma^2(\kappa r_1, \kappa r_2)}{\kappa^6} e^{-\kappa z_1} - e^{-\kappa z_1^2} \left(\frac{(\lambda^2 - \kappa^2 \mu_r^2)(e^{-2\lambda d} - 1)}{(\lambda + \kappa \mu_r)^2 - e^{-2\lambda d}(\lambda - \kappa \mu_r)^2} \right) d\kappa \quad (16)$$

Donde Z^T es la impedancia de la sonda en presencia del conductor, Z_0 es la impedancia de la sonda en aire, z_1 es el lift-off, N es el número de espiras de la bobina,

$$\Gamma^2(\kappa r_1, \kappa r_2) = \int_{\kappa r_1}^{\kappa r_2} x J_1(x) dx = \frac{\pi}{2} x J_0(x) H_1(x) - J_1(x) H_0(x) \Big|_{x_1}^{x_2}$$

$$\lambda = \sqrt{\kappa^2 + k^2} \quad \text{y} \quad k^2 = j\pi\omega\mu_r\mu_0\sigma$$

J_m denota la función de Bessel de primera especie y orden m y H_n denota la función de Struve de orden n . En corrientes inducidas es común trabajar con la variación de impedancia normalizada con la reactancia inductiva de la bobina en aire:

$$\Delta Z^{T,N} = \frac{\Delta Z^T}{\omega L_0} \quad (17)$$

El procedimiento presentado en [19] para determinar la permeabilidad magnética relativa consiste en realizar un ajuste por cuadrados mínimos no-lineal del cambio experimental normalizado de la impedancia de la bobina ($\Delta Z^{E,N}$) con el cambio normalizado teórico de la impedancia ($\Delta Z^{T,N}$, Ec. (17)). La función para minimizar χ^2 fue construida con las partes imaginarias de las variaciones de la impedancia normalizada: $Im(\Delta Z^{T,N})$ y $Im(\Delta Z^{E,N})$:

$$\chi^2(\mu_r) = \sum_{k=1}^{f_k} \left\{ \left[\frac{Im(\Delta Z^{T,N}(k)) - Im(\Delta Z^{E,N}(k))}{W_k} \right]^2 \right\} \quad (18)$$

Las funciones de peso W_k se tomaron como los estimadores de la incerteza estándar de las correspondientes mediciones $Im(\Delta Z^{E,N})$. Para el cálculo de los estimadores se siguió el procedimiento descrito en [19].

De los dos parámetros del material, en este caso, el que tiene más peso relativo en el ajuste por cuadrados mínimos no-lineal es la permeabilidad magnética [19], por lo tanto, este fue el parámetro que se ajustó, mientras que los datos de conductividad eléctrica fueron estimados teniendo en cuenta los valores presentados en [22]. En [22] se utilizó el método de Van der Pauw para el cálculo de la conductividad en muestras laminadas de aceros inoxidables austeníticos. En este trabajo, se utilizaron valores de conductividad para las muestras traccionadas entre 1.24 y 1.28 MS/m para el acero AISI 304L y entre 1.24 y 1.26 para el acero AcNb. Para el acero AISI 321 no se encontraron valores de conductividad medidos en [22]. Debido a esto, se llevó a cabo una estimación de la conductividad asociada a valores en % m/m de ferrita-delta similares entre las mediciones con el ferritoscopio en los aceros laminados en [22] y las efectuadas en el acero AISI 321 en este trabajo.

De esta manera, se obtuvieron las permeabilidades relativas efectivas, μ_r^* , a través del método inverso de CI. Estas permeabilidades se ven afectadas por el efecto de la variación de la permeabilidad con el estado de tensiones de la muestra [20] y por la dependencia con la frecuencia que tienen las aleaciones ferromagnéticas ante la interacción de un campo externo alterno [19]. En secciones posteriores, los efectos secundarios que producen las tensiones en las muestras ensayadas se toman en cuenta en los ensayos de RMB. Por otro lado, los datos experimentales fueron corregidos para restar los efectos no ideales de las resistencias y las capacidades intrínsecas de los cables y la bobina [19]; esta corrección de datos experimentales es la que permite obtener los valores de $\Delta Z^{E,N}$ que se deben ajustar con $\Delta Z^{T,N}$. Según la experiencia en [19], el valor promedio de la incerteza de las permeabilidades fue de alrededor del 2%. Por lo tanto, se consideró este valor como la incerteza presente en los cálculos de permeabilidades realizados en este trabajo.

Como se mencionó más arriba además de aplicar esta técnica para evaluar la concentración de MID; con los datos de permeabilidad magnética relativa de cada acero que se obtuvieron en esta tesis, se actualizó la curva de calibración entre la permeabilidad magnética y el contenido de martensita- α' , medido a través del ensayo de saturación magnética. La curva original fue presentada en [19] y se amplió en [22] con 27 puntos. En este trabajo, se agregaron 6 puntos más, correspondientes a las mediciones realizadas sobre los aceros AISI 304L y AcNb

traccionados. La fórmula utilizada para ajustar la curva de calibración es similar a la expresada en la Ec. (15) de la Sección 4.2.

4.5.3 Configuración experimental

Las mediciones de impedancia fueron realizadas mediante un analizador de impedancias Solartron SI 1260 perteneciente a la división IAMEND solo en las probetas traccionadas. Se utilizó una bobina cilíndrica con los siguientes parámetros nominales:

- $r_1 = (1.0 \pm 0.1)$ mm
- $r_2 = (2.95 \pm 0.06)$ mm
- $z_1 - z_2 = (2.5 \pm 0.1)$ mm
- $N = 387$

La configuración del ensayo fue la siguiente: se hicieron barridos logarítmicos en frecuencia entre 1 kHz y 1 MHz, tomando 20 puntos por década y midiendo la impedancia con un periodo de integración de 10 ciclos para cada frecuencia. Para obtener una buena estadística, cada barrido se repitió 10 veces. Se realizaron los barridos en aire y sobre cada muestra para poder minimizar χ^2 , Ec. (18). Las zonas de medición en cada probeta fueron las mismas que en el ensayo con el ferritoscopio, detalladas en las Figura 4.6 a 4.8 de la Sección 4.2.1. En la Figura 4.11 se muestra un ejemplo de una medición sobre el acero AISI 304L.

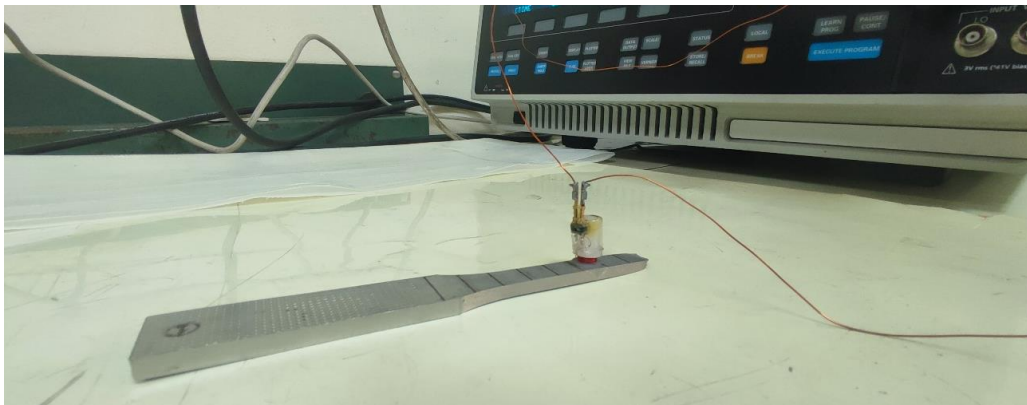


Figura 4.11. Medición de la impedancia en el acero AISI 304L.

4.6 Dilatometría

Las propiedades mecánicas de los aceros y su aplicación en la industria están directamente relacionadas con su microestructura. Por lo tanto, es de suma importancia estudiar todos los factores que pueden modificar esta estructura durante los tratamientos termomecánicos que se llevan a cabo en los diferentes procesos de fabricación.

La dilatometría es una de las técnicas más utilizadas para el estudio de las transformaciones de fase sólido-sólido en aceros. Permite realizar un seguimiento en tiempo real de los cambios dimensionales que ocurren en una muestra debido a la aplicación de un ciclo térmico; estos cambios son, a su vez, representativos de los cambios en el volumen específico del material ensayado. Junto con la calorimetría diferencial de barrido (DSC, por sus siglas en inglés) y el análisis microestructural cuantitativo, la dilatometría es una técnica muy utilizada para determinar las temperaturas de transformación de fase tanto en ciclos de calentamiento como en enfriamiento. La idea general de la dilatometría consiste en registrar la expansión o la contracción de una dimensión seleccionada de una muestra cuando se modifica su temperatura a lo largo de un ciclo térmico predeterminado.

En el caso de los aceros y otros metales que experimentan transformaciones alotrópicas, la dilatometría puede emplearse para examinar su comportamiento durante una transformación de fase; por ejemplo, el cambio de ferrita (BCC) a austenita (FCC), y viceversa, va acompañado de un cambio en el volumen específico. Un ejemplo de esto último se puede apreciar en la Figura 4.12, donde se muestra el cambio de longitud relativa ($\Delta L/L_0$) del acero AcNb cuando se lo calienta desde temperatura ambiente hasta 1200 °C a una velocidad de 0.4 °C/s. Este tipo de curvas, a menudo, son denominadas simplemente como “curvas dilatométricas”.

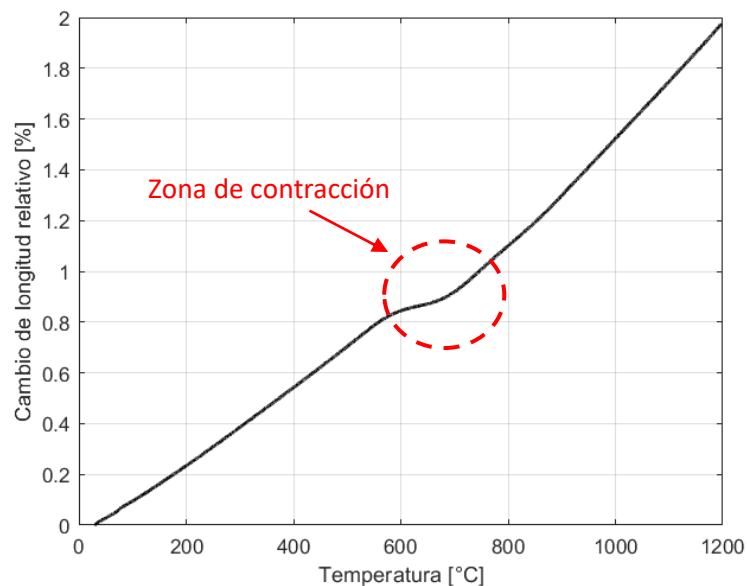


Figura 4.12. Cambio de longitud relativo del acero AcNb en función de la temperatura. La zona de contracción indicada en rojo está relacionada con un cambio de fase en el material.

4.6.1 Equipo y funcionamiento del dilatómetro

Para este trabajo se utilizó el dilatómetro DIL 805 de la empresa TA Instruments perteneciente a la División Transformaciones de Fase, Departamento Transformaciones y Propiedades, Gerencia Materiales, CAC, CNEA. En la Figura 4.13 se muestran los principales componentes del sistema.

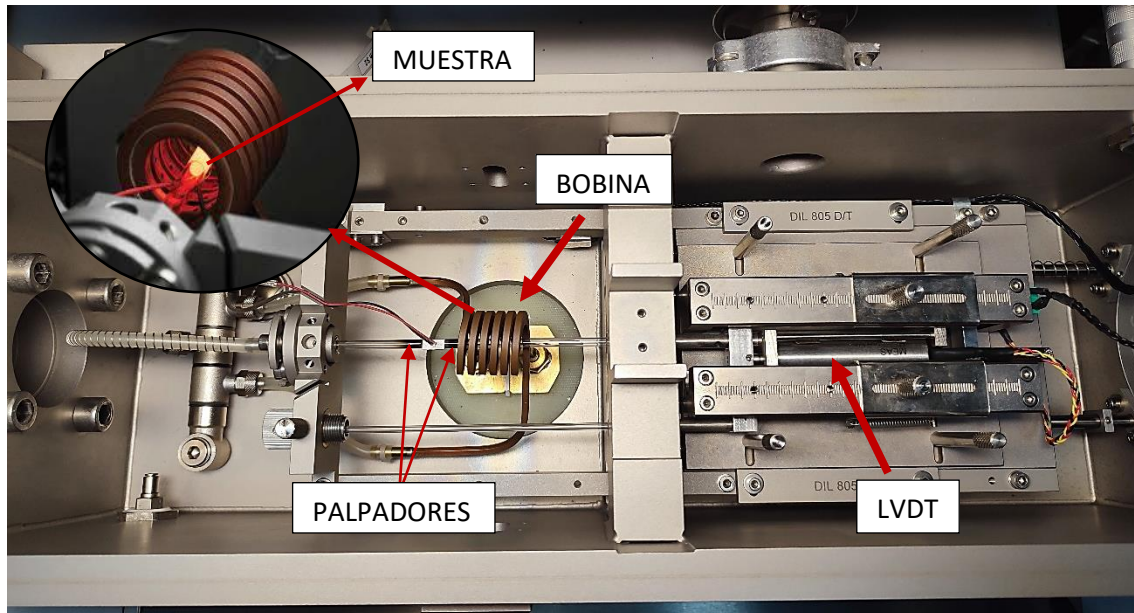


Figura 4.13. Componentes del dilatómetro DIL 805.

Su funcionamiento se basa en el calentamiento de la muestra mediante una bobina de inducción en vacío o en una atmósfera inerte para minimizar la oxidación y/o descarbonización de la probeta durante el calentamiento a altas temperaturas. Los palpadores, hechos de cuarzo o alúmina, se utilizan para transmitir los cambios de longitud de la muestra al sistema de medición; estos cambios son provocados tanto por la dilatación o contracción puramente térmicas del material ensayado como por las transformaciones de fase ocurridas al aumentar o disminuir la temperatura. Dos palpadores sostienen la muestra durante el ensayo; uno de ellos se desplaza solidariamente unido al núcleo de un LVDT (Linear Variable Differential Transformer) cuando la muestra cambia su longitud mientras que un tercer palpador actúa como referencia. El módulo LVDT se encarga de medir la dilatación de la probeta con gran precisión, transduciendo el desplazamiento del núcleo a una señal eléctrica directamente proporcional al mismo. Además, se suelda una termocupla a la superficie de la muestra con el doble propósito de controlar su temperatura durante el experimento y servir como referencia para el control del ciclo térmico del ciclo programado, mediante el uso de un sistema de regulación alimentado por un algoritmo PID.

4.6.2 Preparación de las muestras

En este trabajo se ensayaron por dilatometría las muestras laminadas de los aceros AISI 316L y AISI 347 y solo el acero AcNb de las muestras traccionadas, detalladas en las Secciones 3.1 y 3.2, respectivamente.

Las probetas comúnmente utilizadas en los ensayos de dilatometría poseen geometría cilíndrica [87], con diámetros que coinciden con los diámetros de los palpadores. Sin embargo, es posible utilizar geometrías no cilíndricas siempre y cuando se asegure un buen contacto con los palpadores y puedan ser correctamente posicionadas dentro de la bobina de calentamiento [88]. En este trabajo se utilizó una geometría prismática con base rectangular, ya que el espesor de las muestras resultó ser muy pequeño para obtener una geometría cilíndrica adecuada para el ensayo; para lograr esta geometría se debieron cortar las muestras a ensayar.

Con el objeto de evitar la introducción de un mayor grado de deformación en las muestras durante el proceso de corte, se utilizó la técnica de electroerosión por hilo con alambre de 0.2 mm. De esta manera, las muestras traccionadas fueron seccionadas en 18 partes y las muestras laminadas en 12 partes. En la Figura 4.14 se muestra la disposición de los cortes para ambos tipos de muestras. Las caras de las muestras cortadas, sobre las cuales se apoyaron los palpadores del equipo, fueron trabajadas mecánicamente para asegurar que estuvieran completamente paralelas. Esto se hizo con el fin de minimizar la torsión de la muestra durante el calentamiento y para obtener un correcto empalme entre la muestra y los palpadores del dilatómetro. Este tipo de geometría prismática ha sido utilizado en diversas investigaciones donde también se emplearon técnicas de dilatometría [89-92]. Las dimensiones de las muestras cortadas de los aceros laminados y traccionados se muestran en la Figura 4.15.



Figura 4.14. Cortes de las muestras laminadas y traccionada a ensayar.

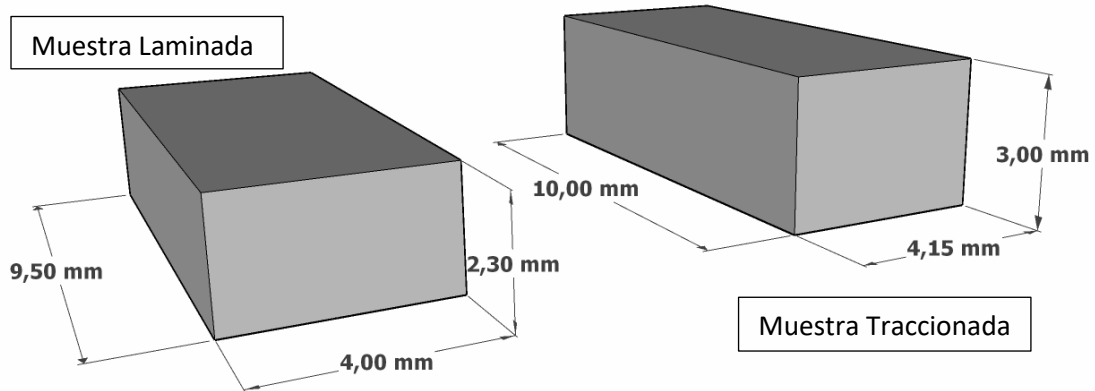


Figura 4.15. Dimensiones de las muestras ensayadas.

4.6.3 Configuración experimental

Las muestras laminadas de los aceros AISI 347 y AISI 316L fueron ensayadas a velocidades de calentamiento de 2, 10, 50 y 100 °C/s, mientras que la muestra traccionada del acero AcNb se ensayó a las velocidades de 0.2, 0.4, 2, 10, 50 y 100 °C/s. Las dos velocidades de calentamiento más bajas del acero traccionado (0.2 y 0.4°C/s) permitieron hacer una comparación con las muestras ensayadas mediante la técnica de DSC del acero laminado AISI 347 utilizada en [22]; las velocidades de calentamiento más altas empleadas en ese trabajo fueron de 20 y 40 °C/min. La elección de las velocidades de calentamiento restantes se debió principalmente a resultados obtenidos en trabajos anteriores [66] donde se muestra que a partir de una velocidad de calentamiento mayor a 10 °C/s, los mecanismos de reversión por corte y por difusión de la MID se separan. Se realizaron calentamientos continuos desde la temperatura ambiente hasta 1200 °C en todas las muestras utilizando las velocidades mencionadas anteriormente. La velocidad de muestreo fue 1000 muestras/segmento para cada velocidad de calentamiento. En la Figura 4.16 se observa la muestra colocada dentro del dilatómetro junto con la termocupla soldada en su superficie.

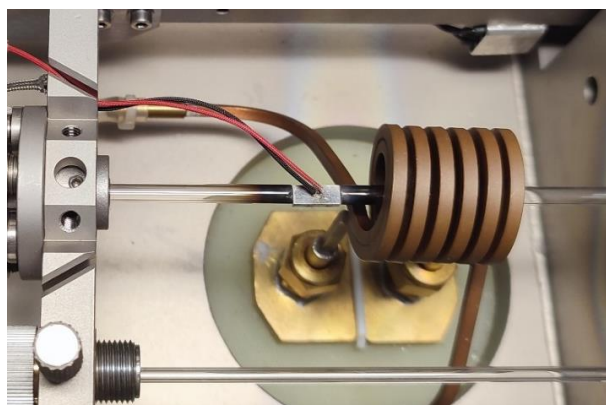


Figura 4.16. Muestra introducida en el dilatómetro.

En cada ensayo se registraron los siguientes tres parámetros: temperatura, tiempo y cambio de longitud. A partir de los datos registrados se pueden obtener el cambio de longitud relativo y la derivada del cambio de longitud respecto a la temperatura. El cambio de longitud mide la diferencia absoluta en la longitud de la muestra durante el ensayo. La misma se expresa como $L - L_0$, donde L es la longitud instantánea de la probeta y L_0 es la longitud inicial de la probeta a temperatura ambiente. El cambio de longitud relativo es una medida del cambio en la longitud de la muestra en relación con su longitud original y se encuentra expresado como $(L - L_0)/L_0$. La derivada del cambio de longitud se refiere a la tasa de variación del cambio de longitud de la muestra con respecto a la temperatura o al tiempo, y puede proporcionar información sobre cómo la tasa de dilatación o contracción del material cambia, por ejemplo, con la temperatura. En este último caso la misma se expresa como $d(\Delta L)/dT$. Después de alcanzar el valor de 1200 °C, las probetas se enfriaron hasta temperatura ambiente a una velocidad lenta.

Cabe destacar que, debido a que en este trabajo solo se estudiaron las transformaciones de reversión de la martensita inducida por deformación a austenita, la etapa de enfriamiento no se incluyó en los resultados de los ensayos.

4.6.4 Procesamiento de los datos

4.6.4.1 Filtrado de la señal

En la Figura 4.17 (a) se muestran los resultados del cambio de longitud en función de la temperatura y en la Figura 4.17 (b) su correspondiente derivada en función de la temperatura obtenida del software del equipo, para una muestra del acero AISI 347 calentada a 2 °C/s. En la Figura 4.17 (a) se observa una contracción a partir de los 600 °C y otra cerca de los 800 °C, como se muestra en rojo. Utilizando la derivada, en la Figura 4.17 (b), estas contracciones se traducen en valles (o picos, término utilizado en el resto de la tesis), los cuales abarcan intervalos de temperatura más fáciles de identificar que en la Figura 4.17 (a).

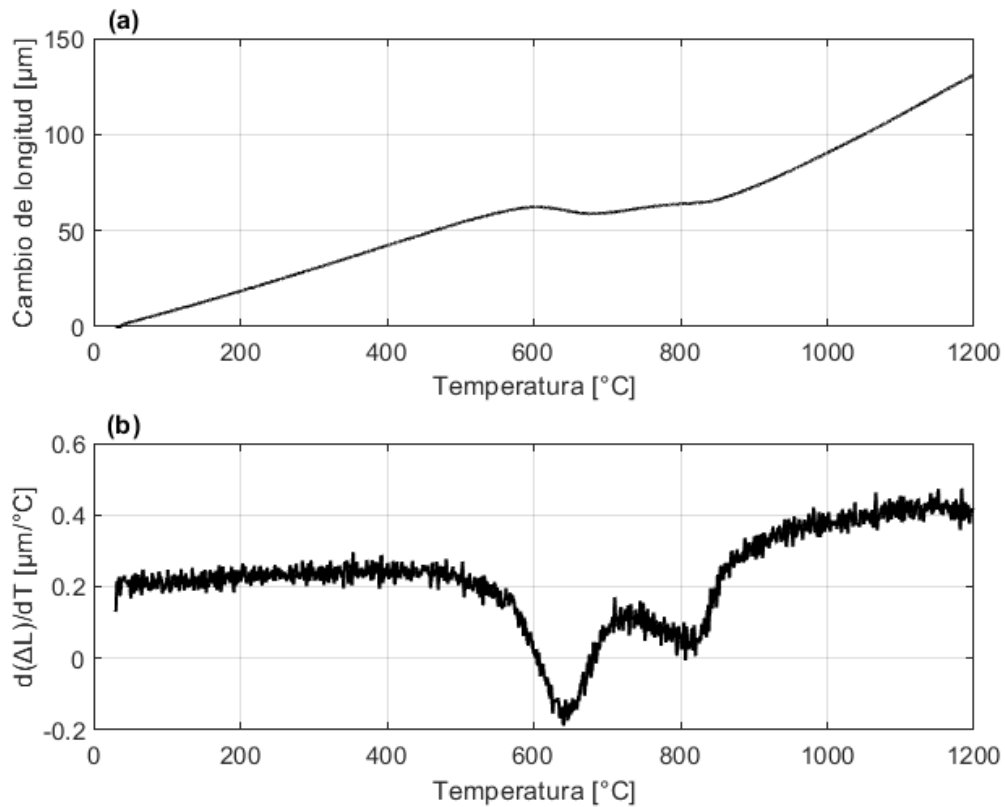


Figura 4.17. (a) Cambio de longitud vs temperatura y (b) derivada del cambio de longitud con respecto a la temperatura.

De la Figura 4.17 se puede observar que el cálculo de la derivada realizado por el software del dilatómetro presenta mucho ruido, lo que dificulta la tarea de localizar e identificar el inicio y el final de los intervalos de contracción del ensayo. Este problema se puede solucionar filtrando la señal correspondiente al cambio de longitud mediante un filtro LOESS (locally estimated scatterplot smoothing) y posteriormente calculando la derivada de la señal filtrada. El filtro LOESS tiene la ventaja de eliminar el ruido de la señal sin perder información sobre las transformaciones de fases. De este modo, los diferentes parámetros del filtro (tamaño de la ventana y factor de suavizado) se ajustaron para cada curva estudiada con el objetivo principal de reducir el ruido sin perder información sobre la forma de la curva. En la Figura 4.18 (a), se muestra un ejemplo de la misma muestra de la Figura 4.17 luego de aplicar el filtro LOESS, mientras que en la Figura 4.18 (b) se observa su derivada correspondiente.

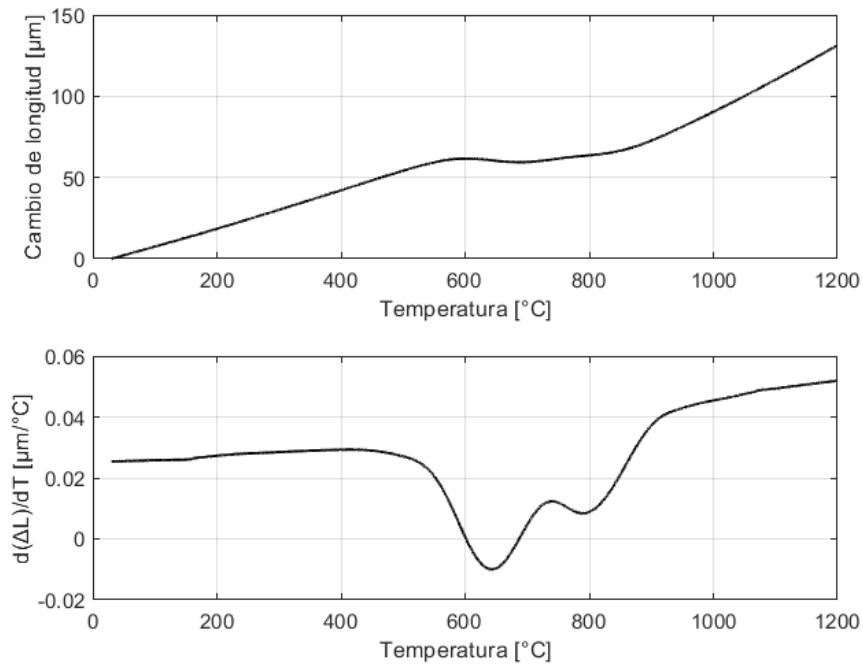


Figura 4.18. (a) Curva dilatométrica filtrada con el filtro LOESS, (b) derivada de la curva dilatométrica filtrada.

En las Figura 4.19 y 4.20 se muestran las comparaciones de la curva dilatométrica y su derivada antes y después de utilizar el filtro LOESS, respectivamente. Como se puede observar, este método permite visualizar de mejor manera los intervalos de temperatura en los que ocurren los cambios de longitud correspondientes a las distintas transformaciones de fase del acero. Este filtro fue aplicado a cada curva de cambio de longitud de los aceros laminados y traccionados ensayados con el dilatómetro.

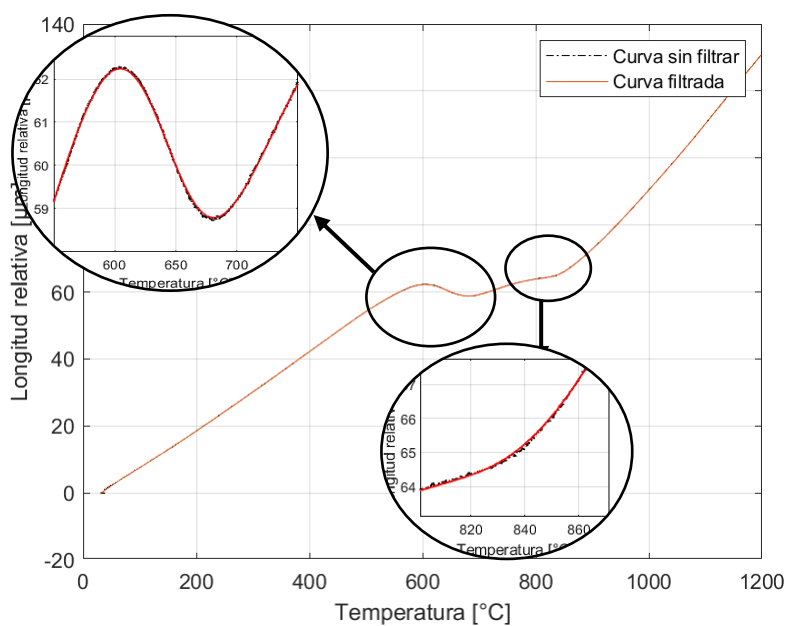


Figura 4.19. Comparación entre la curva filtrada (en rojo) y sin filtrar (en negro).

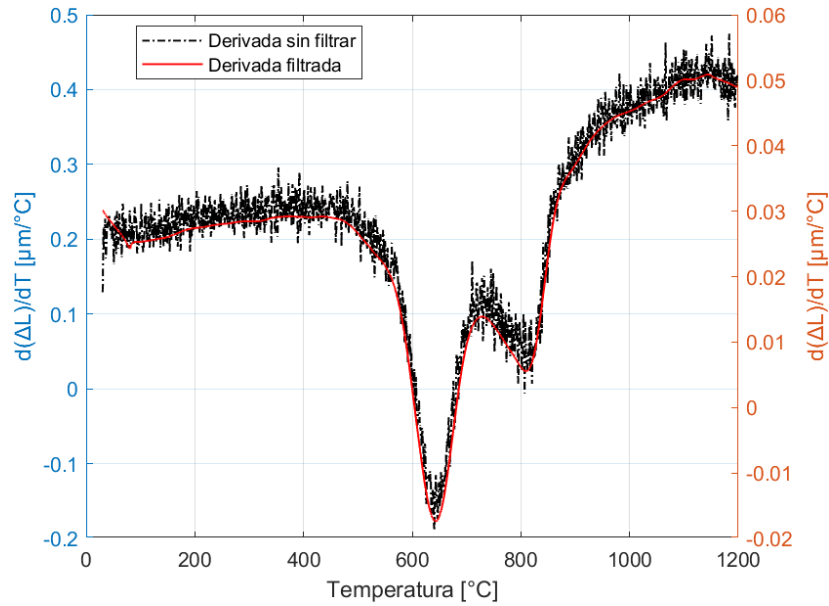


Figura 4.20. Comparación entre la derivada de la curva sin filtrar y filtrada.

4.6.4.2 Determinación de la línea de base

Una vez realizado el procedimiento descrito en la subsección anterior para cada curva dilatométrica, se estableció una línea de base para poder ajustar y deconvolucionar (en el caso de picos superpuestos) los picos asociados a cada transformación e identificar las temperaturas de inicio y finalización de cada una de ellas. La sustracción de una línea de base apropiada es uno de los procedimientos más importantes para el análisis térmico de la señal. Muchos trabajos e investigaciones relacionados con la identificación de temperaturas de transformación en ensayos de dilatometría, carecen de una explicación clara sobre cómo se determina la línea de base, o bien no utilizan ninguna para analizar las derivadas de las curvas dilatométricas (como se verá más adelante en esta tesis, resultan importantes en la detección de las temperaturas de transformación) [66, 93-95]. En este trabajo se elaboró una línea de base utilizando el método TAP (Tangential Area-Proportional) propuesto en [96]. Este método consiste en un proceso iterativo para encontrar una línea de base que permita una mejor representación de los cambios en la derivada de la curva dilatométrica asociados a las diferentes transformaciones de fase que experimenta el material. El procedimiento de cálculo del método es el siguiente: (i) en primer lugar se selecciona una primera aproximación de la ecuación de la línea de base como la recta entre las tangentes del punto inicial y el final de la derivada de la curva dilatométrica. (ii) sobre la base de la primera aproximación, se calcula el parámetro de progreso del cambio de fase (α). (iii) Se calcula una ecuación actualizada de la línea de base. (iv) La ecuación de la línea de base de la etapa (iii) se compara (punto por punto) con la de la iteración anterior. Si se cumple el

criterio de convergencia, el cual consiste en que la diferencia entre cada valor de línea de base correspondiente a dos iteraciones sucesivas sea menor al 0.1%, se detiene el procedimiento y se selecciona la ecuación final de la línea de base. Si el criterio de convergencia no se cumple, se realiza una nueva iteración desde la etapa (ii) hasta alcanzar la convergencia. El método TAP está basado en la siguiente ecuación:

$$B(T) = (1 - \alpha(T)) \times (Z_{0,r} + Z_{1,r} \times T) + \alpha(T) \times (Z_{0,p} + Z_{1,p} \times (T_f - T)) \quad (19)$$

Donde B(T) es la curva que representa la línea de base en función de la temperatura, α es un parámetro que representa el progreso del cambio de fase, $Z_{0,r}$ y $Z_{1,r}$ son los coeficientes que caracterizan la recta tangente que pasa por el punto inicial, $Z_{0,p}$ y $Z_{1,p}$ son los coeficientes que caracterizan la tangente que pasan por el punto final y T_f es la temperatura del punto final. Este tipo de línea de base no suele estar incluida en los paquetes de software estándar de análisis térmico. Por lo tanto, frecuentemente, se utilizan distintas aproximaciones que se basan en algoritmos de interpolación que emplean solo los datos anteriores y posteriores a los picos o valles correspondiente a la transformación. Obviamente, el uso de estas aproximaciones conduce a una cierta distorsión de los datos y a la correspondiente introducción de errores sistemáticos en los resultados, como expuso Svoboda en una serie de investigaciones sobre este tópico [97-99]. Estos errores están relacionados con la identificación de las temperaturas iniciales y finales de las transformaciones experimentadas por un material, que dependen de cómo se construye la línea de base.

El método TAP fue aplicado para cada muestra estudiada por dilatometría en este trabajo. En la Figura 4.21 (a) se muestra la línea de base calculada para el acero AISI 347 calentado a una velocidad de 2 °C/s y en (b) se muestra la derivada de la curva dilatométrica una vez sustraída dicha línea de base.

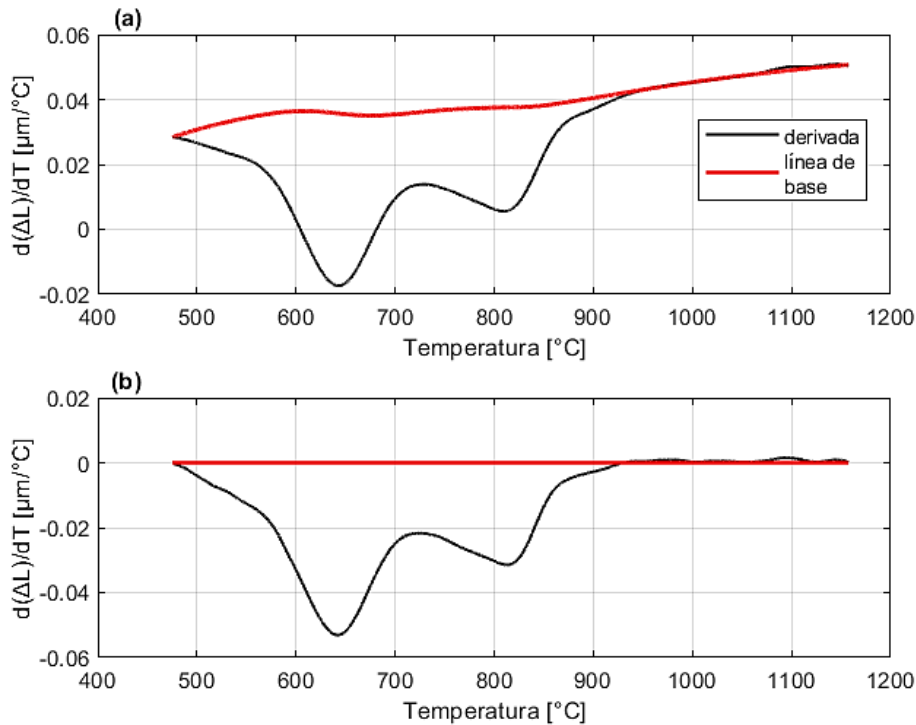


Figura 4.21. (a): Línea de base propuesta según el método TAP aplicada a la derivada de la curva dilatométrica. (b): Sustracción de la línea de base.

4.6.5 Temperaturas de transformación

Como se mencionó anteriormente, las transformaciones de fase (por ejemplo, de ferrita a austenita, o viceversa) suelen generar desviaciones en las curvas dilatométricas tal como se mostró en la Figura 4.12 para el acero AISI 347. En la literatura existen diversos métodos para determinar las temperaturas de transformación. En este trabajo, se utilizaron el método del offset, el método de la segunda derivada y el método del ajuste de picos. A continuación, se explicará brevemente en qué consiste cada uno de ellos.

4.6.5.1 Método del offset

Este método es el recomendado para las transformaciones que van precedidas de periodos sin transformación (es decir, regiones de dilatación o contracción lineal), y fue propuesto en [100]. Básicamente, se toma una recta de aproximación al gradiente de la curva antes y después de la transformación y se la desplaza una cantidad determinada. La recta desplazada es la que se conoce como línea de offset, como se muestra en rojo en la Figura 4.22. En este ejemplo tomado de [100], los autores calculan la temperatura inicial de la transformación martensítica de un determinado acero aplicando un desplazamiento de la línea de offset correspondiente a la deformación esperada para un 1 % de transformación. En otras palabras, se trata de calcular la deformación que se esperaría si se formara un 1 % de martensita

en 100 % de austenita a temperatura ambiente. La deformación correspondiente al 1 % de martensita se puede calcular utilizando los parámetros de red de la austenita y la martensita, los cuales a su vez dependen de la composición química de la aleación.

Una de las dificultades de este método radica en que no existe una región determinada para evaluar la recta de aproximación en las curvas dilatométricas, es decir, un intervalo de temperatura claramente definido. En [88] se sugiere que el gradiente se determine en un intervalo de al menos 50°C y lo más cercano posible a la temperatura aproximada de inicio de la transformación

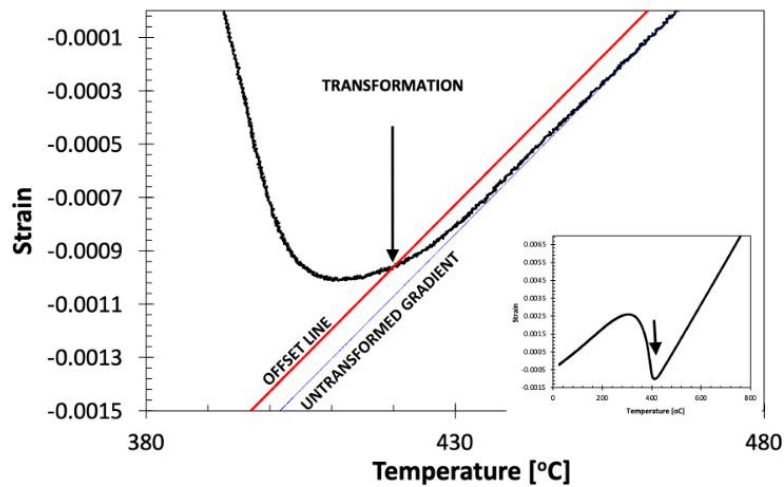


Figura 4.22. Ejemplo del uso del método del offset utilizado en [100].

El método del offset fue utilizado en numerosas investigaciones [101-106]. En la mayoría de ellas, se lleva a cabo una extrapolación lineal antes y después de la transformación (donde se observa una dilatación o contracción lineal), y se calcula la temperatura de transformación en el punto donde la curva dilatométrica se desvía de la linealidad. Sin embargo, ninguna de ellas especifica claramente el momento en el que esto sucede.

Por este motivo, en la Figura 4.23 se esquematiza el criterio propuesto en este trabajo ejemplificado para el caso del AISI 347 calentado a 2 °C/s: en primer lugar, se ajusta una recta en un segmento antes y después de la transformación (línea punteada de color rojo de la Figura 4.23). Luego, se calcula la desviación estándar (σ) de la regresión lineal como la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de los residuos dividido por la cantidad de puntos de datos. Finalmente, se toma la línea de offset (línea punteada de color azul de la Figura 4.23) como una recta paralela a la recta de aproximación y con una desviación de 2σ con respecto a esta última. De esta manera, el criterio empleado consiste en tomar como temperatura característica de transformación (circulo negro de la Figura 4.23) a aquella que reside en la intersección entre la

curva dilatométrica y la línea de offset propuesta. La ventaja de este criterio radica en que, aunque puede producir sobreestimaciones o subestimaciones de las temperaturas de transformación, reduce el error humano durante las mediciones y proporciona, por lo tanto, una base sobre la cual realizar comparaciones entre diferentes ensayos.

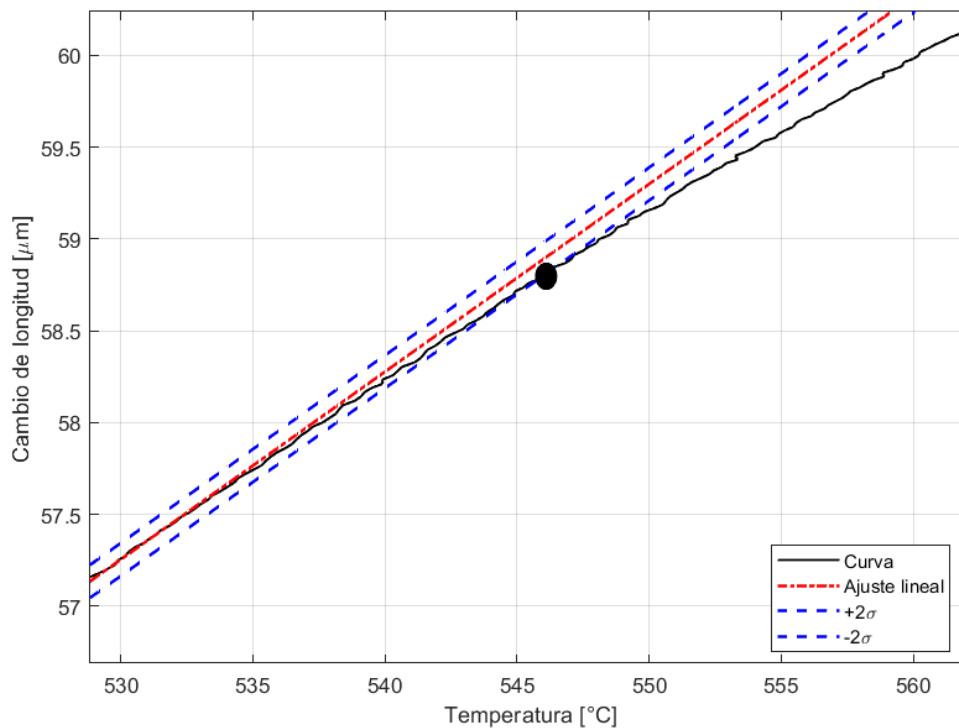


Figura 4.23. Criterio para la determinación de temperaturas de transformación según el método del offset para el caso de un acero AISI 347 calentado a 2°C/s.

4.6.5.2 Método de la segunda derivada

Como se mencionó anteriormente, el método del offset es el más común para identificar las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones cuando la curva dilatométrica es precedida por un periodo sin transformación. Sin embargo, pueden presentarse situaciones en las que no exista una región lineal de dilatación antes y/o después de la transformación. En estos casos, una transformación puede suceder inmediatamente después de otra, tal como se ilustra en la Figura 4.24 para el acero AISI 347 calentado a una velocidad de 100 °C/s.

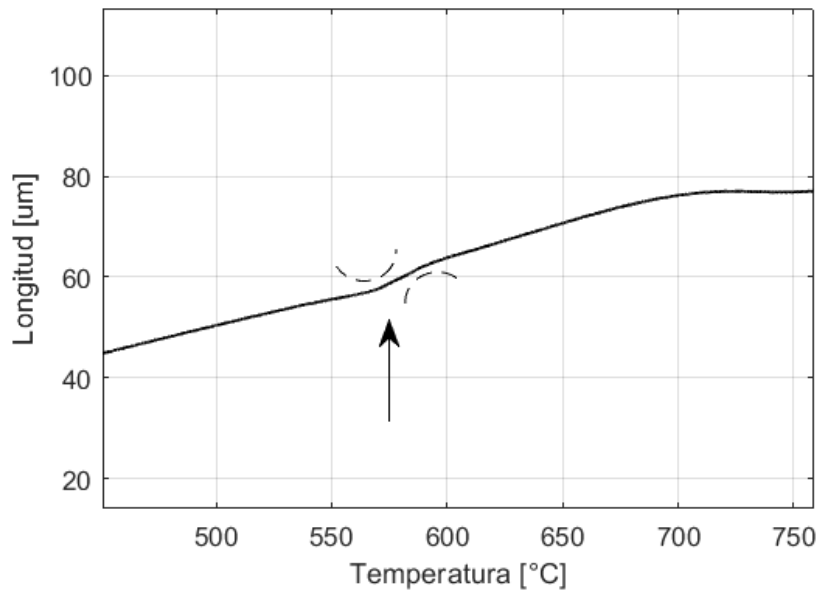


Figura 4.24. Ejemplo de una transformación seguida por otra.

En este caso, el único indicativo que sugiere la ocurrencia de una transformación es el cambio en la curvatura de la curva dilatométrica. Este cambio puede evaluarse utilizando la segunda derivada de la curva, la cual cambia de signo al cambiar la curvatura. Finalmente, las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones se identifican como aquellas en las que la segunda derivada sea igual a cero. Es importante tener en cuenta el intervalo de temperatura sobre el cual se calcula dicha derivada al utilizar este método. Si el intervalo es demasiado corto, la derivada puede presentar mucho ruido en los datos de la curva. Si el intervalo es demasiado largo, los cambios en la curvatura pueden quedar muy suavizados, lo que puede provocar sobreestimaciones en el valor de las temperaturas [88]. En este trabajo se utilizaron cuatro intervalos de temperatura diferentes alrededor de las distintas transformaciones con el objetivo de obtener una buena estadística. Estos intervalos fueron de 5, 10, 15 y 20°C alrededor de la región asociada al cambio de fase identificada en la curva dilatométrica.

4.6.5.3 Método del ajuste de picos

En ocasiones, tanto la curva dilatométrica como su derivada pueden presentar una superposición de picos asociada con las transformaciones de fases que experimenta el material durante su calentamiento o enfriamiento, situación que se observa comúnmente en los tipos de aceros inoxidables austeníticos similares al estudiado en esta Tesis [107]. Un ejemplo de esto se muestra en la Figura 4.25 para el acero AISI 347 calentado a una velocidad de 2 °C/s.

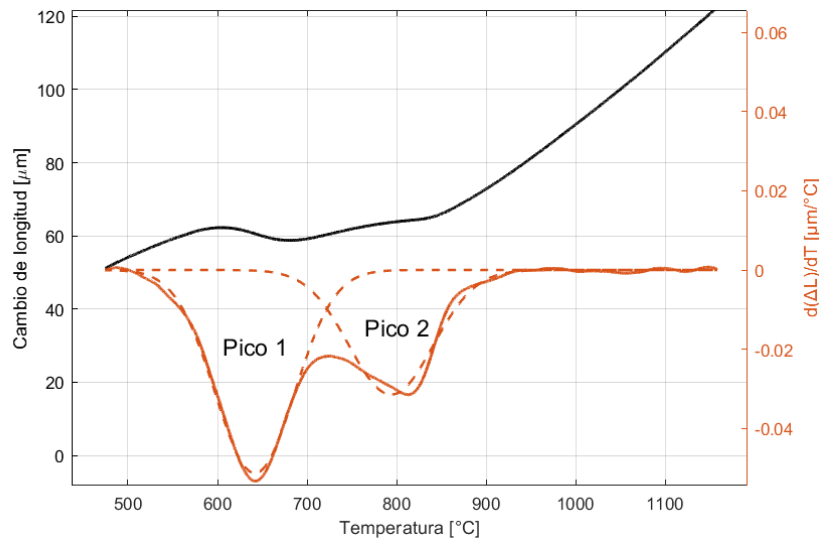


Figura 4.25. Ajuste de picos de la derivada de la curva dilatométrica del acero AISI 347 en líneas punteadas.

La determinación de las temperaturas de transformación mediante los métodos convencionales mencionados anteriormente resulta complicada en estos casos debido a la dificultad de discriminar los instantes en los cuales comienza una transformación y termina la precedente, sean estos coincidentes o no. Por lo tanto, es necesario emplear un enfoque diferente. En este sentido, el ajuste de picos de la derivada de la curva dilatométrica resulta en un método adecuado para analizar dichos casos. Esta metodología permite deconvolucionar los picos y estudiarlos de manera individual, facilitando la identificación de las temperaturas de inicio y finalización de cada proceso. Esta técnica ha sido estudiada y utilizada en investigaciones relacionadas con la detección de temperaturas de transformación [66, 94, 108, 109]. Según dichos estudios, este método proporciona mayor precisión que los convencionales, explicados anteriormente, para determinar las temperaturas de transformación en condiciones de superposición. En [66], los autores utilizan este método para determinar las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones presentes en un acero inoxidable austenítico AISI 321 ($18.75Cr-9.20Ni-1.12Mn$) en ensayos de dilatometría bajo diferentes velocidades de calentamiento. En [108], se destaca el método de ajuste de picos como una herramienta eficaz para obtener la temperatura de inicio de la transformación de perlita a austenita (A_{c1}) y la temperatura final de formación de austenita (A_{c3}) de un acero hipoeutectoide. Estos trabajos sugieren que las temperaturas de transformación se pueden determinar asociándolas al momento en que las curvas ajustadas se desvían de la línea de base. Sin embargo, ninguno de estos estudios especifica cuánto debe ser esta desviación.

Por este motivo, en este trabajo se estableció el siguiente criterio de aplicación del método del ajuste de picos: en primer lugar, se obtuvieron las derivadas de las curvas dilatométricas filtradas, tal como se mencionó en la sección 4.6.4.1 y se les sustrajo una línea de base determinada a través del método TAP. Posteriormente, se ajustó una curva gaussiana asimétrica, de la forma dada por la Ec. (20), para cada pico de transformación presente en las derivadas de las curvas utilizando el software de código abierto Fityk [110].

$$y = \sqrt{\frac{\ln(2)}{\pi} \frac{a_0}{a_2}} \exp \left[-\ln 2 \left(\frac{x - a_1}{a_2} \right)^2 \right] \quad (20)$$

Para determinar las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones, se tomaron diferentes porcentajes del valor máximo del pico correspondiente a una transformación. Estos porcentajes corresponden al 0.5, 1, 1.5 y 2 % de dicho máximo. De esta manera, se obtuvieron valores correspondientes de la derivada del cambio de longitud para los porcentajes mencionados. En la Figura 4.26 se muestra la curva ajustada de la transformación de martensita- α' a austenita- γ para un acero AISI 347 calentado a una velocidad de 2°C/s. En ella se encuentra las diferentes temperaturas de A_S y A_F asociadas a los porcentajes mencionados.

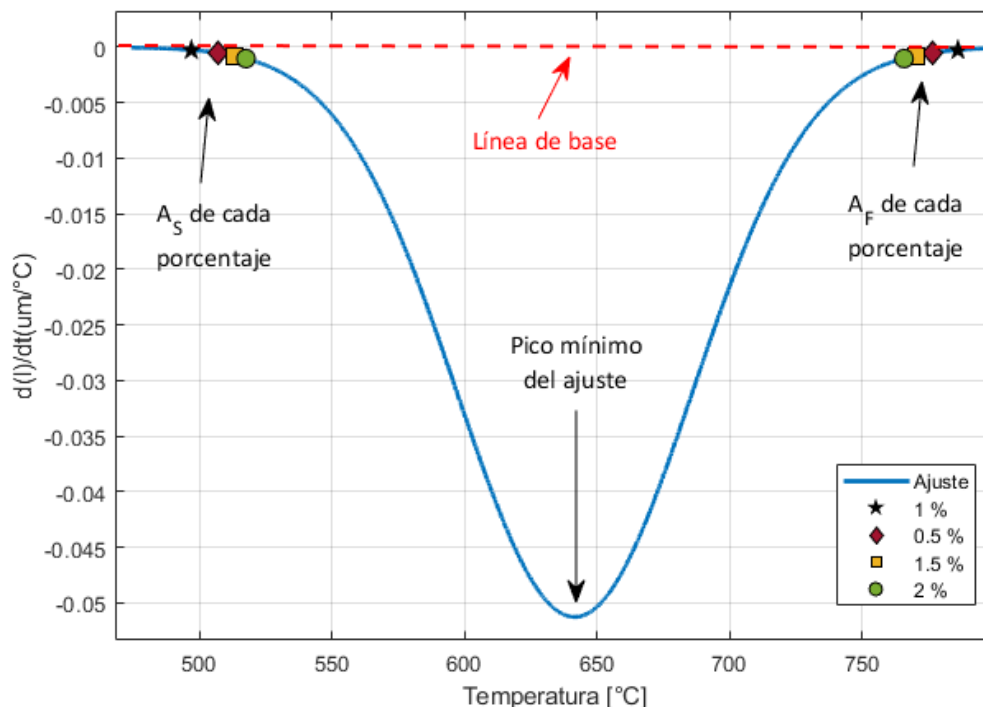


Figura. 4.26. Método de ajuste de pico para identificar las temperaturas de transformación.

Una vez obtenidos estos valores, se promediaron las temperaturas asociadas a los porcentajes y se calculó su desvío estándar. Este criterio permitió establecer una base de

comparación para las temperaturas calculadas de todos los ensayos de los aceros estudiados, proporcionando fundamentos para determinar el punto en que la curva ajustada se separa de la línea de base, un aspecto que no se explicaba en las investigaciones anteriores. Aun así, es necesario complementar este método con técnicas de caracterización que ayuden a determinar con precisión el punto de separación entre la curva ajustada y la línea de base. Por ejemplo, se podría realizar un enfriamiento rápido del acero a varias temperaturas, incluyendo aquellas por encima de la temperatura de interés, para determinar, mediante técnicas de metalografía, el inicio y el final de las transformaciones. Esta información podría utilizarse para calibrar los ajustes de los picos y la rutina de cálculo de las temperaturas de transformación; estas técnicas complementarias no han sido realizadas en esta tesis.

4.7 Ruido magnético Barkhausen

Como se dijo anteriormente, los materiales estudiados en esta tesis son aceros en los que la MID es el único constituyente ferromagnético, por lo que el Ruido Magnético Barkhausen (RMB) permite dar cuenta de la existencia de esta fase en una matriz paramagnética como es la austenita.

4.7.1 Conceptos básicos

4.7.1.2 Teoría sobre los dominios magnéticos

En los materiales ferromagnéticos, los momentos magnéticos se alinean espontáneamente en grupos denominados dominios. Cada dominio tiene una magnetización de saturación, M_s' , que es función de la temperatura. La temperatura de Curie (TC) es aquella por encima de la cual las excitaciones térmicas son suficientes como para eliminar la alineación espontánea de los dominios y transformar el material ferromagnético en paramagnético. Además, si no se aplica un campo auxiliar ni hay una magnetización residual, los dominios se orientan de tal manera que la suma de todos los momentos magnéticos se anula. Esto puede observarse en la Figura 4.27, en donde los dominios magnéticos indicados con una flecha azul, se orientan, en este caso, en ciertas direcciones cristalográficas de modo tal que la suma de todos ellos es nula.

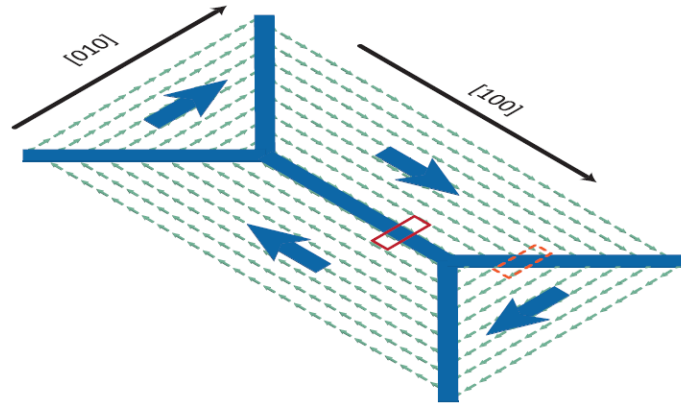


Figura 4.27. Dominios magnéticos (azul) compuestos por momentos magnéticos (verde). En rojo se encuentran marcadas las paredes de dominio magnético [111].

Por otro lado, entre dominios opuestos existen regiones de transición denominadas paredes de dominio (PDs) marcadas con rectángulos rojos en la Figura 4.27. Estas regiones se muestran detalladamente en la Figura 4.28, en donde se observa como los momentos magnéticos giran entre las orientaciones de los dominios circundantes. Las paredes de los dominios se clasifican según la orientación relativa de los dominios vecinos, estas se denominan paredes de 180° y paredes de 90° .

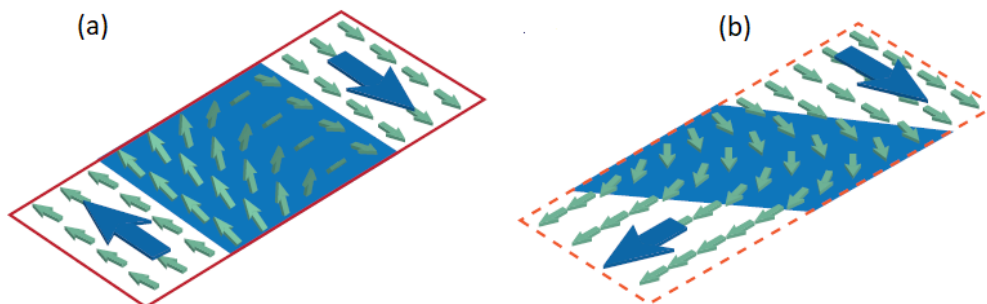


Figura 4.28. (a) pared de dominio de 180° , (b) pared de dominio de 90° [111].

En los materiales ferromagnéticos cristalinos, los dominios magnéticos no están orientados al azar, sino que tienen una alineación preferente a lo largo de determinados ejes cristalográficos. En el caso del *Fe* cubico centrado en el cuerpo (BCC), los dominios se orientan principalmente a lo largo de la familia de direcciones $\langle 100 \rangle$, como se observó en la Figura 4.27, por lo que las PDs suelen ser de 90° o 180° . Como se sabe, este tipo de estructura cristalina es la correspondiente a la ferrita- α , ferrita- δ y martensita- α' , aunque esta última también puede tener una estructura BCT. Sin embargo, en los límites con materiales no ferromagnéticos, como superficies e inclusiones, pueden formarse paredes de dominio más complejas que no suelen ser aquellas de 90 o 180° [111].

4.7.1.3 Energías magnéticas

Las estructuras de los dominios magnéticos surgen de la competencia entre la energía de intercambio (E_{EX}), la energía de anisotropía magnetocristalina (E_{MCA}), la energía magnetostática, la energía magnetoelástica y la energía de las paredes de dominio magnético. A continuación, se explicarán brevemente cada una de ellas.

4.7.1.3.1 Energía de intercambio (E_{EX})

La alineación de momentos atómicos adyacentes en un material ferromagnético se debe a la interacción cuántica de intercambio descrita por Heisenberg [112] y Dirac [113]. Existe una probabilidad finita de que un par de momentos atómicos con espines diferentes intercambien momentos angulares, como se ilustra en la Figura 4.29 (a). Para un grupo de átomos, la energía total de intercambio se la expresa como:

$$E_{EX} = \sum_{jk} J(\vec{r}_j - \vec{r}_k) S_j S_k \cos \alpha \quad (21)$$

Donde la suma es sobre todos los pares de átomos (jk). $\vec{r}_j - \vec{r}_k$ expresa la distancia entre los momentos del par de átomos, mientras que $J(\vec{r}_j - \vec{r}_k)$ es la integral de intercambio y α es el ángulo formado entre los espines.

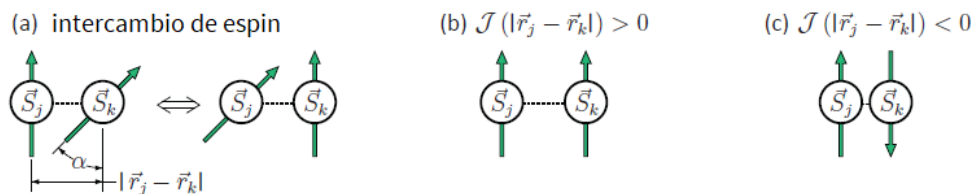


Figura 4.29. Descripción del intercambio de momento angular [111].

El factor $\cos \alpha$ de la Ec. (21) es máximo cuando $\alpha = 0^\circ$ y mínimo cuando $\alpha = 180^\circ$, y los espines estarán alineados o anti-alineados dependiendo del signo de la integral, como se muestra en las Figuras 4.29 (b) y 4.29 (c), respectivamente. La magnitud de la integral decae rápidamente con el incremento en la distancia de los átomos, por eso solo los espines vecinos contribuyen significativamente a la orientación de un determinado espín. En el *Fe* BCC, la integral de intercambio tiene un valor positivo a lo largo de la dirección cristalográfica $\langle 100 \rangle$, y E_{EX} resulta mínima cuando $\alpha = 0^\circ$ entre todos los momentos del cristal. Entonces, la minimización de E_{EX} requiere el alineamiento de los momentos magnéticos en el material, sin embargo, E_{EX} no especifica que lo hagan en una determinada orientación.

4.7.1.3.2 Energía de anisotropía magnetocrystalina (E_{MCA})

Este tipo de energía se debe al acoplamiento espín-orbita entre átomos adyacentes y hace que los espines se alineen a lo largo de los ejes cristalográficos definidos. En el *Fe*, la E_{MCA} se minimiza cuando las orientaciones de los dominios son paralelas a los ejes $\langle 100 \rangle$ [114]. Estas son las llamadas direcciones “fáciles” de magnetización. En una dirección “difícil” se necesita mayor energía para magnetizar un cristal hasta la saturación. La Figura 4.30 muestra un cristal cubico de *Fe* con las direcciones de magnetización “fácil”, “media” y “difícil”. Se observa que la diagonal del cubo es el eje de más difícil magnetización, mientras que otras direcciones, tales como la diagonal de la cara, son eje de magnetización intermedia [114].

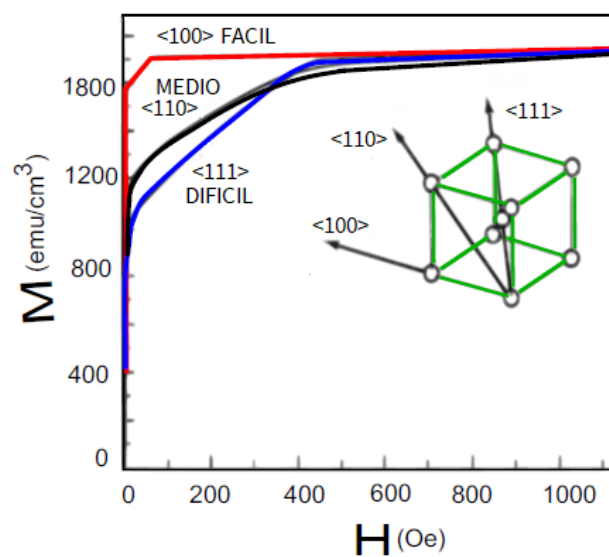


Figura 4.30. Direcciones de magnetización de un cristal de *Fe* BCC [114].

4.7.1.3.3 Energía magnetostática (E_{MS})

Considerando solo las contribuciones energéticas de E_{EX} y E_{MCA} , todos los momentos en un cristal de *Fe* estarían alineados dentro de un único dominio orientado a lo largo de una de las direcciones $\langle 100 \rangle$. Weiss considera que el estado de máxima magnetización (magnetización de saturación M_S') es un estado altamente energético debido a que existe una alta densidad de flujo magnético fuera del material. En otras palabras, tal estructura de dominio debe producir un determinado campo desmagnetizante (\vec{H}_d). Por lo tanto, la energía magnetostática es la energía almacenada en \vec{H}_d . En la Figura 4.31 (a) se observa la existencia de un único dominio, dando lugar a un valor elevado de \vec{H}_d . En 4.31 (b) la energía de intercambio aumenta ligeramente al aparecer dos dominios con los espines antiparalelos, pero la energía magnetostática disminuye al reducirse el número de líneas de campo en el exterior, es decir,

\vec{H}_d . Por último, en 4.31 (c), la energía magnetostática es igual a 0, debido a la aparición de los dominios de cierre con paredes de ángulos a 45°.

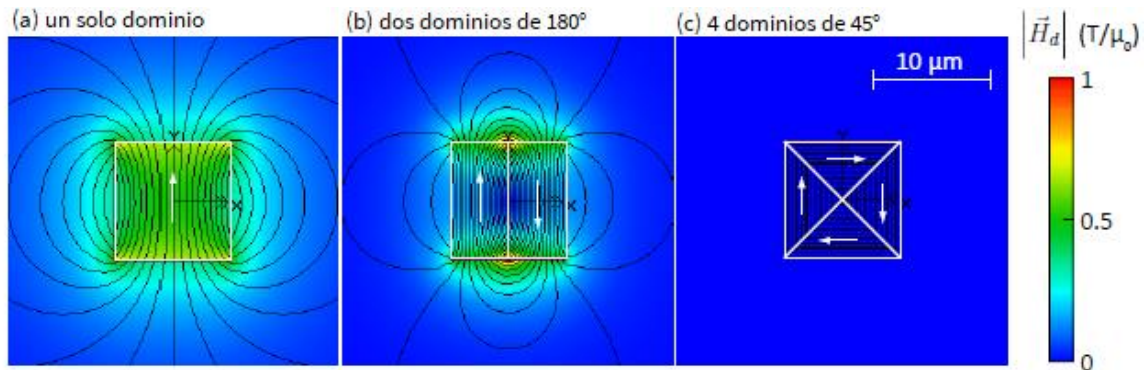


Figura 4.31. Configuración de los dominios magnéticos [111].

4.7.1.3.4 Energía de las paredes de dominio (E_{PD})

La energía de las PDs está asociada a dos fuentes que compiten entre sí. Una es la energía de intercambio, debida a la interacción entre los momentos magnéticos que tiende a hacer más anchas a las paredes, Figura 4.32 (A), debido a que esta energía es menor en materiales con momentos alineados entre sí. La segunda, es la energía de anisotropía que tiende a hacer a las PDs lo más delgadas posible, Figura 4.32 (B), ya que este tipo de energía se minimiza cuando los momentos están alineados solo sobre determinadas direcciones cristalográficas de fácil magnetización [115].

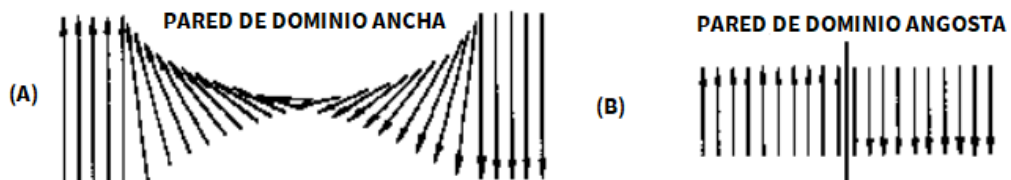


Figura 4.32. Representación del ancho de las PDs.

4.7.1.3.5 Energía magnetoelástica

La aplicación de una tensión provoca la reorientación de los momentos magnéticos atómicos de la red. Esta reorientación tiene lugar debido a que la deformación mecánica que se establece en la red mueve los momentos magnéticos lejos del eje fácil de la red. La energía magnética que se asocia a estas tensiones se llama energía magnetoelástica. La tensión tiene efectos similares tanto en la energía magnetoelástica como en la anisotropía magnetocristalina donde existe la creación de ejes fáciles de magnetización [115].

4.7.1.4 Influencia de un campo magnético aplicado y producción del RMB

Un campo magnético aplicado modifica la configuración de las PDs y sus energías asociadas. En el caso más general, el campo externo no será totalmente paralelo a la dirección de magnetización del dominio, lo que genera un aumento en la energía magnetostática. En consecuencia, los dominios que están más alineados con la dirección del campo aplicado tienden a aumentar de tamaño a expensas de los dominios con una orientación menos favorable.

En la Figura 4.33 se representan los mecanismos de magnetización a lo largo del ciclo de histéresis, que consta de tres regiones: (a) desplazamiento reversible de la pared del dominio, (b) desplazamiento irreversible de la pared del dominio y (c) rotación del dominio. El proceso de magnetización se esquematiza de la siguiente manera, considerando la aplicación del campo \vec{H} externo en la dirección mostrada en la Figura 4.33: partiendo del estado desmagnetizado, en la parte más baja del ciclo de histéresis (a), los dominios más favorablemente orientados aumentan de volumen a través del movimiento reversible de las PDs. El movimiento de las PDs en la región (a) es reversible ya que en esta región solo se mueven aquellas PDs que no están ancladas. Los puntos de anclaje corresponden a inhomogeneidades microestructurales del material tales como: borde de grano, dislocaciones, inclusiones, segundas fases, etc. Algunos dominios quedan anclados en estos puntos y por lo tanto no pueden crecer. En la región (b), el campo \vec{H} externo es lo suficientemente grande como para superar el anclaje de las PDs y se desplazan de manera irreversible ocasionando saltos discretos en la curva de magnetización, generando el RMB. La sumatoria de todos los saltos, que ocurren durante la magnetización del material, da origen al efecto Barkhausen, cuyos cambios en el campo magnético son detectados por una bobina censorsa colocada en la superficie del material y que luego convierte estas variaciones en pulsos de tensión que son amplificados, procesados y filtrados para la evaluación de las muestras [115]. A mayores niveles de \vec{H} , los dominios orientados de manera desfavorable desaparecen, dejando idealmente un único dominio. Un nuevo aumento de la amplitud del campo \vec{H} provoca la rotación del vector del dominio para alinearse con el \vec{H} en la región (c). En (a) y (b), las paredes de 180° tienen la contribución principal en el proceso de magnetización, mientras que las paredes de 90° , con menor energía, tienden a moverse solo en niveles de campo más altos [116].

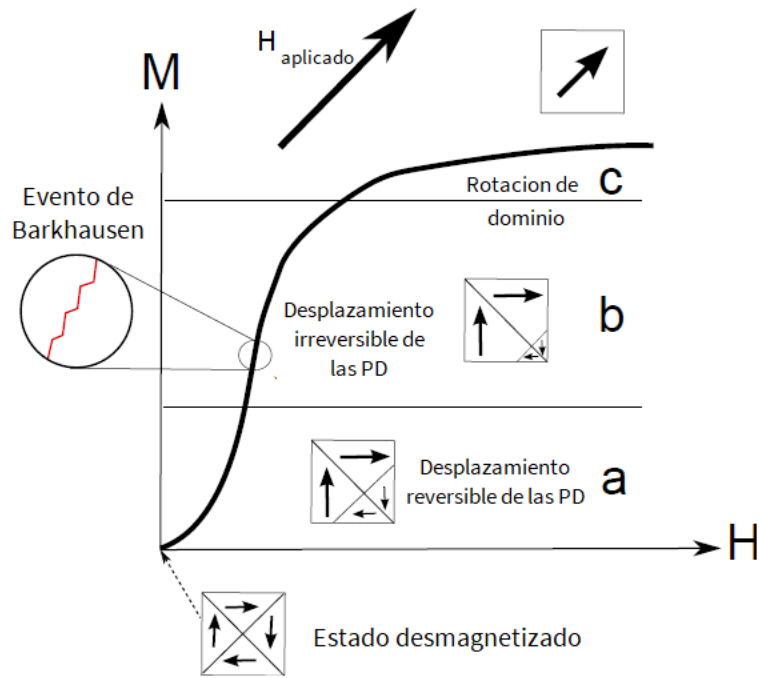


Figura 4.33. Influencia del campo magnético aplicado (\vec{H}) en la configuración de las PD.
Modificado de [116].

En resumen, el RMB es el resultado del movimiento de las PDs magnéticas en un material ferromagnético como consecuencia de la aplicación de un campo magnético variable. La mecánica de cómo estas paredes se forman y se acomodan, se basa en el hecho de que todas tienden a su estado de mínima energía. Por lo tanto, un campo magnético aplicado alterará el equilibrio de mínima energía de las PDs produciendo su desplazamiento y el RMB durante el proceso de restauración al equilibrio cuando las PDs logren atravesar los distintos puntos de anclaje presentes en el material. En la Figura 4.34 se observa un perfil típico de una señal de RMB que se adquiere como una señal de tensión en función del campo magnético aplicado (también suele graficarse la tensión en función de la corriente aplicada). Su valor máximo se produce en la región del punto coercitivo de la curva de histéresis, como se observa también en la Figura 4.33.

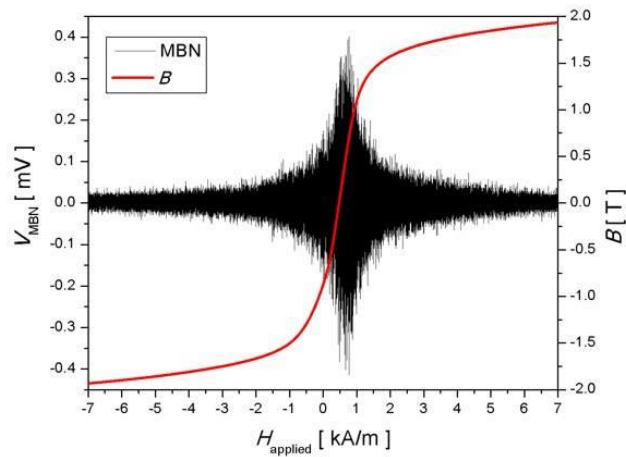


Figura 4.34. Perfil del RMB en función del campo aplicado [116].

4.7.2 Sistema de medición

El sistema de medición del RMB empleado en este trabajo se encuentra representado en la Figura 4.35. Para lograr el campo de excitación del solenoide, se empleó una tensión sinusoidal de 1 V de amplitud y 10 Hz de frecuencia, producida por un generador de tensión y luego amplificada mediante un amplificador de potencia. Para detectar la señal de RMB, se utilizó una pequeña bobina censorsa que se colocó sobre la superficie de la muestra. Esta bobina detecta los cambios en el campo magnético producidos por los movimientos de las PDs de los aceros estudiados, la cual, posteriormente, es amplificada. Por último, tanto la señal excitadora como la detectada por la bobina censorsa, fueron registradas en un osciloscopio digital y almacenadas en una computadora donde luego son procesadas.

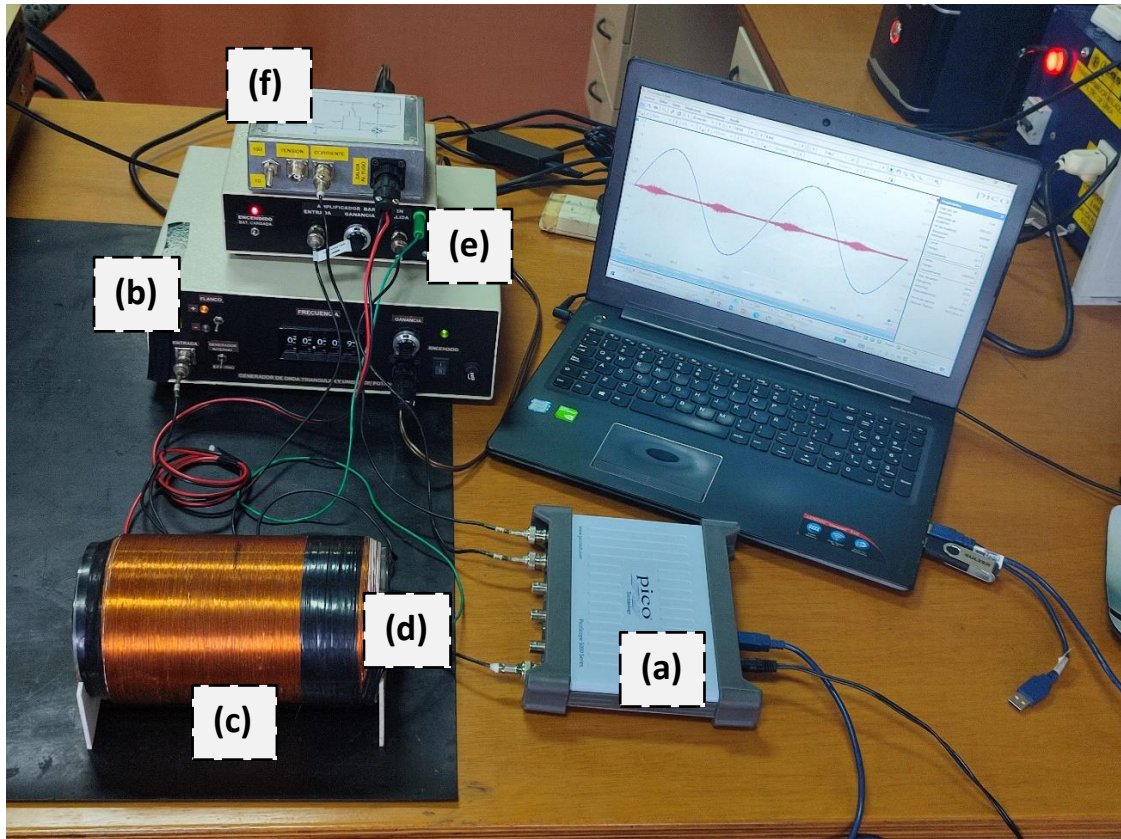


Figura 4.35. Sistema de medición de RMB.

A continuación, se hace una descripción más detallada de los equipos que componen el sistema de medición indicados en la Figura 4.35.

(a) Generador de funciones y osciloscopio: Se utilizó un equipo Picoscope 3000 Series. Fue utilizado para producir las señales de excitación senoidal y registrar los datos en una pantalla.

(b) Amplificador de potencia: fue desarrollado especialmente en el Laboratorio del Grupo ICES-Ondas Elásticas, específicamente para amplificar la corriente de excitación magnética, con una potencia máxima de 60 W.

(c) Bobina excitadora: consiste en un solenoide de 1500 vueltas de alambre de Cu (0.8 mm de diámetro) esmaltado sobre un cilindro de acrílico de 180 mm de longitud y 100 mm de diámetro externo, con derivaciones cada 250 vueltas. A su vez, posee una resistencia de 7.8Ω , una impedancia de 10.6Ω y una inductancia de 11.2 mH .

(d) Bobina censora: posee 1000 vueltas de alambre de Cu cuyo diámetro es de 0.08 mm, Figura 4.36.



Figura 4.36. Fotografía de la bobina censora utilizada en el ensayo de RMB.

(e) Amplificador del RMB: es un amplificador de bajo ruido cuya ganancia puede variar entre 0 a 650 veces, indicándose con un “helipot” de 10 vueltas.

(f) Conversor tensión – corriente: fue construido por el del Grupo ICES-Ondas Elásticas, CNEA. A través de una resistencia de 10Ω de alta precisión y potencia, permite conocer la corriente de excitación en la bobina senoidal.

(g) Estructura para sostener las probetas de tracción en los ensayos: es un soporte plástico para poder ubicar las probetas, junto con la bobina censora, en el centro del solenoide (zona de mayor campo magnético uniforme), se observa en la Figura 4.37.

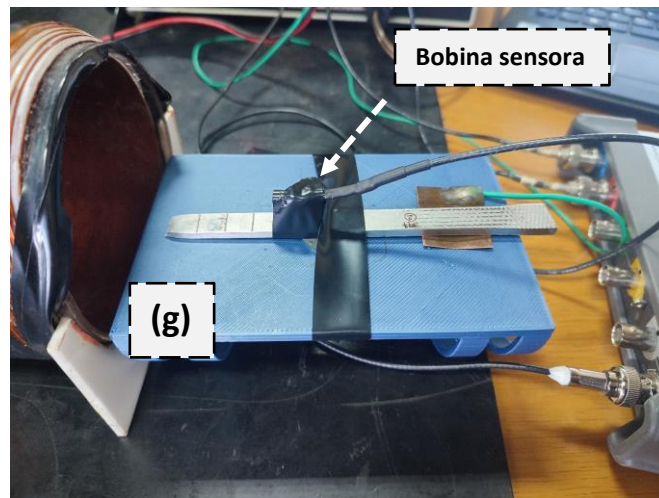


Figura 4.37. Elemento de sujeción de las probetas para el ensayo. También puede verse la bobina censora cubierta por cinta para sujetarla a la muestra.

4.7.3.1 Preparación de las muestras

Las muestras utilizadas para los ensayos fueron las siguientes:

- Los aceros AISI 321, 304L y AcNb traccionados hasta la rotura: se realizaron mediciones en diferentes zonas de las probetas que presentan distintas cantidades de fase

ferromagnética para poder estudiar el comportamiento del RMB a medida que aumenta la concentración de la fase martensítica.

- Los aceros AISI 304($18Cr-10.5Ni-2Mn-0.08C$) deformados a distintos porcentajes de deformación (1%, 7%, 14%, 21% y 26%) utilizados para estudiar la manera en que se manifiesta el RMB a medida que el material comienza a formar la fase martensítica.
- Los aceros AISI 439($17Cr-0.5Ni-1Mn-0.03C$): deformados a distintos porcentajes de deformación (1 %, 16 %, 32 %) utilizados para comparar el RMB producido por una matriz 100% ferromagnética con los aceros AISI 321, 304L y AcNb. .

Los puntos de medición de los aceros traccionados (AISI 321, 316L y AcNb) se observan en las Figuras 4.38, 4.39 y 4.40, respectivamente.



Figura 4.38. Puntos de medición de RMB del acero AISI 304L.



Figura 4.39. Puntos de medición de RMB del acero AISI AcNb.

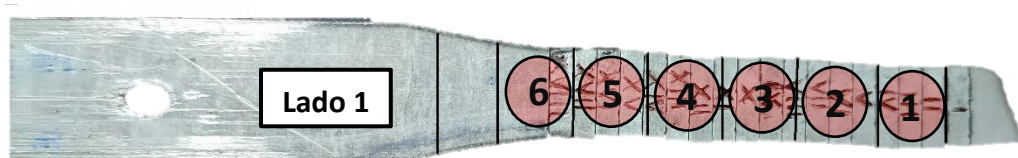


Figura 4.40. Puntos de medición de RMB del acero AISI 321.

Los aceros AISI 304 deformados a distintos porcentajes de deformación, fueron medidos en un único punto central de la probeta identificados mediante un círculo rojo en la Figura 4.41.

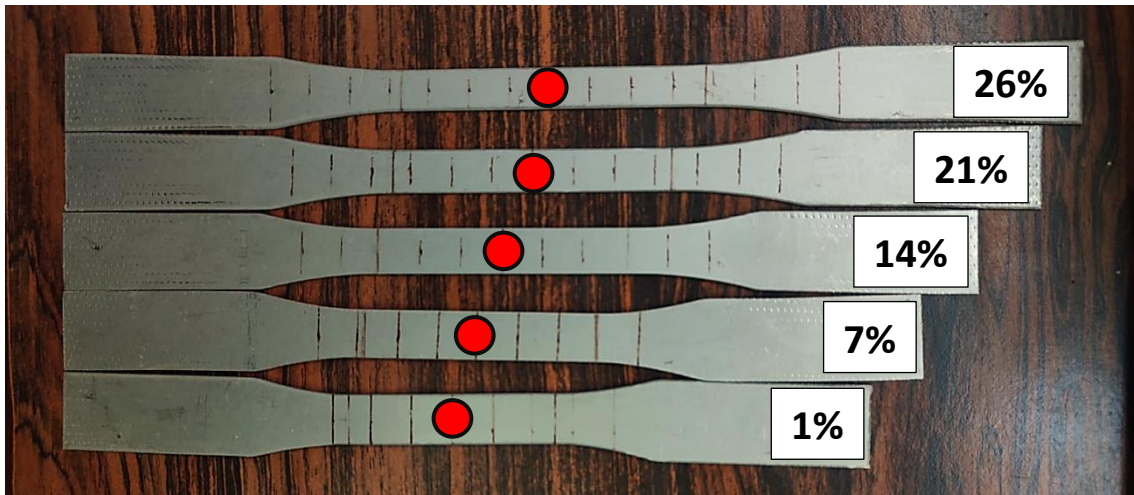


Figura 4.41. Puntos de medición de RMB de las muestras AISI 304 deformadas.

Por último, en el acero AISI 439 se realizaron mediciones en el centro de las probetas para las condiciones de: sin deformación, 1 %, 16 % y 32 % de deformación.

4.7.3.2 Configuración del ensayo

La señal producida por el generador de funciones fue una sinusoidal con una amplitud de $2 V_{pp}$ y una frecuencia de 10 Hz. Esta configuración también fue utilizada en otro trabajo [117]. Posteriormente, la señal fue amplificada con una ganancia de 15.7 dBV. Esta señal alimenta al solenoide que genera el campo magnético que incide sobre la muestra bajo estudio. La señal captada por la bobina censorsa, fue con una amplificación de 64 dB. En la adquisición de los datos, se utilizó una frecuencia de muestreo de 500 kHz [115].

4.7.4 Procesamiento de señales

El procesamiento de la señal de Barkhausen se utiliza comúnmente para obtener parámetros cuantitativos y cualitativos de la misma, permitiendo relacionar sus valores con las propiedades o cambios microestructurales que presente el material estudiado. Para analizar la señal es necesario eliminar el ruido de la misma, para lo cual, en este trabajo, se utilizó la transformada wavelet discreta. La estructura del algoritmo utilizado se basó en [118] y su esquema se muestra en la Figura 4.42.

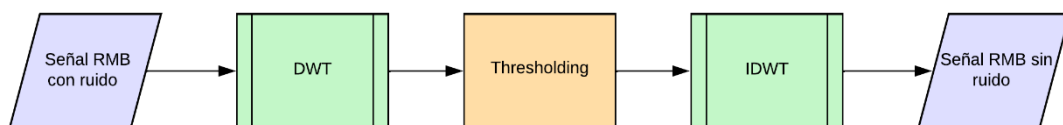


Figura 4.42. Esquema de la estructura del algoritmo empleado en este trabajo [118].

La transformada wavelet discreta (DWT, por sus siglas en inglés) es una técnica de análisis de señales que permite descomponer una señal en grupos de coeficientes de diferentes frecuencias. Esta descomposición permite identificar y separar componentes de alta y baja frecuencia, lo que resulta especialmente útil para analizar señales con ruido. Una vez obtenidos los coeficientes de la DWT, se aplica un nivel de umbral que elimina el ruido no deseado. El umbral es un valor que se selecciona cuidadosamente y que puede ser fijo o adaptativo, dependiendo del tipo de señal y del tipo de ruido presente en ella. En general, el umbral seleccionado se aplica en función del nivel de ruido de la señal y de la relación señal-ruido que se desea obtener. Una vez que se han filtrado los coeficientes de la DWT, se utiliza la transformada wavelet inversa (IDWT, por sus siglas en inglés) para reconstruir la señal filtrada. La IDWT es una técnica que permite reconstruir la señal original a partir de los coeficientes filtrados y de la estructura de la DWT. Los parámetros utilizados en la DWT de este trabajo fueron los siguientes [119]:

- Numero de coeficientes: 11
- Tipo de umbral: Soft
- Método de estimación de ruido: Bayes
- Wavelet Madre: Daubechies - db8

Posteriormente, se aplicó un filtro Butterworth pasa-banda de orden 6 con frecuencias de corte entre 1 y 100 kHz para limitar el ancho de banda efectivo en donde predomina la actividad de Barkhausen [117, 120, 121]. El análisis de la señal RMB se realizó en el segundo ciclo de magnetización como se sugiere en [122] para evitar efectos de la estabilidad de la señal. En la Figura 4.43 se observa la comparación de la señal RMB del acero AISI 321 antes y después del procesamiento de señal, junto con el ciclo de magnetización elegido para el análisis.

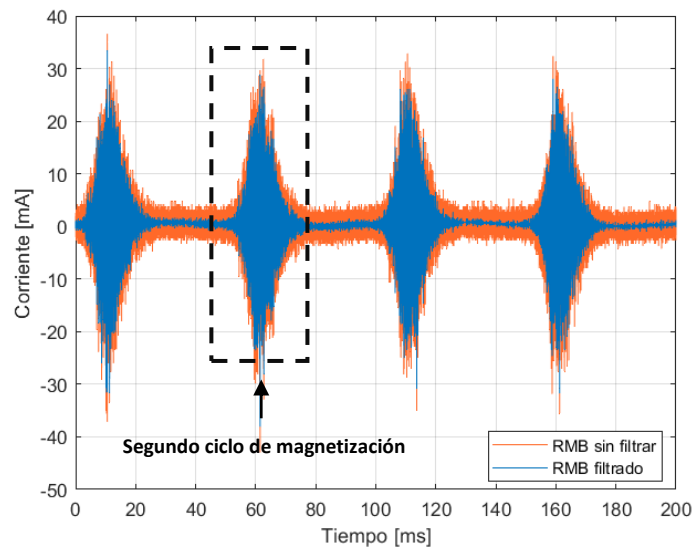


Figura 4.43. Señal RMB del acero AISI 321 antes y después del procesamiento de señales.

Luego de haber realizado la reducción de ruido y aplicado un filtro en frecuencia a las señales de barkhausen, se procedió a caracterizarlas mediante la obtención de la función del valor eficaz RMS de cada una de las señales. Para ello, se calculó el valor eficaz dentro de una ventana móvil que se desplazó a lo largo de toda la señal. La suma de estos valores dio lugar a la función RMS, siendo la ventana móvil una fracción pequeña de la totalidad de puntos en la señal. En este trabajo se utilizó un tamaño de ventana de 2000 puntos. Hay que tener en cuenta que la elección del tamaño de la ventana influye en la suavidad de la curva resultante. De esta forma, la función RMS proporciona una medida cuantitativa de la amplitud eficaz promedio de la señal (producida por la interacción de las PDs con los puntos de anclaje) en función de la corriente suministrada a la bobina excitadora, encargada de generar el campo magnético que incide sobre la muestra. De la función RMS se pueden identificar los siguientes parámetros:

- Amplitud del pico máximo: representa el valor promedio máximo de amplitud durante el ciclo de magnetización estudiado.
- Posición del pico máximo: corresponde al valor de corriente asociado con el punto máximo del pico.
- Valor cuadrático medio promedio de la función RMS.

En la Figura 4.44, se presenta la función RMS del acero AISI 321 en relación de la corriente suministrada a la bobina excitadora. En ella se señalan la amplitud máxima de la curva y la corriente correspondiente a dicho máximo.

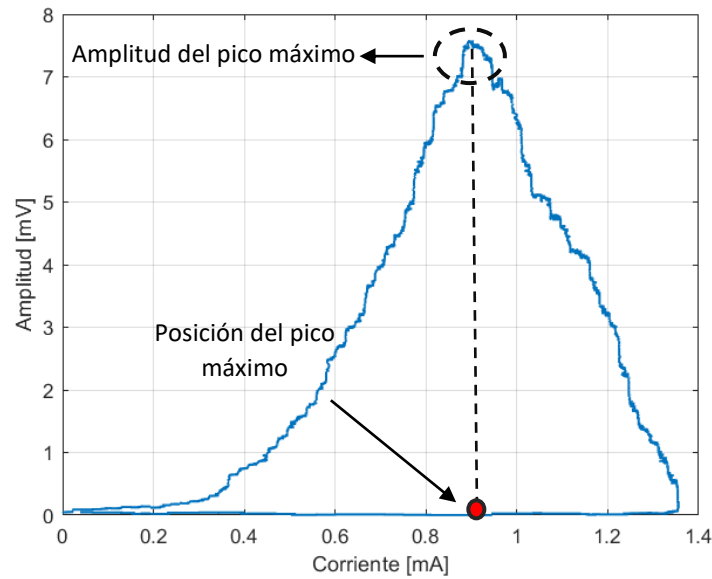


Figura 4.44. Función RMS.

Por otro lado, el análisis de la envolvente de la señal es otro enfoque utilizado en el estudio del RMB. Para realizar este análisis, se empleó el método de la transformada de Hilbert. Este método consiste en crear una señal analítica de la entrada mediante la transformada de Hilbert. Una señal analítica es una señal compleja, donde la parte real es la señal original y la parte imaginaria es la transformada de Hilbert de la señal original. Para generar la señal analítica, se multiplica la transformada de Hilbert de la señal original por la unidad imaginaria ($\sqrt{-1}$) y se suma a la señal original retardada. Es necesario retardar la señal de entrada porque la transformada de Hilbert, la cual se implementa mediante un filtro FIR (Finite Impulse Response), introduce un retardo de la mitad de la longitud del filtro. Por último, la envolvente de la señal se obtiene tomando el valor absoluto de la señal analítica.

El análisis de las señales de RMB utilizando los parámetros mencionados hasta ahora, no ofrece información relacionada su evolución en términos simultáneos de frecuencia y tiempo. Este enfoque adquiere cierta importancia al considerar la posibilidad de estudiar las variaciones en frecuencia asociadas al RMB en función del tiempo, permitiendo identificar diversas características asociadas a las distintas interacciones entre las PDs y los puntos de anclaje. Por esta razón, se realizó un espectrograma de la señal Barkhausen para analizar su comportamiento en tiempo y frecuencia. Para ello, se utilizó la transformada de Fourier de tiempo corto (STFT, por sus siglas en inglés), permitiendo representar en una sola grafica el tiempo, la frecuencia y la amplitud de la distribución de energía de la señal. La Figura 4.45 muestra el espectrograma calculado para el acero AISI 439.

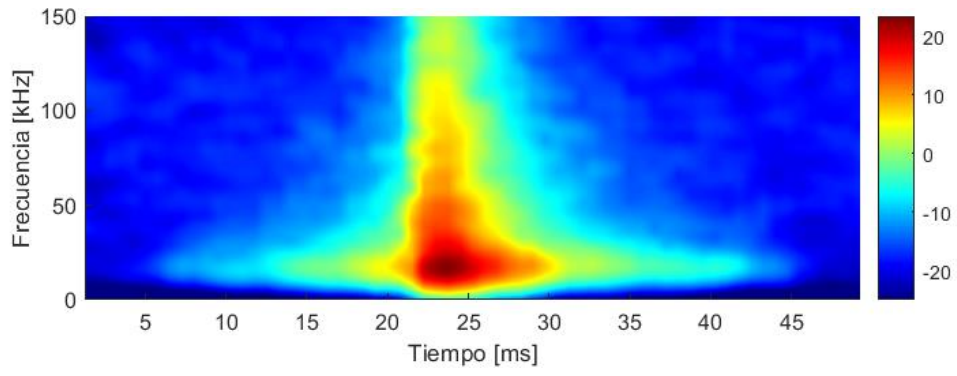


Figura 4.45. Espectrograma de la señal de RMB del acero AISI 439.

Capítulo 5: Resultados y Discusiones

5.1 Saturación Magnética

En la Figura 5.1 se muestra una comparación de las curvas de magnetización obtenidas para las muestras traccionadas AISI 304L y 321. De la Figura, se observa que ambas curvas aumentan con el campo H aplicado, alcanzando una asíntota horizontal que representa la $m.e.s$ asociada con cada acero. Como se vió anteriormente, un mayor nivel de $m.e.s$ esta vinculado a un mayor contenido de martensita. Para calcular la $m.e.s$ de cada acero, se promediaron 20 puntos en la zona de la saturación para campos positivos y negativos.

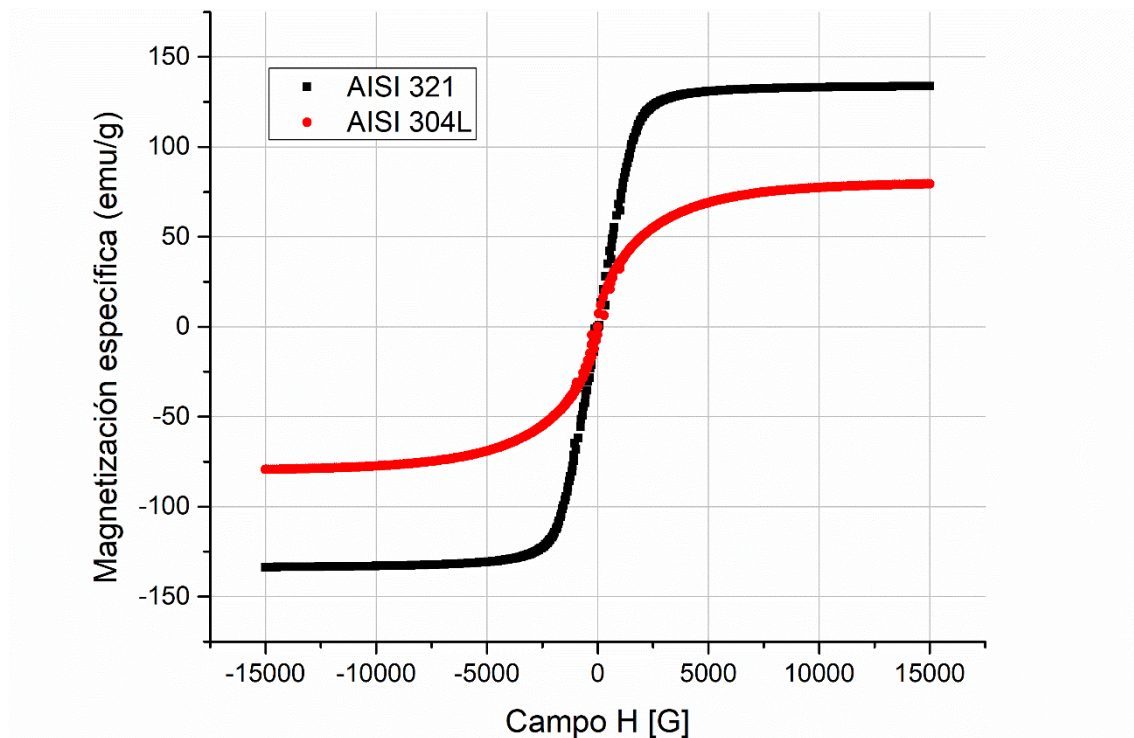


Figura 5.1. Comparación de las curvas de magnetización de los aceros AISI 304L y 321 traccionados.

La forma de la curva de magnetización está fuertemente influenciada por su contenido de martensita (fase ferromagnética) presente en el material. Por ejemplo, la curva de magnetización de la muestra M10 del acero laminado AISI 316L mostrada en la Figura 5.2, no alcanza una saturación totalmente horizontal como en los aceros traccionados AISI 304L y 321 de la Figura 5.1, principalmente debido a la poca cantidad de fase ferromagnética en una matriz totalmente paramagnética (fase austenítica). Debido a esta diferencia, no fue posible obtener los valores de $m.e.s$ mediante el método explicado anteriormente. En su lugar, se seleccionaron los puntos correspondientes al campo magnético aplicado positivo, y se generó una recta de

aproximación entre ellos. De esta manera, se identificó el punto en el cual dicha recta intercepta al eje de ordenadas, obteniéndose un valor de *m. e. s* para este caso.

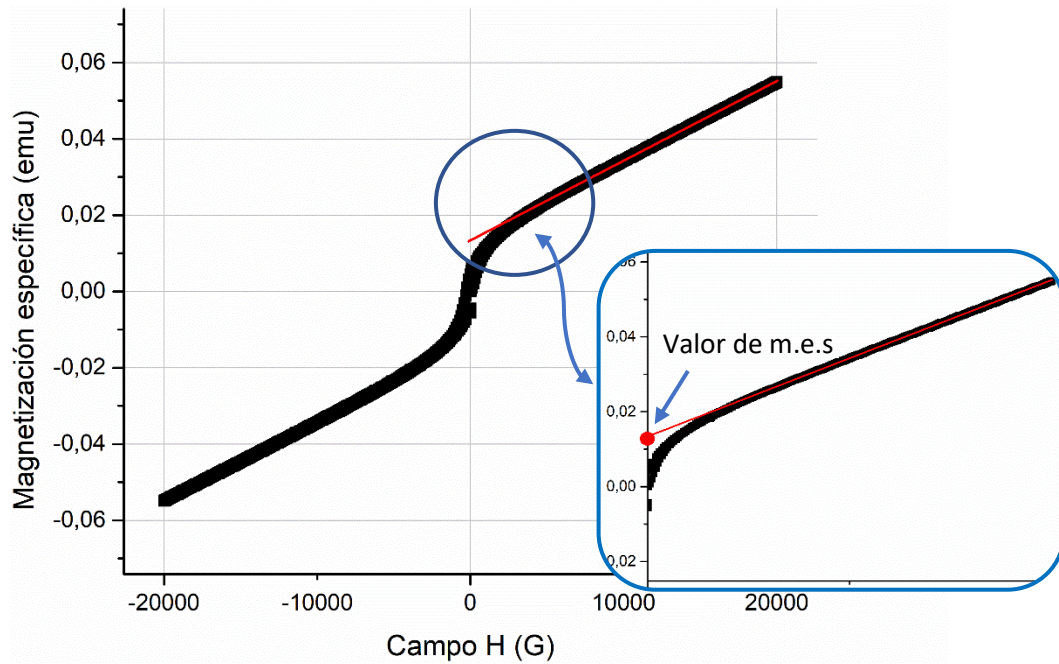


Figura 5.2. Curva de magnetización del acero AISI 316L – M10 laminado.

En las Tablas 5.1 y 5.2 se muestran los resultados de magnetización específica de saturación de todos los aceros laminados y traccionados, respectivamente.

Tabla 5.1. Magnetización específica de saturación de las muestras laminadas.

Aceros Laminados				
304 – M1 (emu/g)	304 – M10 (emu/g)	316L – M7 (emu/g)	316L – M9 (emu/g)	316L – M10 (emu/g)
129.44 ± 0.14	7.80 ± 0.02	8.42 ± 0.02	2.68 ± 0.01	0.25 ± 0.01

Tabla 5.2. Magnetización específica de saturación de las muestras traccionadas.

Aceros Traccionados					
AISI 304L		AcNb		AISI 321	
Muestra	(emu/g)	Muestra	(%α')	Muestra	(%α')
M1	77.91 ± 0.07	M1	109.51 ± 0.12	M1	133.18 ± 0.15
M11	47.31 ± 0.01	M15	93.57 ± 0.10	M18	91.20 ± 0.10
M19	8.93 ± 0.02	M18	89.63 ± 0.10	-	-

Como se explicó en la sección 4.3.1, se pueden relacionar los valores de magnetización específica de saturación de cada muestra con los valores máximos y mínimos correspondientes a una fase 100% magnética para cada acero, ver Tabla 4.1 y 4.2 de dicha sección. Al promediar estos valores, se obtiene la concentración media % m/m de martensita- α' de cada muestra. Como ejemplo, a continuación, se calcula la concentración en % m/m de martensita- α' media para la muestra M1 del acero AISI 304L traccionado aplicando las Ec. (10), (11) y (12) de la sección mencionada.

$$\% \alpha'_{min} = \frac{m. e. S_{muestra}}{m. e. S_{max}(100\% \text{ martensita})} \cdot 100 = \frac{77,91}{166,31} \cdot 100 = 46,84 \quad (24)$$

$$\% \alpha'_{max} = \frac{m. e. S_{muestra}}{m. e. S_{min}(100\% \text{ martensita})} \cdot 100 = \frac{77,91}{151,87} \cdot 100 = 51,30 \quad (25)$$

$$\% \alpha'_{media} = \frac{\% \alpha'_{max} + \% \alpha'_{min}}{2} = \frac{51,30 + 46,84}{2} = 49,07 \quad (26)$$

En la Tabla 5.3 se muestran los valores en % m/m de martensita- α' media de los aceros laminados. Las incertezas se obtuvieron promediando la resta entre las concentraciones mínimas y máximas de α' , como se explicó anteriormente. Por otro lado, las incertezas que aportan los valores medidos de *m. e. s* en los ensayos de saturación magnética (Tablas 5.1 y 5.2) son despreciables comparadas con las incertezas que aportan el valor teórico del Cr, Ec. (8) y (9); por lo tanto, sólo se consideraron estas últimas en la incerteza total.

Tabla 5.3. Valores en % m/m de martensita- α' calculados del ensayo de saturación magnética.

Aceros Laminados				
304 – M1 (% α')	304 – M10 (% α')	316L – M7 (% α')	316L – M9 (% α')	316L – M10 (% α')
81,33 ± 3,61	4.90 ± 0.43	5.45 ± 0.47	1.74 ± 0.10	0.16 ± 0.01

Por su parte, en la Tabla 5.4 se muestran los valores % m/m de martensita- α' media de los aceros traccionados. Las incertezas se obtuvieron de la misma forma que para los valores calculados en la Tabla 5.3.

Tabla 5.4. Valores en % m/m de martensita- α' calculados del ensayo de saturación magnética

Aceros Traccionados					
AISI 304L		AcNb		AISI 321	
Muestra	(% α')	Muestra	(% α')	Muestra	(% α')
M1	49.07 ± 2.23	M1	67.19 ± 2.81	M1	80.48 ± 3.11
M11	29.80 ± 1.35	M15	57.41 ± 2.40	M18	34.18 ± 2.13
M19	5.62 ± 0.26	M18	54.99 ± 2.30	-	-

En la Figura 5.3 se muestran graficados los valores de la Tabla 5.4 donde se realizaron las mediciones de saturación magnética. Se observa que los valores con mayor contenido en %m/m de martensita- α' corresponden a los del acero AISI 321 en la zona de la rotura, mientras que el acero con menor contenido de esta fase es el AISI 304L. Estos resultados concuerdan con las predicciones sobre la tendencia para formar martensita que tienen los aceros estudiados, basados en los valores de $M_d(30/50)$ mostrados en la Tabla 3.2 de la sección 3.1.1. Además, la Figura muestra que a medida que los puntos se alejan de la zona de rotura (las distintas zonas fueron introducidas en la Figura 4.3 de la sección 4.3.3), el contenido en % m/m de martensita- α' disminuye debido a la menor deformación del material en esta zona. Debido a que no se realizó la medición sobre la zona media de la probeta en el acero AISI 321, no se sabe si el contenido de martensita- α' en esa zona es mayor o menor que para los demás aceros. Sin embargo, resultados de las mediciones realizadas con el ferritoscopio (siguiente sección) confirman que los valores alrededor de esta zona media son similares a los de la zona cercana a la rotura.

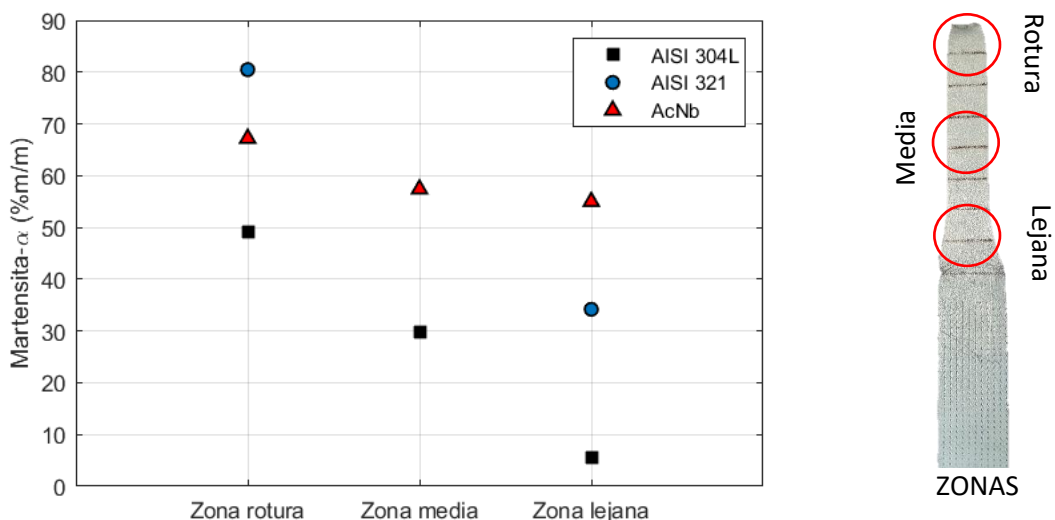


Figura 5.3. Valores en % m/m de martensita- α' mediante saturación magnética en las distintas zonas de la probeta ensayada.

5.2 Metalografía y difracción de rayos X

En las Figuras 5.4, 5.5 y 5.6 se muestran los difractogramas junto con las micrografías de las muestras traccionadas AISI 304L, 321 y AcNb respectivamente. La intensidad de los picos en los difractogramas muestra cierta correlación con los valores en % m/m de martensita- α' calculados en la sección 5.1 mediante ensayos de saturación magnética. Para el caso del AISI 304L (Figura 5.4), se observa que los picos de la fase austenita- γ (FCC) tienen mayor intensidad en comparación con los de la fase martensita- α' (BCC), mientras que para los aceros AISI 321 y AcNb (Figura 5.5 y 5.6, respectivamente) sucede lo contrario. Para estos dos últimos casos, las concentraciones en % m/m de martensita- α' fueron de 65.19 y 80.48 %, respectivamente, por lo que es esperable que haya menos fase austenita- γ presente en la muestra y por lo tanto los picos del difractograma tengan menor intensidad. En cuanto a la microestructura observada en las Figuras 5.4 y 5.5, la morfología encontrada sugiere la presencia de listones martensíticos que crecen desde los antiguos bordes de grano austeníticos. Para el acero AcNb, la microestructura no pudo ser correctamente revelada.

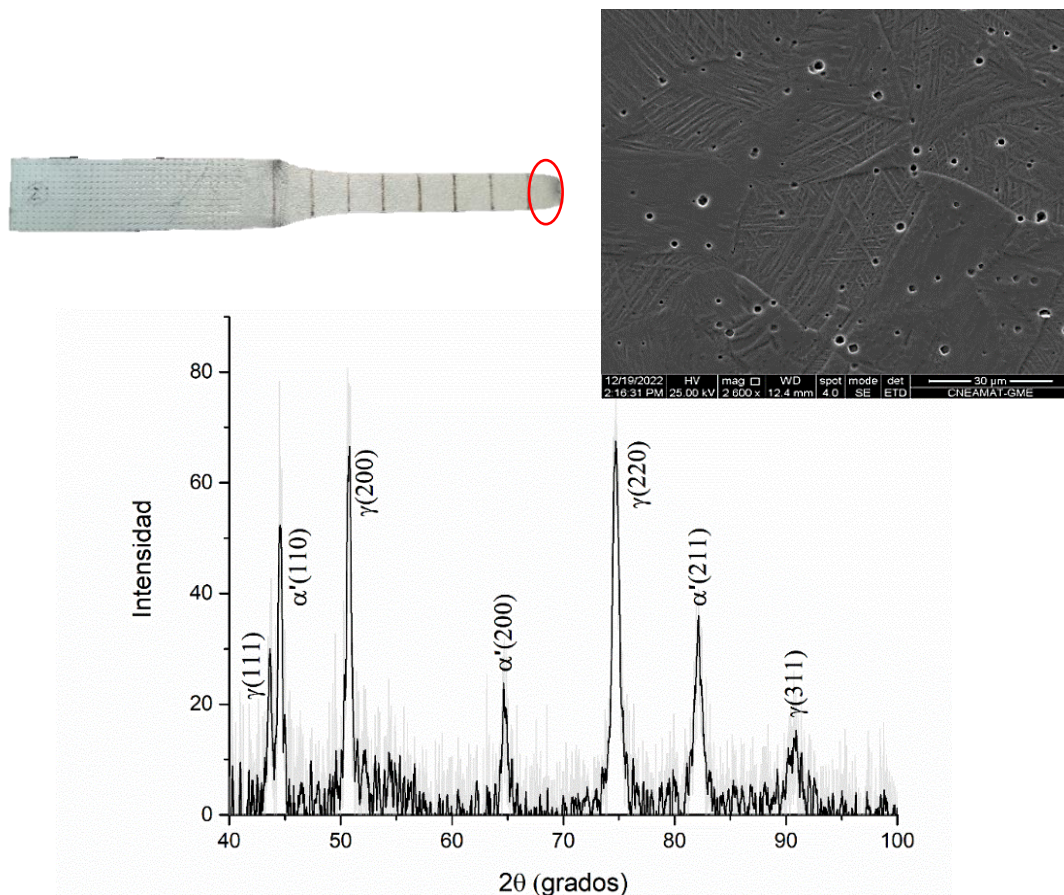


Figura 5.4. Difractograma y micrografía del acero traccionado AISI 304L con un valor de concentración de 49.07 %m/m de martensita- α' .

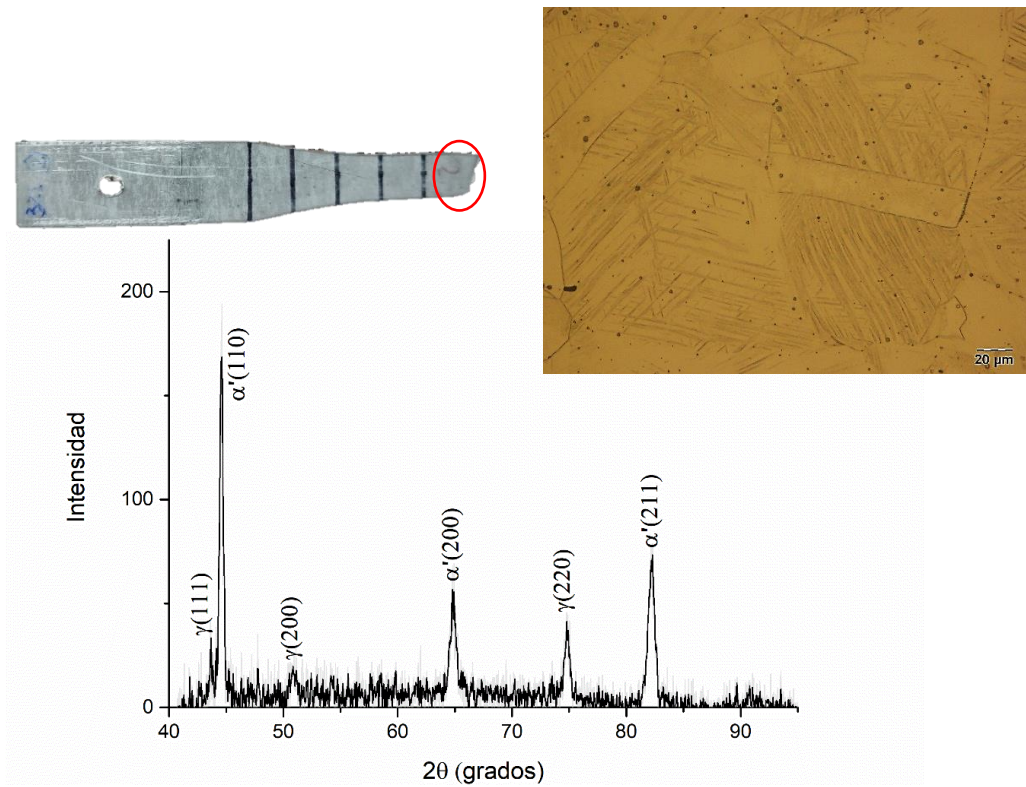


Figura 5.5. Difractograma y micrografía del acero traccionado AISI 321 con un valor de concentración de 65.19 %m/m de martensita- α' .

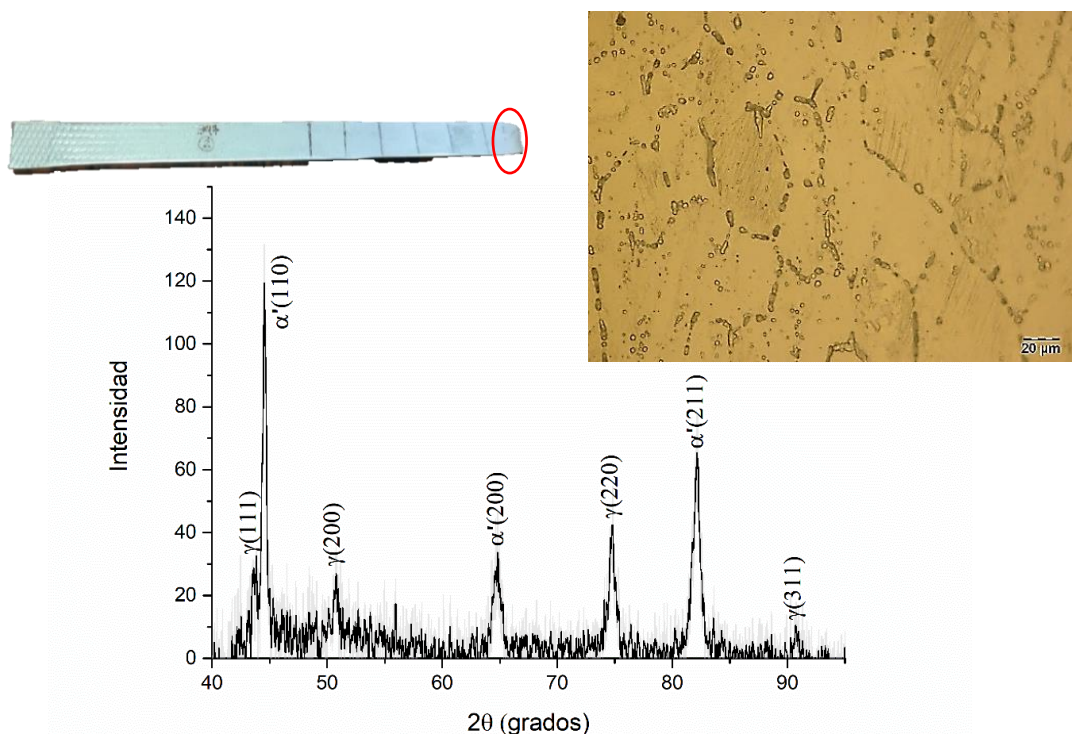


Figura 5.6. Difractograma y micrografía del acero traccionado AcNb con un valor de concentración de 80.48 %m/m de martensita- α' .

En las Figuras 5.7, y 5.8 se muestran los difractogramas correspondientes a los aceros AISI 304-M10 y 316L-M7, respectivamente. En ambas figuras se observan los picos relacionados con las fases austeníticas y martensíticas. De igual manera que para los aceros traccionados, el contenido en % m/m de martensita- α' derivados de los ensayos de saturación magnética muestran una correlación directa con la intensidad de los picos de difracción observados en ambas figuras. Estos valores fueron de 4.90 y 1.74 % m/m de martensita- α' para los aceros AISI 304 y 316L, respectivamente. De esa forma, se observa que los picos correspondientes a la fase austenita presentes en ambas figuras, exhiben una intensidad mayor en comparación con la fase martensita- α' .

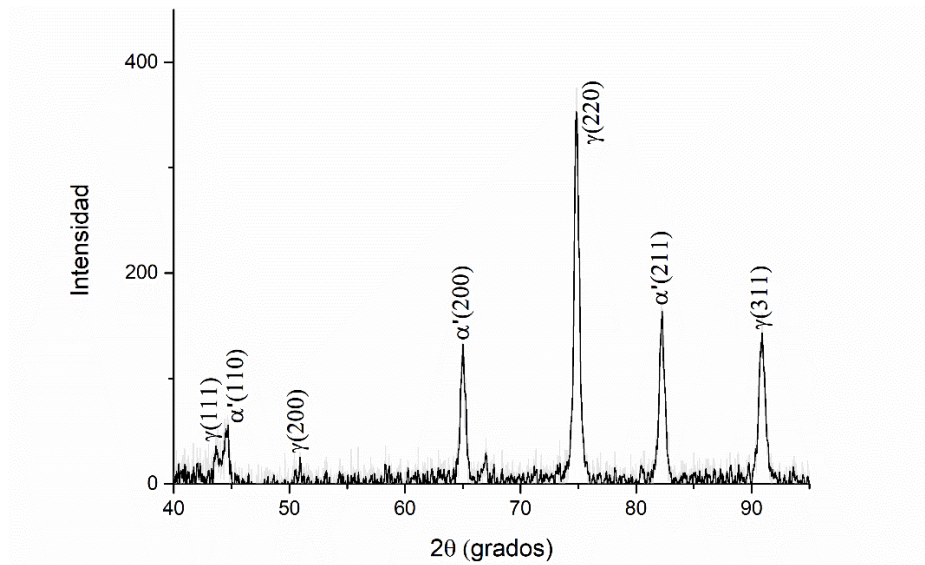


Figura 5.7. Difractograma del acero laminado AISI 304 con 4.90 %m/m de martensita- α' .

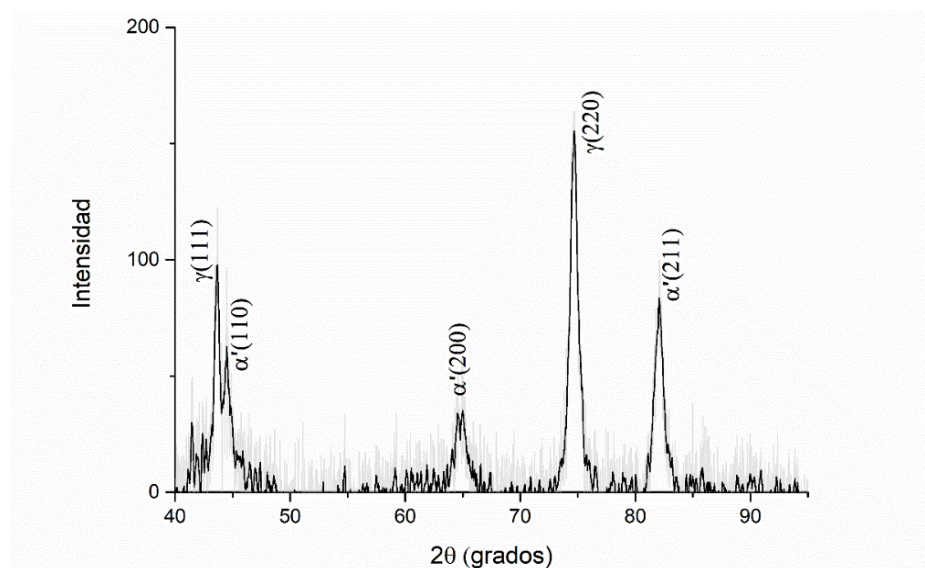


Figura 5.8. Difractograma del acero laminado AISI 316L con 1.74 %m/m de martensita- α' .

5.3 Ferritoscopia

En la Tabla 5.5 se muestran los porcentajes de ferrita- δ (%m/m) medidos con el ferritoscopio, para las muestras traccionadas del acero AISI 304L según las zonas indicadas en la Figura 4.6. Además, se detallan los valores de α' (%m/m) calculados según el factor de conversión propuesto en [20] (Ec. (14) de la sección 4.4) y los valores de α' (%m/m) determinados a partir de los ensayos de saturación magnética. Los puntos resaltados en verde corresponden a aquellas mediciones utilizadas para actualizar la curva de calibración (Ec. (15) de la sección 4.4) presentada en [18] y actualizada en [22]. Estas mediciones corresponden al mismo lado de la probeta seleccionado para las muestras empleadas en los ensayos de saturación magnética, tal como se mostró en la Figura 4.3 de la sección 4.4.

Tabla 5.5. AISI 304L. Valores de ferrita- δ (%m/m), α' (%m/m) calculado mediante la Ec. (14) y α' (%m/m) medidos por saturación magnética.

AISI 304L				
Puntos de medición	Ferrita- δ Lado 1	α' calculado por Ec. (14) – Lado 1	α' saturación magnética – Lado 1	Ferrita- δ Lado 2
1	32.54	55.32	49.07	33.32
2	24.72	42.02	-	25.61
3	22.98	39.06	-	23.18
4	22.12	37.60	-	2305
5	18.43	31.33	29.80	20.47
6	17.93	30.48	-	18.56
7	10.55	17.93	-	13.30
8	2.63	4.47	5.62	3.81

De manera análoga, se presentan las mediciones correspondientes a los aceros AISI 321 y AcNb sometidos a tracción en las Tablas 5.6 y 5.7, respectivamente. Como se explicó en la sección 3.1.2, la cantidad de puntos de medición en ambos lados de la probeta de estos dos aceros es diferente, debido a que la rotura se produjo de a asimétrica en la probeta durante el ensayo de tracción. Nuevamente, los puntos sombreados en verde corresponden a las mediciones seleccionadas para actualizar la curva de calibración.

Tabla 5.6. AISI 321 Valores de ferrita- δ (%m/m), α' (%m/m) calculado mediante la Ec. (14) y α' (%m/m) medidos por saturación magnética.

AISI 321				
Puntos de medición	Ferrita- δ Lado 1	α' calculado por Ec. (14) – Lado 1	α' saturación magnética – Lado 1	Ferrita- δ Lado 2
1	73.25	124.52	80.48	73.31
2	74.,73	127.04	-	70.69
3	72.77	123.70	-	63.18
4	71.20	121.04	-	46.18
5	71.75	121.97	-	32.04
6	66.53	113.10	-	-
7	50.16	85.27	34.58	-
8	35.94	61.09	-	-

Tabla 5.7. AcNb. Valores de ferrita- δ (%m/m), α' (%m/m) calculado mediante la Ec. (14) y α' (%m/m) medidos por saturación magnética.

AcNb				
Puntos de medición	Ferrita- δ Lado 1	α' calculado por Ec. (14) – Lado 1	α' saturación magnética – Lado 1	Ferrita- δ Lado 2
1	51.38	87.34	67.19	50.76
2	46.63	79.27	-	48.04
3	45.41	77.19	-	47.31
4	44.46	75.58	-	46.08
5	43.36	73.71	57.41	38.74
6	38.18	64.90	54.99	32.96
7	34.40	58.48	-	-

De las Tablas 5.5 a 5.7 se pueden observar discrepancias significativas entre los valores de α' % m/m calculados a partir del producto de las lecturas de ferrita- δ (%m/m) del ferritoscopio por el factor de conversión propuesto en [20] con respecto a los α' % m/m

calculados a partir de las mediciones de saturación magnética, para lecturas mayores al 30% de ferrita- δ . Estas discrepancias habían sido observadas en [18, 22, 82].

En las Figuras 5.9 a 5.11, se presentan gráficamente los valores de ferrita- δ en función de los puntos de medición, detallados en la Figura 4.6, para cada lado de las probetas traccionadas.

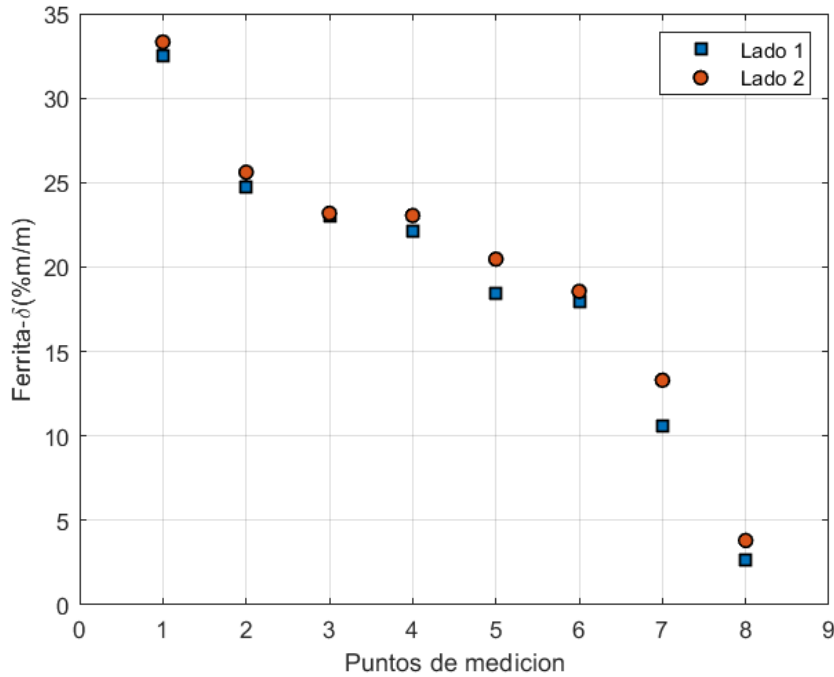


Figura 5.9. Contenido de ferrita- δ en cada punto de medición, acero AISI 304L.

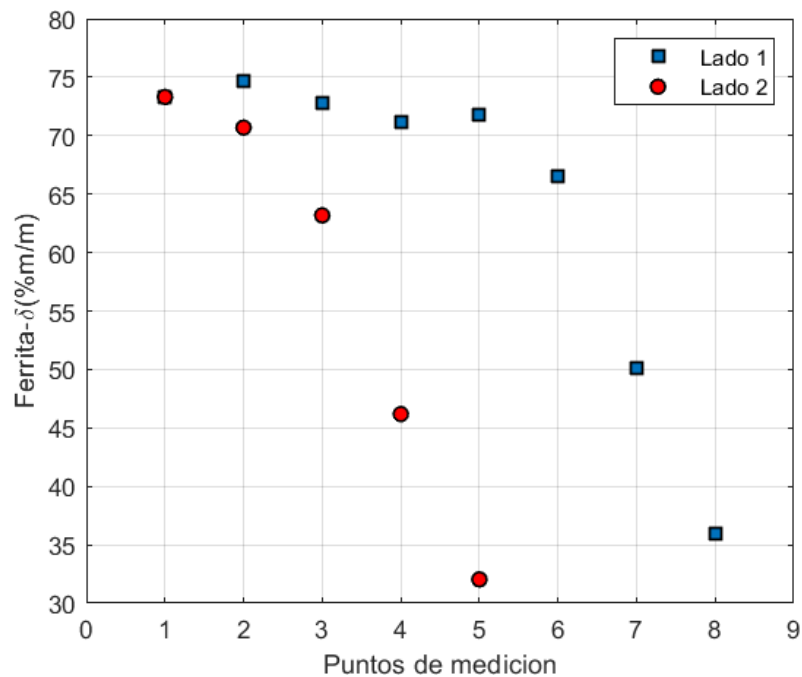


Figura 5.10. Contenido de ferrita- δ en cada punto de medición, acero AISI 321.

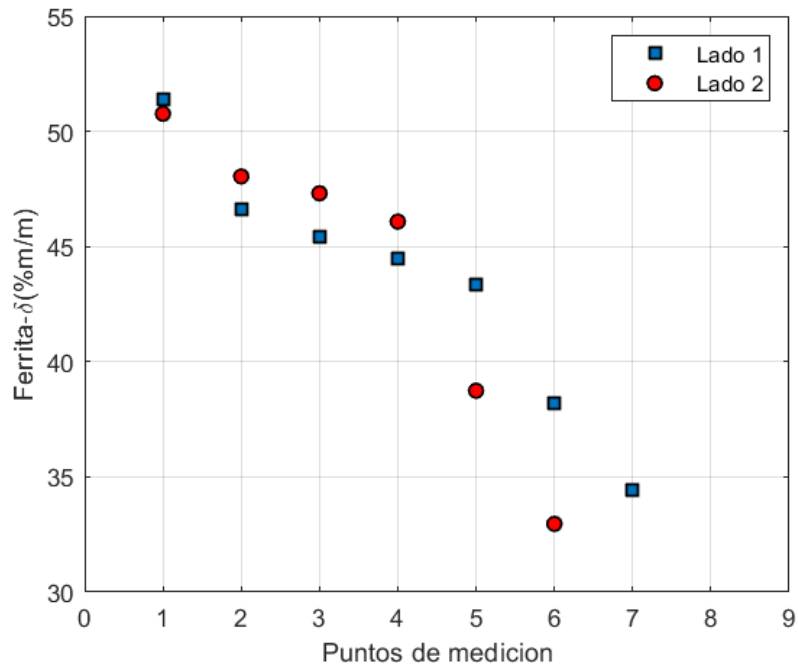


Figura 5.11. Contenido de ferrita- δ en cada punto de medición, acero AcNb.

Las Figuras 5.9 a 5.11 muestran que la formación de martensita producida por la deformación no fue simétrica en ambos lados de la probeta, excepto para el acero AISI 304L, donde los valores de ferrita- δ (% m/m) y la tendencia de la curva, fueron casi idénticos en ambos lados de la probeta. Esta asimetría respecto al contenido ferromagnético de las muestras fue más notoria para el acero AISI 321, donde los primeros cinco puntos del lado 1 se mantuvieron entre el 70 y 75 % m/m de ferrita- δ , mientras que en el lado 2 la cantidad disminuyó hasta un valor cercano al 30 % m/m en el último punto. Esto se puede explicar por la diferencia en la longitud de la probeta ensayada, ya que el lado 1 terminó siendo más largo que el lado 2. La Figura 5.11 también muestra una asimetría, aunque más leve, en el contenido de ferrita- δ del acero AcNb, especialmente entre los puntos 4 y 5 donde la cantidad de fase ferromagnética disminuye más abruptamente. Sin embargo, a diferencia del acero AISI 321, la tendencia de la curva es similar en ambos lados.

En base a las discrepancias significativas para valores mayores al 30 % m/m de ferrita- δ en las lecturas del ferritoscopio, la curva de calibración elaborada por miembros de la división IAMEND [18] fue actualizada en esta tesis agregando los puntos experimentales resaltados en verde de las Tablas 5.5 a 5.7, utilizando la Ec. (15) para su ajuste. En la Figura 5.12 se muestran los puntos correspondientes a los aceros traccionados que se agregaron en este trabajo, y los puntos de los aceros laminados que no fueron estudiados en [22]. También se incluyen la curva del método correspondiente a la Ec. (10) y la curva de calibración actualizada, Ec. (15). Los parámetros del ajuste exponencial se muestran en la Tabla 5.8.

Tabla 5.8. Parámetros del ajuste no lineal de la curva de calibración.

X	y_0	A	R_0	R^2
$x = \text{ferrita-}\delta$	106.2	-105.7	-0.021	0.991

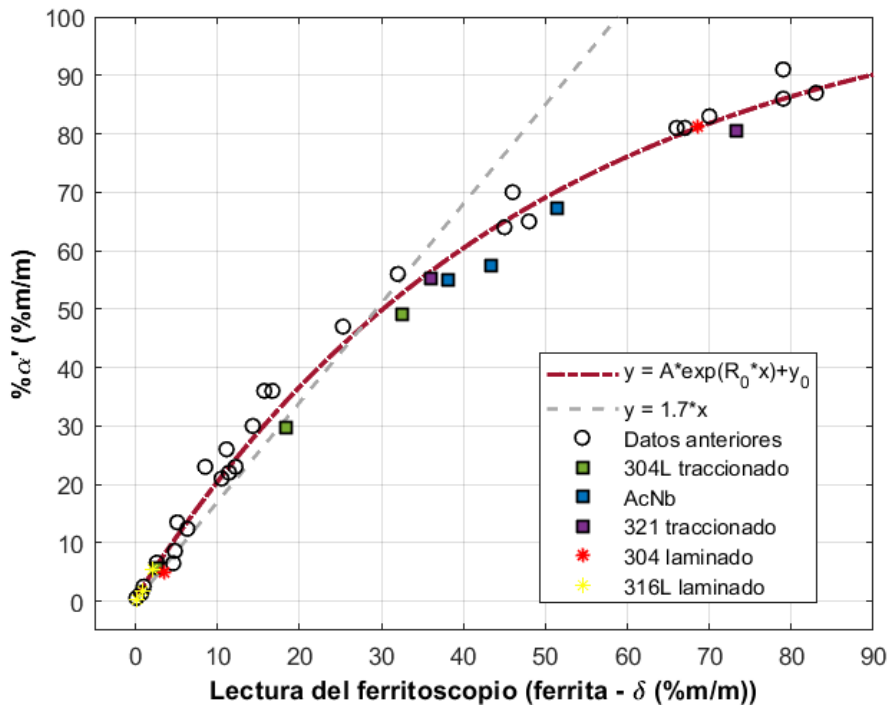


Figura 5.12. Curva de calibración $y = \% \text{ m/m de } \alpha'$ vs $x = \% \text{ m/m de ferrita-}\delta$.

La curva de calibración de la Tabla 5.8 tiene gran importancia tecnológica, ya que se puede utilizar para convertir las lecturas del ferritoscopio, un equipo ampliamente utilizado en la industria. La Figura 5.12 muestra que esta curva tiene una validez de hasta aproximadamente el 80 % de ferrita- δ de la lectura del ferritoscopio, lo cual es mayor que la validez correspondiente a la curva propuesta por el fabricante del equipo utilizando el método de conversión lineal presentado en [20]. Se ha observado en [18, 22, 82] que la conversión lineal es válida solo hasta lecturas del ferritoscopio de alrededor del 30 % de ferrita- δ , como se puede ver en la Figura 5.12. Por último, es importante destacar que la curva de calibración desarrollada en este trabajo se puede aplicar a aceros inoxidables austeníticos con composiciones similares (Fe , Cr y Ni) a la composición de los aceros estudiados aquí [18, 22, 82].

5.4 Permeabilidad magnética

En la Tabla 5.9 se muestran los resultados de las permeabilidades magnéticas relativas efectivas de los aceros traccionados AISI 304L, 321 y AcNb; calculadas como se indica en 4.5. Se puede observar que, al igual que con los resultados del ferritoscopio para las concentraciones

en % m/m de ferrita- δ , los valores más altos de permeabilidad magnética relativa se presentan en el acero AISI 321, seguido por el acero AcNb y en último lugar el AISI 304L. Por otro lado, los puntos sombreados en naranja corresponden a aquellos utilizados para actualizar la curva de calibración. Nuevamente, al igual que en las mediciones realizadas con el ferritoscopio, los puntos seleccionados fueron los asociados al lado 1 de las probetas.

Tabla 5.9. Valores de permeabilidad magnética relativa efectiva de los 3 aceros traccionados.

Puntos	AISI 304L		AISI 321		AcNb	
	Lado 1 (μ_r^*)	Lado 2 (μ_r^*)	Lado 1 (μ_r^*)	Lado 2 (μ_r^*)	Lado 1 (μ_r^*)	Lado 2 (μ_r^*)
1	8.38 ± 0.16	7.78 ± 0.16	62.63 ± 1.25	59.65 ± 1.19	25.06 ± 0.50	27.27 ± 0.55
2	6.99 ± 0.14	7.18 ± 0.14	64.26 ± 1.29	58.39 ± 1.17	22.77 ± 0.46	22.87 ± 0.46
3	6.14 ± 0.12	6.77 ± 0.14	71.72 ± 1.43	48.80 ± 0.98	21.59 ± 0.43	21.85 ± 0.44
4	5.73 ± 0.11	6.29 ± 0.12	74.41 ± 1.49	23.49 ± 0.47	20.40 ± 0.41	20.92 ± 0.42
5	4.90 ± 0.10	5.97 ± 0.12	73.05 ± 1.46	11.12 ± 0.22	19.35 ± 0.39	15.28 ± 0.31
6	2.32 ± 0.05	3.11 ± 0.06	63.30 ± 1.27		15.06 ± 0.30	11.17 ± 0.22
7			32.48 ± 0.65		12.25 ± 0.25	
8			15.07 ± 0.30			

En las Figuras 5.13 a 5.15 se presentan los datos de la Tabla 5.9 en forma de graficas de permeabilidad magnética relativas efectivas en función de los puntos de medición para cada lado de la probeta.

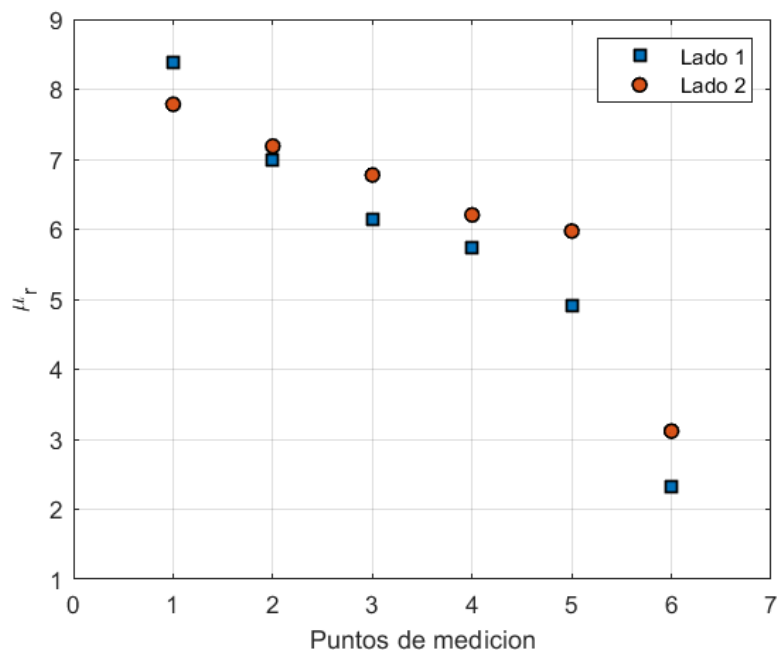


Figura 5.13. Permeabilidad relativa en función de los puntos de medición. Acero AISI 304L.

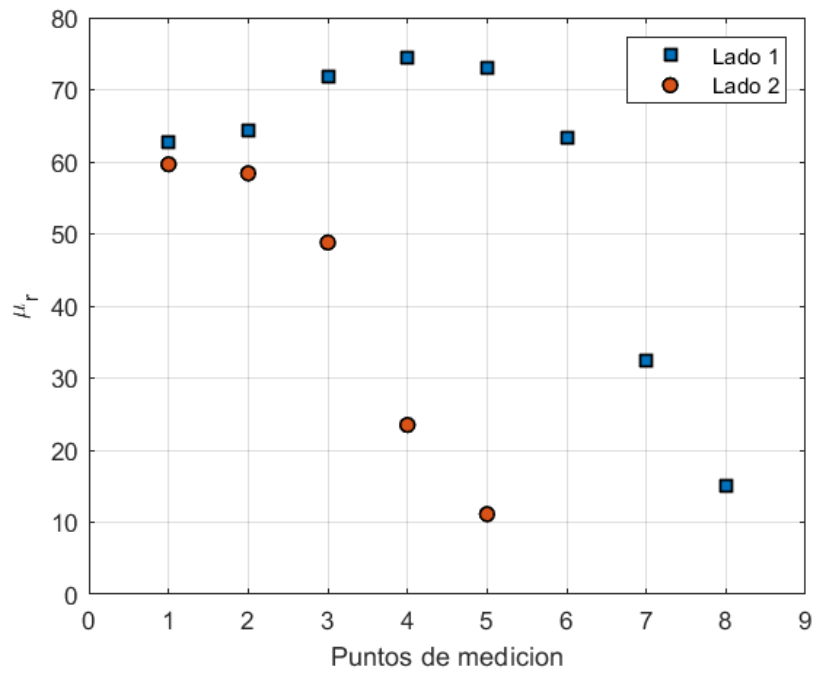


Figura 5.14. Permeabilidad relativa en función de los puntos de medición. Acero AISI 321.

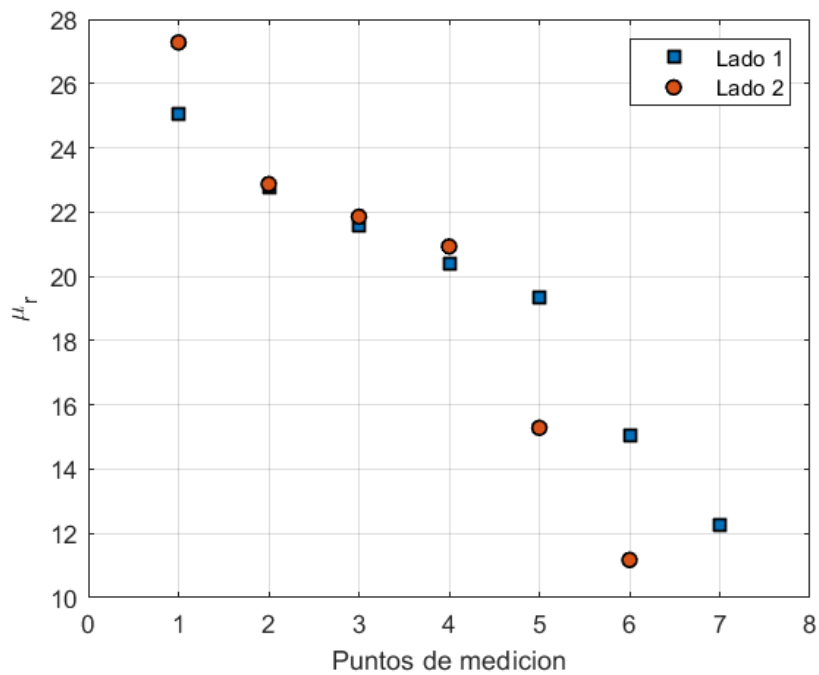


Figura 5.15. Permeabilidad relativa en función de los puntos de medición. Acero AcNb.

En las Figuras 5.13 y 5.15 se observa que hay una disminución en la permeabilidad magnética relativa a medida que los puntos de medición se alejan de la zona de la rotura. Sin embargo, en la Figura 5.14, que corresponde al acero AISI 321, esta tendencia no se cumple para el lado 1 de la probeta. En la medición de los primeros cuatro puntos en este acero, se encontró un aumento en la permeabilidad magnética, lo cual difiere de lo observado en las mediciones

con el ferritoscopio. Una posible explicación podría estar asociada al menor espesor de los puntos de medición del acero AISI 321, en especial los puntos cercanos a la rotura, ya que según las especificaciones del ferritoscopio utilizado en esta tesis, a medida que el espesor de la muestra es menor, la incerteza en la medición aumenta. Además, es importante recordar que los valores de conductividad, necesarios para el cálculo de la permeabilidad magnética relativa, fueron aproximaciones obtenidas de mediciones en otros aceros, según se detalló en la sección 4.5.2.

En la Tabla 5.10 se presentan los parámetros de la curva obtenida y se grafica en la Figura 5.16 junto a todos los puntos considerados para el ajuste.

Tabla 5.10. Parámetros del ajuste no lineal de la curva de calibración.

X	y_0	A	R_0	R^2
$x = \mu_r^*$	85,9	-88,2	-0,087	0.973

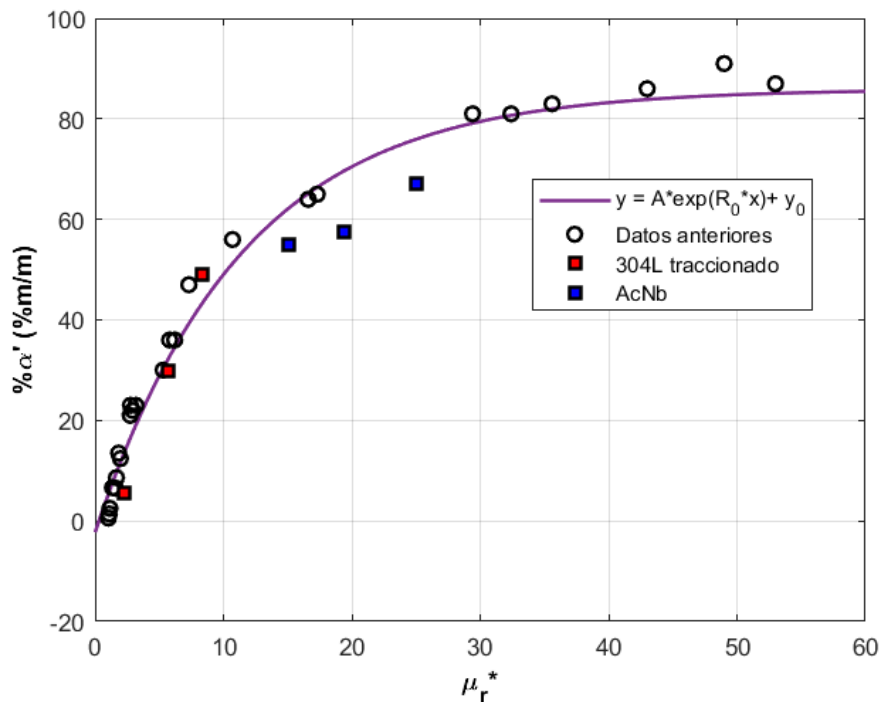


Figura 5.16. Curva de calibración $y = \% \text{ m/m de } \alpha'$ vs $x = \mu_r^*$.

La curva ajustada muestra una aceptable correlación con los datos experimentales que cuentan con muestras de aceros inoxidables austeníticos deformados de maneras diferentes (laminación y tracción); aunque el coeficiente de correlación correspondiente al ajuste de la curva de la Tabla 5.8 es mejor que el de esta curva. En la Figura 5.16 se puede observar que los puntos correspondientes al acero AcNb son los que más se alejan de la curva de regresión; esto

podría deberse a que los valores de conductividad necesarios para calcular la permeabilidad de cada muestra traccionada se obtuvieron a partir de mediciones en muestras laminadas utilizadas en [22], como se indicó en 4.5.2.

5.5 Dilatometría

A continuación, se presentan los resultados y las discusiones de los ensayos de dilatometría en los aceros laminados AISI 347 y AISI 316L y en el acero traccionado AcNb.

5.5.1 Muestras laminadas

5.5.1.1 Acero AISI 347

5.5.1.1.1 Análisis de las curvas dilatométricas

En la Figura 5.17 se muestra el gráfico correspondiente al cambio de longitud con la temperatura del acero ensayado a una velocidad de calentamiento de $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$. Como se explicó anteriormente, estos valores fueron previamente procesados mediante un filtro Loess para eliminar el ruido generado durante la medición. Se pueden observar una serie de contracciones ubicadas entre 530 y 750°C y entre 835 y 920°C aproximadamente, correspondientes a transformaciones experimentadas por el acero durante el calentamiento continuo. En ocasiones resulta difícil identificar las contracciones que no son evidentes en la curva de dilatación, como ocurre con la Región 2 de la Figura 5.17. Por esta razón, puede resultar útil complementar este tipo de información con el análisis de la derivada de la curva dilatométrica, $(d(\Delta L)/dT)$, sección 4.6.3.

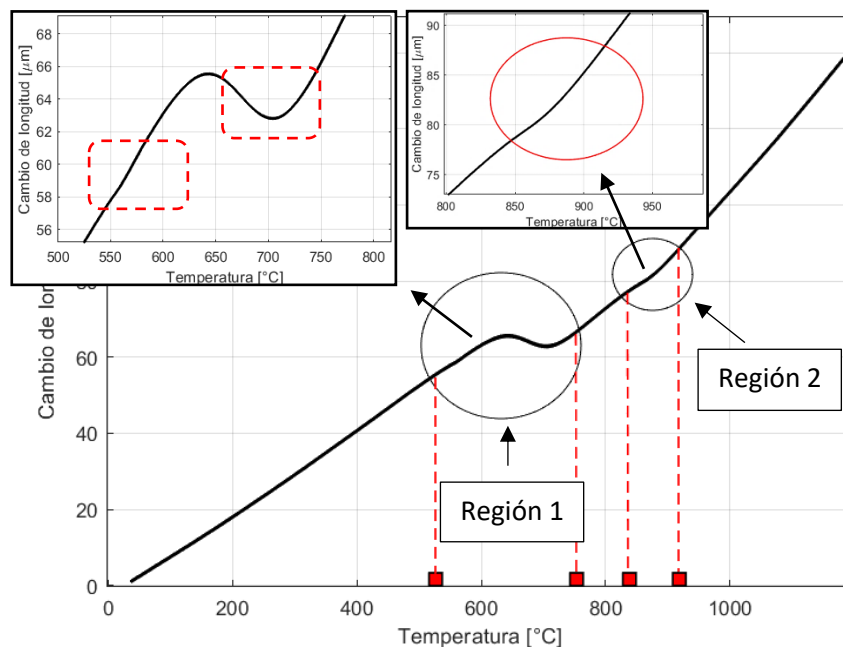


Figura 5.17. Curva de longitud vs temperatura del acero AISI 347 laminado calentado a $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

Al analizar la primera derivada de la curva con respecto a la temperatura se pueden identificar con mayor claridad los puntos de inflexión y los máximos y mínimos de la zona en la que se producen las transformaciones en el acero. En la Figura 5.18 se muestra la primera derivada de la curva del acero AISI 347 calentado a una velocidad de calentamiento de 10°C/s. En ella, se pueden observar fácilmente los cambios asociados a las transformaciones experimentadas por el material durante el calentamiento, lo cual resulta más evidente que en la curva de cambio de longitud mostrada en la Figura 5.17.

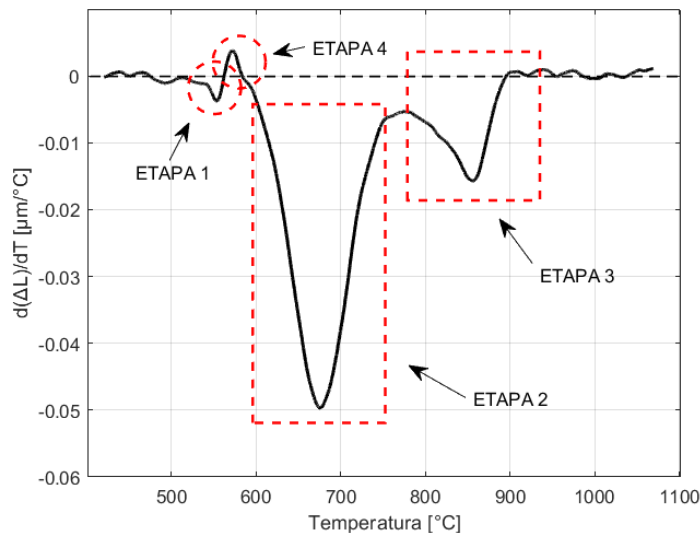


Figura 5.18. Primera derivada de la curva dilatométrica y sus etapas.

En la Figura 5.18 se pueden observar cuatro etapas bien definidas:

La primera corresponde a la transformación de reversión de la martensita inducida por deformación mediante el mecanismo de corte. Esta etapa será explicada en detalle más adelante en este trabajo.

La segunda etapa, según [22], se encuentra en el rango de temperaturas correspondientes a la transformación de reversión mediante el mecanismo de difusión. Si bien los ensayos realizados en [22] sobre las mismas muestras fueron a una menor velocidad de calentamiento (10, 20 y 40°C/min), es de esperar, según [15, 16, 143, 144], que las temperaturas de inicio y finalización de este tipo de mecanismo de reversión aumenten con la velocidad de calentamiento. En [123] se estudió un acero AISI 304 (18.09Cr – 8.03Ni) mediante ensayos con un dilatómetro. Los experimentos se realizaron en un rango de temperaturas entre 40 a 1000 °C, y se probaron velocidades de calentamiento de 0,17 a 10°C/s. En [124] se investigó un acero de composición Fe-10.32Ni-6.94Mn-0.006C mediante un dilatómetro hasta una temperatura de 1000°C utilizando velocidades de calentamiento de 0,1 a 100 °C/s. En ambos trabajos, se

observó un aumento en las temperaturas de inicio y finalización de la reversión por el mecanismo de difusión.

La tercera etapa corresponde al proceso de recristalización. De acuerdo con [59], la recristalización ocurre solo en la austenita deformada que no se transformó a martensita- α' durante la deformación. En [59], se utilizaron dos aceros con composiciones $Fe-18Cr-8Ni$ y $Fe-18Cr-12Ni$ en los cuales la formación de martensita se produjo por enfriamiento y por deformación. Este estudio demostró que en el acero $18Cr-8Ni$ deformado al 20% a una temperatura de $-196^{\circ}C$, y produciendo un 80% de martensita- α' , la reversión de esta fase ocurrió a $550^{\circ}C$ pero no se detectó ningún proceso de recristalización. Sin embargo, en el acero $18Cr-12Ni$ deformado en la misma cantidad, pero generando solo un 30% de martensita- α' , la recristalización sí ocurrió. El autor concluye, por lo tanto, que la recristalización ocurre preferencialmente en la austenita retenida deformada. Varios estudios han demostrado que la recristalización y la recuperación de estas estructuras requieren de una temperatura más alta que la necesaria para la reversión de la martensita, por lo que es razonable pensar que la etapa 3 de la Figura 5.18 corresponde a dicho proceso [125, 126]. En [125], se utilizaron muestras de aceros inoxidable austeníticos AISI 304 ($18.12Cr - 8.37Ni$) y AISI 304L ($18.44Cr - 9.38Ni$), que fueron deformadas con una reducción entre 10 y 60% y recocidas a diferentes temperaturas entre 500 y $1000^{\circ}C$ por una hora. El estudio demostró que la presencia de carbono en solución sólida y en forma de carburos $(C_rFe)_{23}C_6$ retrasa la recristalización de las muestras en todos los porcentajes de deformación utilizados. En [126], se realizó un ensayo de calorimetría diferencial de barrido de un acero AISI 304 ($18.12Cr-8.37Ni$) calentando la muestra entre 25 y $1000^{\circ}C$ a una velocidad de $20^{\circ}C/min$ en una atmósfera de argón. Se demostró que el proceso de recristalización ocurrió entre 660 y $850^{\circ}C$, mientras que la reversión de la martensita- α' se situó entre 470 y $550^{\circ}C$. Los autores concluyeron que, en los aceros inoxidable austeníticos, la reversión de la martensita inducida por deformación ocurre a temperaturas mucho más bajas que la temperatura de recristalización, a pesar de que la reversión completa de la martensita- α' pueda alcanzar temperaturas del orden de los $750^{\circ}C$. Por otro lado, según un estudio de I. Ben-Haroe et al. [127], la temperatura de inicio de la recristalización en el acero AISI 347 disminuye al aumentar el grado de deformación previa. En concreto, se encontró que para una deformación del 50%, la recristalización comienza a partir de los $750^{\circ}C$, mientras que para deformaciones mayores al 50%, esta temperatura se reduce a $600^{\circ}C$. Estos resultados sugieren que, en general, cuanto mayor es la deformación previa, menor es la temperatura requerida para la recristalización.

Por último, la cuarta etapa se corresponde a un aumento en la dilatación de la curva. Como se verá más adelante, se cree que este comportamiento se atribuye a la formación a térmica de martensita.

En la Figura 5.19, se presentan las curvas dilatométricas y sus derivadas, correspondientes a todas las velocidades de calentamiento del acero AISI 347 laminado estudiadas en este trabajo.

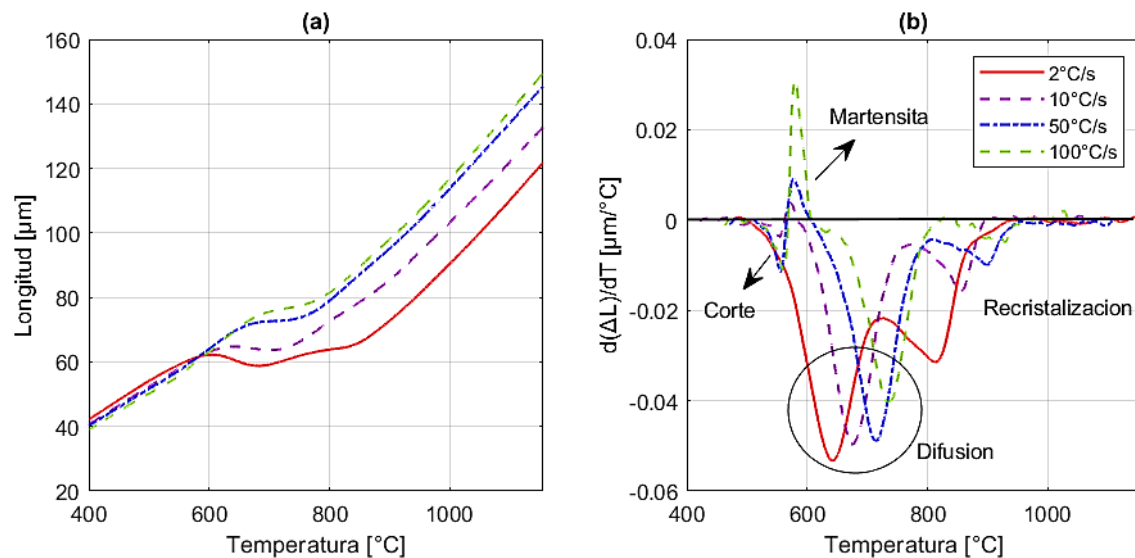


Figura 5.19. (a) Cambio de longitud en función de la temperatura y (b) derivada de la curva dilatométrica, 2 – 100°C/s.

De la Figura 5.19 (b) se observa que, a medida que aumenta la velocidad de calentamiento, tanto el inicio como el final del proceso de reversión por difusión se desplazan hacia temperaturas más altas. En [22], se reportaron valores de A_S y A_F de 436 y 611°C para una velocidad de calentamiento de 20°C/min y de 453 y 632°C para una velocidad de 40°C/min, respectivamente. Como se ve en la Figura 5.19, el rango de temperaturas del proceso de reversión por difusión de este acero abarca temperaturas desde 500°C hasta 750°C, aproximadamente. Debido a que la velocidad más baja de calentamiento utilizada en esta investigación fue de 2°C/s, es decir 120°C/min, y tomando en cuenta los resultados de los estudios mencionados más arriba [123, 124], se considera que los picos presentes de la Figura 5.19 (b), en ese rango de temperaturas, podrían deberse efectivamente al proceso de reversión por difusión.

Por otro lado, se observa un corrimiento del pico de la recristalización a medida que aumenta la velocidad de calentamiento. Esto concuerda con trabajos previos realizados en

aceros de ultra bajo carbono [128]. En [128] se utilizaron aceros con diferentes niveles de carbono (0.003-0.05C) para estudiar los efectos de las velocidades de calentamiento en el comportamiento de la recristalización. Se calentaron las muestras a velocidades entre 50 y 1000°C/s a temperaturas máximas en el rango de 600 a 800°C. Descubrieron que un aumento en la velocidad de calentamiento eleva tanto la temperatura inicial como la final de la recristalización. El rango de temperaturas donde ocurre la recristalización en la Figura 5.19 (b) se extiende aproximadamente entre los 650 y los 950°C para las velocidades más bajas y más altas de calentamiento. Debido a que el material fue deformado con una reducción del 63%, es consistente que la temperatura de inicio sea menor a los 750°C para un material deformado al 50% informado en [128].

Por otro lado, en la Figura 5.19 se puede observar que a partir de una velocidad de 10°C/s, comienza a manifestarse la transformación de reversión de la martensita mediante el mecanismo de corte. Como se mencionó anteriormente, este tipo de transformaciones no dependen de la velocidad de calentamiento, es decir, no aumentan significativamente la temperatura de inicio de la transformación con la velocidad, aunque sí puede aumentar ligeramente la temperatura de finalización. Esto último también ha sido reportado en [66]. Además, como se dijo en la sección 2.5 de esta tesis, la reversión por corte suele ocurrir en un rango de temperatura mucho más estrecho que la reversión por difusión. Todas estas características indican que la primera etapa observada en la Figura 5.19 (b) podría corresponderse a un proceso de reversión por corte.

Por último, a partir de 50 °C/s se observa una dilatación en la curva en el rango de temperaturas de 550 a 600°C que aumenta ligeramente con la velocidad de calentamiento. Dicha dilatación parece presentar cierto comportamiento de corte, ya que su temperatura de inicio no varía significativamente con la velocidad de calentamiento. Esta expansión de volumen puede deberse a la formación atérmica de martensita y no existe una explicación consensuada para este fenómeno. En [129], se realizó un estudio del acero inoxidable austenítico 204Cu, el cual fue deformado en frío y tratado térmicamente hasta 1000°C a velocidades de calentamiento comprendidas entre 5 y 150°C/s; también se realizaron calentamientos isotérmicos entre 450 y 620°C con duraciones comprendidas entre 0.1 y 600 s. Los resultados demostraron que existen zonas de expansión de volumen en las curvas de calentamiento continuo alrededor de 550°C que pueden ser explicadas por la formación atérmica de martensita. En [130], los autores postularon que el aumento de la fase α' a una temperatura de 400°C en un acero AISI 304 se debía a la nucleación de nuevas partículas con una orientación diferente, en lugar del crecimiento de las partículas de α' existentes. En [59] Guy et al. atribuyeron el aumento de la

fase martensítica al crecimiento de los listones de martensita- α' existentes. Esto era posible debido a que el calentamiento conduce a mecanismos de recuperación, tales como la eliminación y/o reordenamiento de defectos puntuales, dislocaciones y fallas de apilamiento, que a su vez provocan un alivio de la tensión residual alrededor de los listones de martensita, lo que puede ocasionar su crecimiento posterior. Otra explicación propuesta en [131] es que el aumento de la fase α' en el AISI 304 se debía a la precipitación de carburos que aumentaban localmente la temperatura M_s y, por lo tanto, promovían la formación adicional de α' . Esto también fue refutado en [59] ya que no encontraron carburos formados en el rango de 300 a 400°C.

5.5.1.1.2 Análisis de las temperaturas de transformación

5.5.1.1.2.1 Método del offset

Es importante recordar, sección 4.6.5.1, que este método no es el adecuado cuando se superponen dos o más transformaciones, ya que no habrá una región posible en donde trazar las rectas de ajuste y se puede perder información importante sobre el inicio y el final de las transformaciones. En las Figuras 5.20 y 5.21, se muestran los resultados obtenidos para determinar las temperaturas de transformación de la reversión por difusión del AISI 347 calentado a una velocidad de 2°C/s.

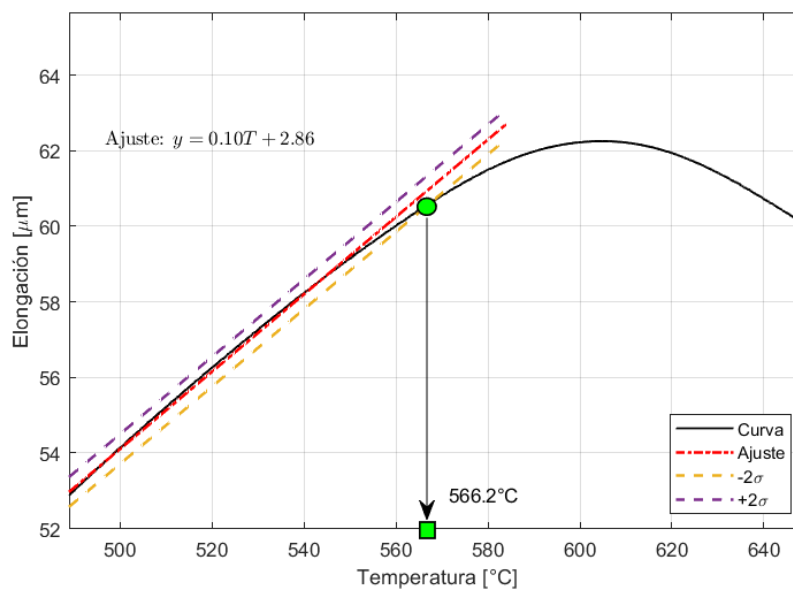


Figura 5.20. Determinación de la temperatura de inicio de la reversión por difusión según el método del offset.

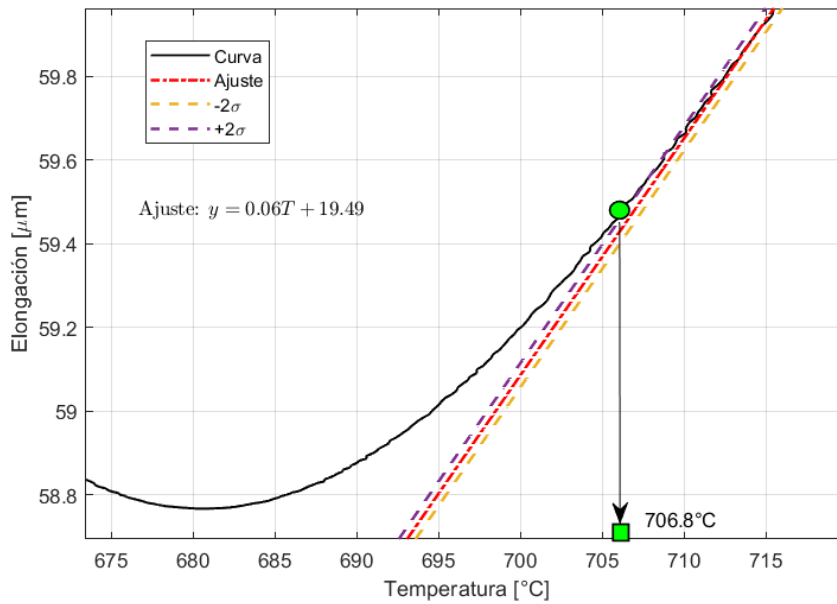


Figura 5.21. Determinación de la temperatura de finalización de la reversión por difusión según el método del offset.

Como se puede observar de las Figuras 5.20 y 5.21, para una velocidad de calentamiento de 2°C/s, las temperaturas de transformación de la reversión de la martensita por el mecanismo de difusión comienza en 566°C y finaliza en 706°C. Por otro lado, no se ha podido calcular la temperatura de inicio del proceso de recristalización ya que existe una superposición entre el comienzo de esta y la transformación de reversión por difusión.

A continuación, en la Tabla 5.11 se presentan los valores de las temperaturas de transformación para el resto de las velocidades de calentamiento calculadas por este método. Las nomenclaturas utilizadas en esta tabla y en las posteriores a lo largo de este trabajo, son las siguientes: A_S' y A_F' : temperaturas de inicio y finalización de la reversión por corte; A_S y A_F : temperaturas de inicio y finalización de la reversión por difusión; R_S y R_F : temperaturas de inicio y finalización del proceso de recristalización; AMF_S y AMF_F : temperaturas de inicio y finalización del proceso de formación atérmica de martensita (Athermal Martensite Formation, AMF , en inglés).

De la Tabla 5.11 se observa que se produce un aumento en las temperaturas A_S y A_F , correspondientes a la reversión por el mecanismo de difusión; así como también ocurre para las temperaturas de R_F del proceso de recristalización. Este comportamiento es consistente con la bibliografía citada anteriormente. Por otro lado, la temperatura A_S' se mantiene aproximadamente constante entre las velocidades de 10 y 50°C/s con un ligero aumento en la velocidad de 100°C/s. Al igual que ocurre con R_S , no se ha logrado obtener información respecto a la temperatura final del proceso de formación atérmica de martensita debido a la

superposición entre esta y el comienzo de la transformación de reversión por difusión. Sin embargo, se ha podido calcular su temperatura de inicio a partir de una velocidad de calentamiento de 50°C/s, mostrando que se mantiene relativamente constante con la velocidad de calentamiento.

Tabla 5.11. Temperaturas de transformación según el Método Offset.

Temperatura	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	540.8°C ± 5.1°C	539.1°C ± 4.3°C	540.6°C ± 7.8°C
A_F'	-	574.9 ± 6.7°C	560.1°C ± 8.2°C	572.3°C ± 8.8°C
A_S	560.9°C ± 5.2°C	606.1 ± 6.6°C	648.5°C ± 7.4°C	668.9 ± 7.6°C
A_F	702.5°C ± 7.5°C	736.3 ± 8.7°C	774.4°C ± 8.3°C	803.8°C ± 10.8°C
R_S	-	-	-	893.3°C ± 10.1°C
R_F	855,3°C ± 5.2°C	895.3°C ± 7.3°C	928.1°C ± 7.3°C	931.8°C ± 9.5°C
AMF_S	-	-	573.2°C ± 4.5°C	578.3°C ± 10.1°C
AMF_F	-	-	-	-

5.5.1.1.2.2 Método del ajuste de picos

Para poder obtener las temperaturas de transformación en los casos en donde las contracciones de las curvas dilatométricas estén superpuestas entre sí, es necesario recurrir a los métodos de deconvolución de picos explicado en la Sección 4.4.6.3. Para lograr esta separación, se utilizó el software Fityk que permitió ajustar los picos de la derivada de las curvas mediante el uso de una función gaussiana asimétrica. Este método permitió observar la contribución de cada transformación al comportamiento general de la curva, lo que ayuda a comprender mejor la evolución microestructural del material. A continuación, se presentan los ajustes realizados en el acero AISI 347 para las velocidades de 2 y 10°C/s.

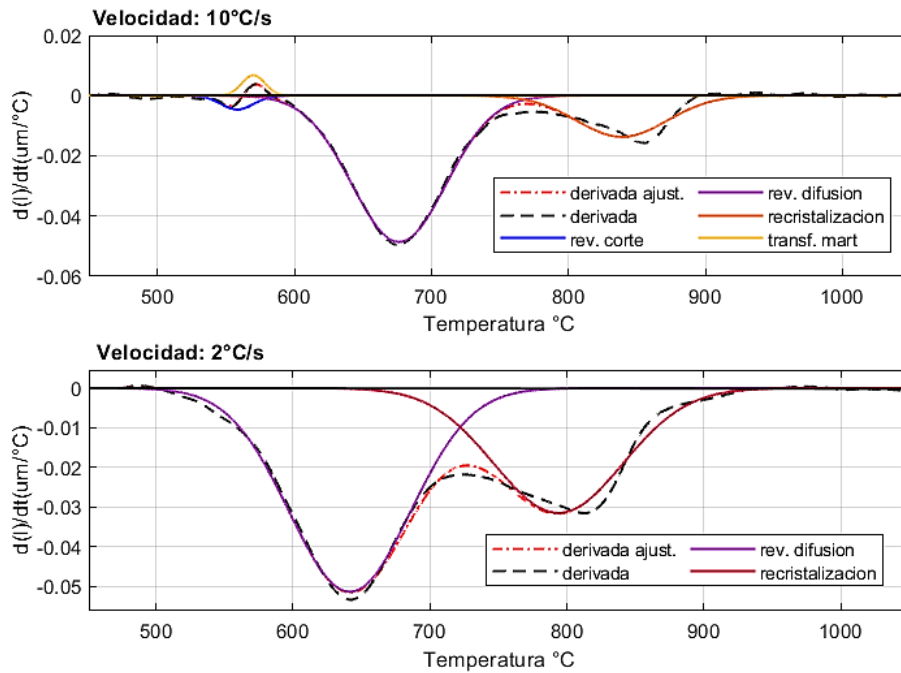


Figura 5.22. Ajuste de los picos de transformación utilizando el software Fityk para 2 y 10°C/s.

Se puede observar que para la velocidad de calentamiento de 2°C/s las transformaciones presentan una superposición entre los 651 y 776°C, aproximadamente. De esta manera, se puede estudiar con mayor precisión la temperatura de inicio y finalización de cada una de ellas. En este caso, para una velocidad de calentamiento baja, durante el proceso de recristalización, parte de la MID aún continúa transformándose en austenita. Además, en el gráfico se puede observar que la reversión por corte comienza a aparecer a partir de una velocidad de calentamiento de 10°C/s. Esto también ha sido observado en [66], en el cual se demostró que la reversión por el mecanismo de corte también comienza a separarse de la reversión por difusión a partir de la misma velocidad de calentamiento.

A continuación, en la Figura 5.23 se presenta la curva ajustada para una velocidad de calentamiento de 10 °C/s en donde se indican los puntos de inicio y finalización de la transformación.

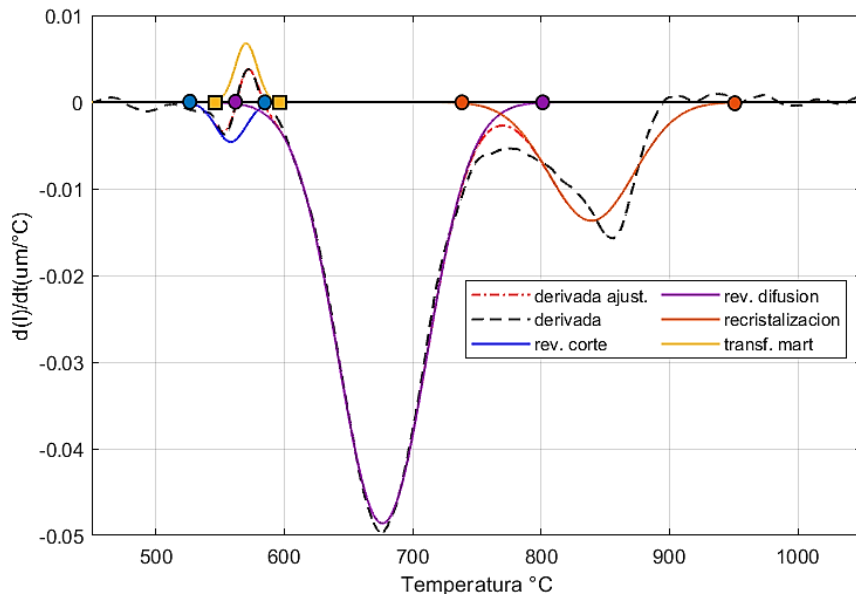


Figura 5.23. Determinación de las temperaturas de transformación para el acero ensayado a $10^\circ\text{C}/\text{s}$.

De la Figura 5.23 se observa que la transformación por el mecanismo de corte finaliza en 597°C , mientras que la del mecanismo de difusión comienza en 567°C , aproximadamente, generando que ambas transformaciones convivan en un intervalo de 30°C . Este fenómeno ha sido observado en otras investigaciones. En [132], estudiaron los tamaños de granos presentes en un acero inoxidable austenítico AISI 301LN ($18\text{Cr}-7\text{Ni}$) laminado a baja temperatura hasta alcanzar un 60% de reducción. Luego de calentar el acero hasta una serie de temperaturas comprendidas entre 700 y 1050°C a una velocidad de $200^\circ\text{C}/\text{s}$, notaron la presencia de granos austeníticos de bajo ángulo y concluyeron que estos granos habían sido formados durante el proceso de reversión por corte junto con los granos de austenita ultrafinos formados en el proceso de reversión por difusión. En [66] también ocurren superposiciones entre estos dos tipos de mecanismos que se separan a medida que aumenta la velocidad de calentamiento. Por otro lado, en [133] informaron que en un acero $11\text{Cr}-9\text{Ni}-7\text{Mn}$ calentado a 1000°C a una serie de velocidades comprendidas entre $0,5$ y $100^\circ\text{C}/\text{s}$, ambos mecanismos de reversión ocurrían secuencialmente.

Es importante destacar que el análisis mediante la deconvolución de picos resulta en una herramienta importante para comprender el fenómeno de la superposición de las transformaciones y conocer sus temperaturas. Si bien es necesario, como se dijo anteriormente, corroborar los valores de temperaturas calculados mediante otras técnicas de caracterización (como el uso de un método metalográfico), sirve como una buena aproximación para

comprender el alcance de cada una de las transformaciones que tienen lugar en el material a medida que se calienta.

Después de analizar todas las curvas dilatométricas obtenidas a distintas velocidades de calentamiento, se construyó un diagrama de reversión-temperatura-tiempo (diagrama RTT) del acero estudiado. Este diagrama, presentado en la Figura 5.24, muestra el rango de temperaturas en el que se producen cada una de las transformaciones en función de la velocidad de calentamiento.

La Etapa 1 (ET1) corresponde a la transformación por el mecanismo de corte donde se observa que tanto la temperatura de inicio como la de finalización de la transformación se mantienen constantes a medida que aumenta la velocidad de calentamiento. Además, se observa que esta etapa se inicia a partir de una velocidad de 10°C/s .

La Etapa 2 (ET2) corresponde al mecanismo de reversión por difusión. Se puede apreciar que las temperaturas de inicio y finalización de la transformación aumentan a medida que se incrementa la velocidad de calentamiento. Además, a partir de una velocidad de 50°C/s , se observa una separación total entre la Etapa 2 y la Etapa 1.

La Etapa 3 (ET3) corresponde al proceso de formación atérmica de la martensita debido a la relajación de las tensiones alrededor de los listones martensíticos, provocando el crecimiento de esta fase. Se observa que este proceso comienza a una temperatura muy cercana a la de la reversión por corte y, al igual que esta última, sus temperaturas de inicio y finalización no parecen depender de la velocidad de calentamiento. Aunque la aparición de este proceso se observa en la literatura, su comportamiento con respecto a la velocidad de calentamiento no ha sido estudiado en profundidad.

Finalmente, la Etapa denominada R_x corresponde al proceso de recristalización. Se puede observar cómo tanto la temperatura de inicio como la de finalización de este proceso aumentan con la velocidad de calentamiento. Además, el rango de temperatura se acorta con el incremento de dicha velocidad. Estos resultados también concuerdan con trabajos anteriormente mencionados sobre el tema.

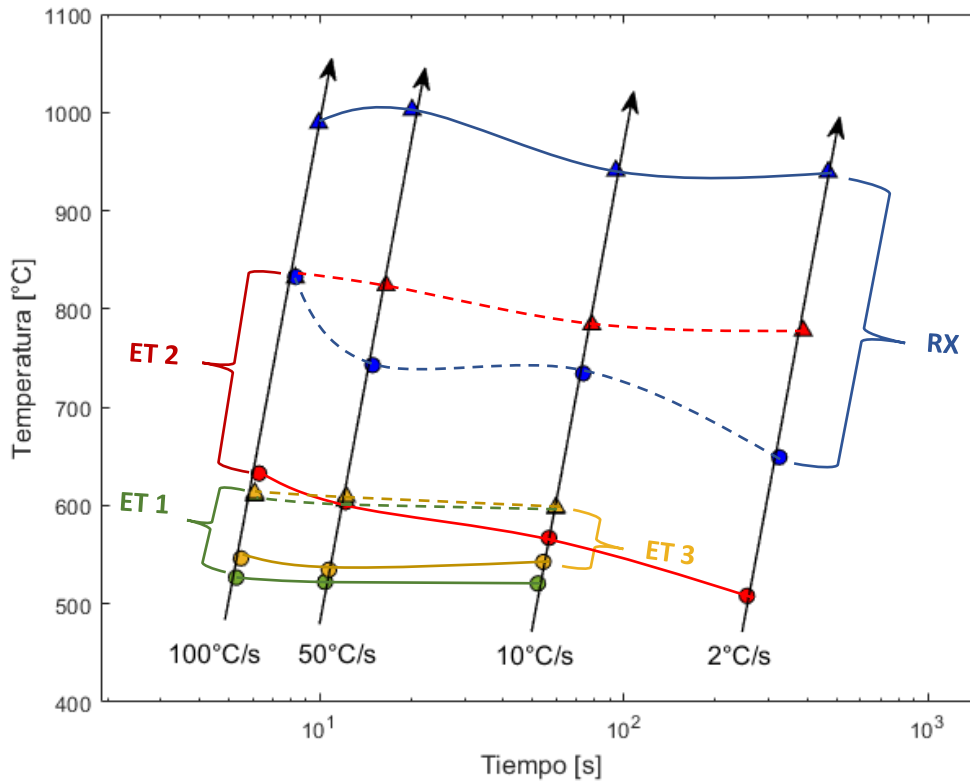


Figura 5.24. Gráfico de reversión-temperatura-tiempo para el acero AISI 347 laminado

Por último, en la siguiente tabla se detallan los valores de temperatura calculados para cada velocidad de calentamiento del gráfico anterior.

Tabla 5.12. Temperaturas de transformación según el Método de Ajuste de Picos.

Temperatura	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	520.7°C ± 3.5°C	522.2°C ± 2.1°C	526.7°C ± 3.9°C
A_F'	-	597.1°C ± 3.6°C	604.7°C ± 3.9°C	610.1°C ± 3.9°C
A_S	508.1°C ± 3.9°C	567.1°C ± 2.1°C	603.4°C ± 4.7°C	632.7°C ± 3.7°C
A_F	777.9°C ± 4.6°C	784.1°C ± 2.8°C	824.1°C ± 5.9°C	831.8°C ± 3.3°C
R_S	649.1°C ± 4.2°C	734.5°C ± 3.1°C	742.8°C ± 3.3°C	832.8°C ± 3.8°C
R_F	939.3°C ± 4.8°C	940.8°C ± 3.1°C	1002.6°C ± 3.9°C	989.2°C ± 3.5°C
AMF_S	-	542.6°C ± 2.5°C	534,7°C ± 3.8°C	546.2°C ± 3.1°C
AMF_F	-	598.3°C ± 2.5°C	609.1°C ± 3.2°C	612.6°C ± 3.1°C

Como muestra la Tabla 5.12, con este método, se han podido calcular las temperaturas de finalización tanto de la recristalización (R_F) como del proceso de formación atérmica de martensita (AMF_F). Por un lado, se observan que las tendencias de los valores de temperaturas son las mismas que en el caso del Método del Offset. Sin embargo, mediante el método de ajuste

de picos queda en evidencia la existencia de un comportamiento de corte en el proceso de formación atérmica de martensita, ya que tanto la temperatura de inicio como la de finalización del mismo se mantienen casi constantes con el aumento en la velocidad de calentamiento. Este comportamiento no se había identificado previamente utilizando el Método del Offset, ya que solo proporcionaba información sobre la temperatura de inicio del proceso (AMF_I) y no ofrecía datos sobre la temperatura final. Estas diferencias pueden explicarse por la mayor información que provee el método de ajuste de picos asociadas a transformaciones que se encuentran superpuestas. En el caso del Método del Offset, es limitada la capacidad para identificar el comienzo y/o final de transformaciones en esas condiciones, por lo que la determinación de sus temperaturas puede conducir a errores y/o desviaciones significativas en las mismas.

5.5.1.1.2.3 Método de la segunda derivada

Como se ha explicado en secciones previas, el método de la segunda derivada es más eficiente para determinar las temperaturas de transformación en situaciones donde una transformación comienza inmediatamente después de que otra haya finalizado. En la Figura 5.25 se identifican los puntos en donde la segunda derivada es cero, indicando el comienzo y finalización de la transformación del acero AISI 347 para una velocidad de calentamiento de 2°C/s .

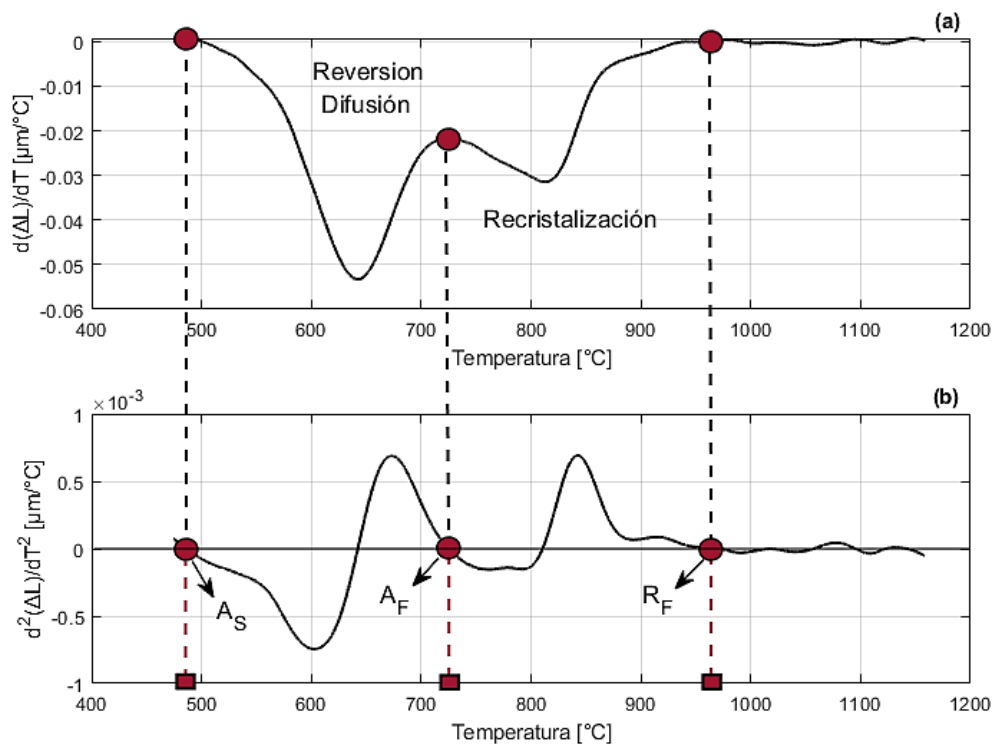


Figura 5.25. Método de la segunda derivada para una velocidad de calentamiento de 2°C/s .

De la Figura 5.25, se estiman las temperaturas de inicio (A_S) y final (A_F) de la reversión por difusión alrededor de 490°C y 720°C, respectivamente. Por otro lado, en el proceso de recristalización se pudo determinar únicamente la temperatura final, la cual resulto ser de 945°C, aproximadamente. Finalmente, en la Tabla 5.13 se muestran los valores de todas las temperaturas de cada transformación para las velocidades de calentamiento utilizadas.

Tabla 5.13. Temperaturas de transformación según el método de la segunda derivada.

Temperatura	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	534.8°C ± 6.1°C	535.1°C ± 5.8°C	530.2°C ± 4.3°C
A_F'	-	-	573.7°C ± 4.6°C	578.9°C ± 3.1°C
A_S	491.2°C ± 5.1°C	572.7°C ± 6.6°C	603.6°C ± 7.3°C	631.9°C ± 5.9°C
A_F	723.7°C ± 4.1°C	778.3°C ± 4.2°C	806.6°C ± 4.6°C	817.3°C ± 6.2°C
R_S	-	-	-	836.5°C ± 9.2°C
R_F	946.3°C ± 8.7°C	954.9°C ± 6.8°C	973.5°C ± 6.7°C	985.5°C ± 6.5°C
AMF_S	-	552.4°C ± 2.3°C	556.4°C ± 2.8°C	561.1°C ± 2.5°C
AMF_F	-	-	-	-

La Tabla 5.13 muestra que este método no identifica las superposiciones entre la reversión por difusión y la recristalización, ya que no permite determinar la temperatura R_I , a diferencia del Método de Ajuste de Picos. Por otro lado, se observa que las temperaturas A_S , A_F y R_F aumentan con la velocidad de calentamiento, mientras que las temperaturas asociadas a la reversión por corte se mantienen relativamente constantes con la velocidad. Además, también se detecta el comportamiento de corte del proceso de la formación atérmica de martensita, como fue identificado en el método de ajuste de picos.

5.5.1.1.2.4 Comparación de métodos

En relación a los valores de temperatura proporcionados por cada método, se observó que los tres difieren entre sí en algunos aspectos. En la Figura 5.26 se presenta una comparación de las temperaturas iniciales y finales de las transformaciones experimentadas por el acero durante el calentamiento continuo, calculadas por cada método.

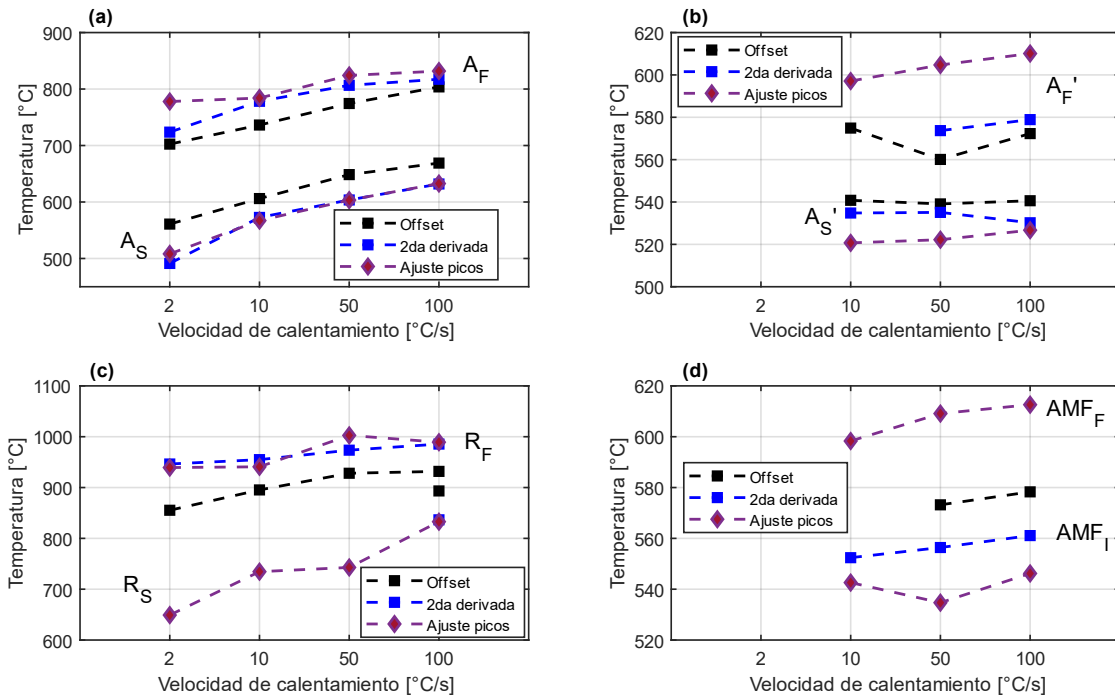


Figura 5.26. Comparación de valores de temperatura. (a): reversión por difusión, (b): reversión por corte, (c): recristalización, (d): formación atérmica de martensita.

En la Figura 5.26, se puede observar que los métodos de la segunda derivada y del ajuste de picos muestran valores similares para las temperaturas de inicio y finalización de la reversión por difusión, Figura 5.26(a). De las figuras anteriores, se sabe que esta transformación provoca la mayor contracción en la curva dilatométrica, lo que resulta en un pico más pronunciado en su derivada correspondiente y una mejor identificación de los puntos de inflexión en la segunda derivada. Esto mismo ocurre en el pico asociado al proceso de recristalización, Figura 5.26(b).

Por otro lado, de las Figuras 5.26(b) y 5.26(d), se observa que los tres métodos difieren en los valores de temperatura correspondientes a la temperatura final de la reversión por corte y a la temperatura inicial del proceso de formación atérmica de martensita. Esto es comprensible, ya que la contracción y la dilatación de la curva provocada por estas transformaciones, fueron leves y por lo tanto difíciles de identificar mediante los métodos del offset y de la segunda derivada.

5.5.1.2 Acero AISI 316L

5.5.1.2.1 Análisis de las curvas dilatométricas

En la Figura 5.27 se pueden observar los gráficos correspondientes al cambio de longitud de la muestra en función de la temperatura del acero AISI 316L para cada velocidad de calentamiento utilizada.

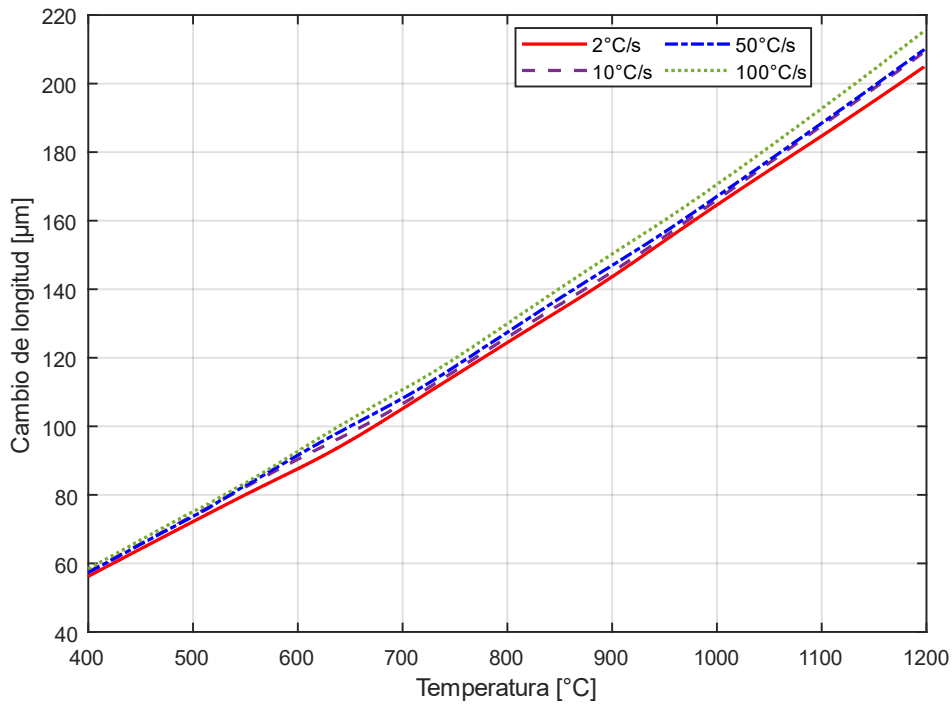


Figura 5.27. Cambio de longitud para cada velocidad de calentamiento.

Como se puede observar, los cambios en la curva dilatométrica son muy leves, en parte debido a la poca cantidad de martensita que se forma durante la deformación en este tipo de acero. Este hecho ha sido confirmado por los resultados obtenidos mediante las mediciones realizadas con el ferritoscopio en la Sección 5.2 y mediante el cálculo de la temperatura $M_d(30/50)$ expresado en la Tabla 3.4 de la Sección 3.2. A partir de una velocidad de calentamiento de 2 $^{\circ}\text{C/s}$, se puede observar una contracción en la curva alrededor de los 500 $^{\circ}\text{C}$. Este cambio resulta menos evidente para el resto de las curvas y se desplaza hacia temperaturas mayores a medida que aumenta la velocidad de calentamiento.

Al igual que en el caso del acero AISI 347, el uso de la primera derivada de la curva dilatométrica permite una mejor identificación de las etapas de transformación que experimenta el material, tal como se muestra en la Figura 5.28.

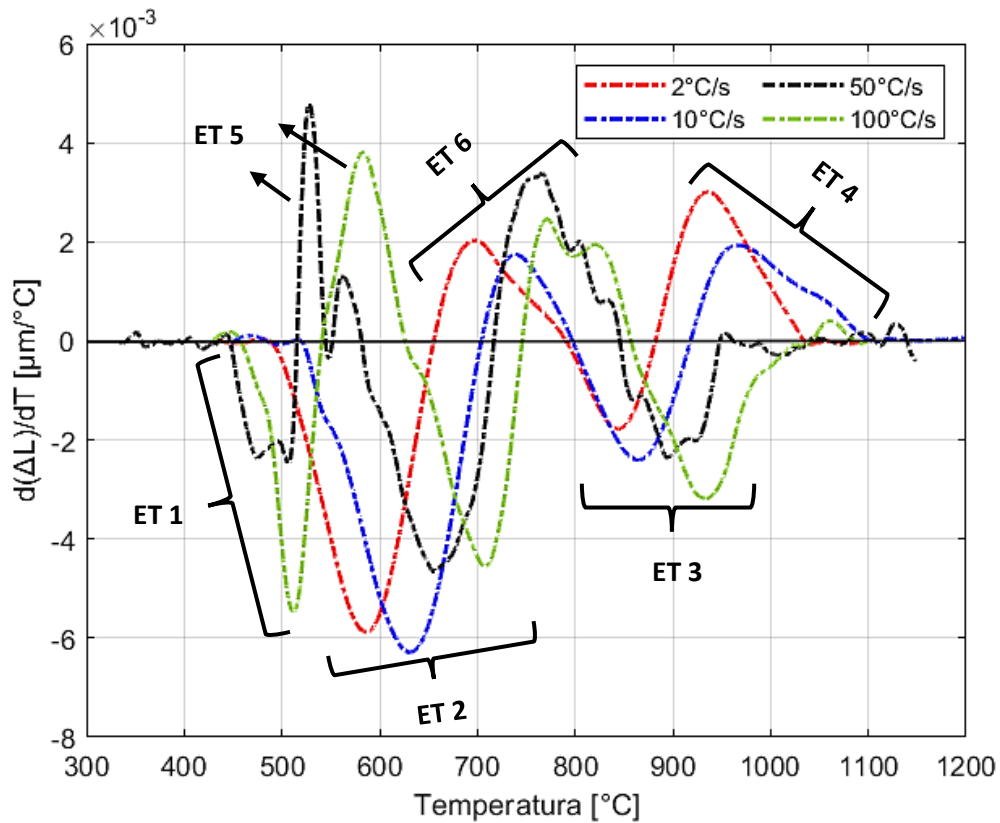


Figura 5.28. Derivada de las curvas dilatométricas.

De la Figura 5.28 se puede observar que para cada velocidad de calentamiento hay diversas transformaciones que se reflejan en picos positivos y negativos en la derivada de la curva dilatométrica. En relación a los procesos de reversión en los aceros AISI 316L, existen diversas investigaciones que se han centrado, en su mayoría, en calentamientos isotérmicos.

En un estudio realizado en [134], se analizó la reversión del acero AISI 316 (17Cr-10.4Ni-2Mo) laminado con una reducción del 70%. Se identificaron las etapas de reversión de la martensita, recristalización y crecimiento de grano para calentamientos isotérmicos a temperaturas de 750°C y 1000°C. Los resultados mostraron que la reversión de la fase martensítica se completó después de mantener la temperatura a 1000°C durante 1 min. Del mismo modo, se observó que la reversión también había finalizado por completo en la muestra calentada a 750° pero manteniendo esta temperatura durante 45 minutos, lo que resultó en una estructura completamente austenítica. Sin embargo, en este segundo caso, no se encontraron pruebas de un proceso de recristalización y crecimiento de grano a temperaturas más bajas. Según los autores, esto puede ser atribuido a: la lenta difusión de los átomos a esa temperatura, la baja movilidad de los bordes de grano de alto ángulo y a la alta presencia de molibdeno en la aleación. En [135] utilizaron el mismo tipo de acero que en [134] para investigar los procesos de reversión y recristalización del material mediante una serie de calentamientos isotérmicos a

temperaturas de 850, 950 y 1050 °C durante 60 min. Los resultados mostraron que la reversión de la martensita se completaba al mantener una temperatura de 850°C durante 7.5 min. Sin embargo, para lograr la recristalización completa a la misma temperatura, se requirieron 30 min. Se observó que, a temperaturas de recocido más altas, la reversión de la martensita ocurría casi de manera instantánea. Sin embargo, para completar el proceso de recristalización, se requirieron 1.5 min a una temperatura de 950 °C y 1 min a la temperatura de 1050 °C. En [136] se realizó un ensayo de calentamiento continuo en un acero AISI 316L (17.3Cr-10.1Ni-2Mo) que había sido previamente deformado al 80% de reducción. Durante este ensayo, la temperatura se incrementó a una velocidad constante de 5 °C/min, abarcando un rango desde 500 hasta 1150 °C. Los autores encontraron que, mediante experimentos de difracción de rayos X las intensidades de los picos de difracción de la fase martensítica disminuyeron, mientras que las de la fase austenítica aumentaron, lo que indicó la reversión de la martensita a austenita. Para respaldar estas observaciones, utilizaron la fracción relativa de reversión basada en la forma $(F_0 - F_T/F_T)$, donde F_0 y F_T son la fracción de volumen inicial de martensita y la fracción de volumen de martensita a la temperatura T durante el calentamiento continuo, respectivamente. De esta manera, consideraron a la temperatura en la que la fracción relativa de reversión alcanzó el valor de 0.5 como la temperatura de reversión de calentamiento continuo (T_R). Los autores informaron que esta temperatura fue de 640 °C. En otro estudio realizado por los mismos autores [136], utilizando las mismas condiciones, se determinó que la temperatura final de reversión de la martensita fue de 800 °C y la recristalización de la austenita deformada ocurrió a los 900 °C. En [137], se investigó el comportamiento del AISI 316L (18.2Cr-11.4Ni-1.6Mo) después de ser deformado y recocido en un rango de temperaturas entre 600 y 850 °C, con tiempos de recocido que variaban de 60 a 1800 s. Los investigadores observaron que, a temperaturas de recocido más altas, la tasa de reversión de la martensita fue más rápida. En particular, para los tiempos de recocido comprendidos entre 60 y 1800 s, se alcanzó la máxima reversión a temperaturas superiores a 700 °C. Por último, en [22] se reportaron valores de A_S y A_F de 429 y 577 °C para una velocidad de calentamiento de 20 °C/min y de 447 y 600.8 °C para una velocidad de 40 °C/min, respectivamente.

De la Figura 5.28 se pueden identificar las siguientes etapas:

Etapas 1: Se corresponde a la reversión mediante el mecanismo de corte, la cual se encuentra presente en ensayos con velocidades de calentamiento altas. En esta etapa, se observa que la temperatura de inicio de la transformación no varía considerablemente con la velocidad de calentamiento, mientras que la temperatura de finalización sí lo hace. Por otra parte, también se puede observar que la transformación tiene lugar en un rango de

temperaturas estrecho. En este caso, la reversión por corte solo se presenta cuando la velocidad de calentamiento es igual o superior a 50 °C/s.

Etapa 2: Se corresponde a la reversión por el mecanismo de difusión ya que se encuentra dentro del rango de temperaturas reportado en trabajos previos como en [22]. Además, las temperaturas de inicio y final de la transformación aumentan con la velocidad de calentamiento, lo cual es una característica típica de este tipo de mecanismo de reversión.

Etapa 3: En esta etapa, se produce el proceso de recristalización del material. Se ubica por encima de las temperaturas de las etapas anteriores y su comportamiento es similar a la etapa 2, en el sentido de que las temperaturas de inicio y finalización del proceso aumentan con la velocidad de calentamiento. El incremento de R_S y R_F en este acero se puede atribuir al efecto del Mo en los bordes de grano, el cual se ve amplificado a medida que aumenta la velocidad de calentamiento. A mayor velocidad, el material tiene menos tiempo para permanecer a una temperatura constante, lo que debilita el efecto de anclaje del Mo en el movimiento de los bordes de grano. Esto se puede corresponder con la dependencia de la temperatura de la energía de interacción entre el M_O y los bordes de grano (U), basado en la relación $c \propto \exp(U/RT)$ [138,139] donde c es la concentración del elemento químico de la aleación en el borde de grano (en este caso Mo), R es la constante de los gases y T es la temperatura absoluta. Esta expresión predice que la concentración de los átomos de soluto (por ejemplo, M_O) en los bordes de grano disminuye con el aumento de la temperatura. Por lo tanto, se puede llegar a un punto en el que las impurezas segregadas ya no puedan seguir el ritmo de los bordes de grano, haciendo que estos puedan moverse libremente.

Etapa 4: Esta etapa puede estar relacionada con la disolución de los carburos de cromo que se forman antes de la reversión. Aunque normalmente la sustitución de carburos por austenita debería resultar en una contracción neta debido al menor volumen atómico de la austenita [140], en la práctica, la disolución de carburos ricos en C_r puede dar lugar a un aumento en los contenidos de soluto de C y C_r en la matriz, lo que incrementa el parámetro de red de la austenita y causa una expansión en la curva. De acuerdo con investigaciones previas [141], las temperaturas de disolución de los carburos $M_{23}C_6$ se encuentran entre los 900 y 1150 °C, dependiendo de la velocidad de calentamiento. En este caso, la dilatación ocurre en ese rango de temperaturas y a velocidades de calentamiento más bajas, de 2 a 10 °C/s. Por otro lado, se cree que esta transformación no ocurre a velocidades de calentamiento más altas, ya que el material no tendría suficiente tiempo para disolver los carburos [142].

Etapa 5: Esta etapa se refiere a la formación atérmica de martensita provocada por la eliminación y/o reordenamiento de defectos puntuales, al igual que ocurría en el acero AISI 347 de la Sección anterior. Según la Figura 5.28 se ubica entre las etapas correspondientes a la reversión por corte y por difusión de la martensita.

Etapa 6: Esta etapa presenta una transformación con un comportamiento difusional, es decir, las temperaturas de inicio y finalización aumentan con el incremento en la velocidad de calentamiento. Además, se observa un desglose del pico en las velocidades más altas, siendo más notable a una velocidad de 100°C/s. Este tipo de evento no ha sido informado en ningún trabajo previo, por lo que podría deberse a la precipitación de algún carburo o a la formación de una nueva fase del material. Sin embargo, no estaría relacionada con las transformaciones de reversión de la martensita, ya que ocurre a temperaturas por encima de la reversión por el mecanismo de difusión.

5.5.1.2.2 Análisis de las temperaturas de transformación

5.5.1.2.2.1 Método del offset

Debido a que la curva dilatométrica presentó contracciones y expansiones muy pequeñas, como se vió en la Figura 5.27, no fue posible calcular las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones mediante este método.

5.5.1.2.2.2 Método del ajuste de picos

Haciendo uso del software Fityk, se procedió a ajustar los picos de la derivada de la transformación, a fin de determinar la contribución de cada una de ellas al comportamiento general del material durante el calentamiento. Los resultados para cada velocidad se presentan en la Figura 5.29. Se puede apreciar la superposición de picos en el rango de temperaturas de en el que se produce la transformación de reversión por corte y la formación de martensita, indicado en el grafico en un color celeste y violeta, respectivamente. Por otro lado, se observa que los procesos de reversión por corte y por difusión se separan y actúan en su propio rango de temperaturas. No es observa la disolución de los carburos de cromo a esta velocidad de calentamiento.

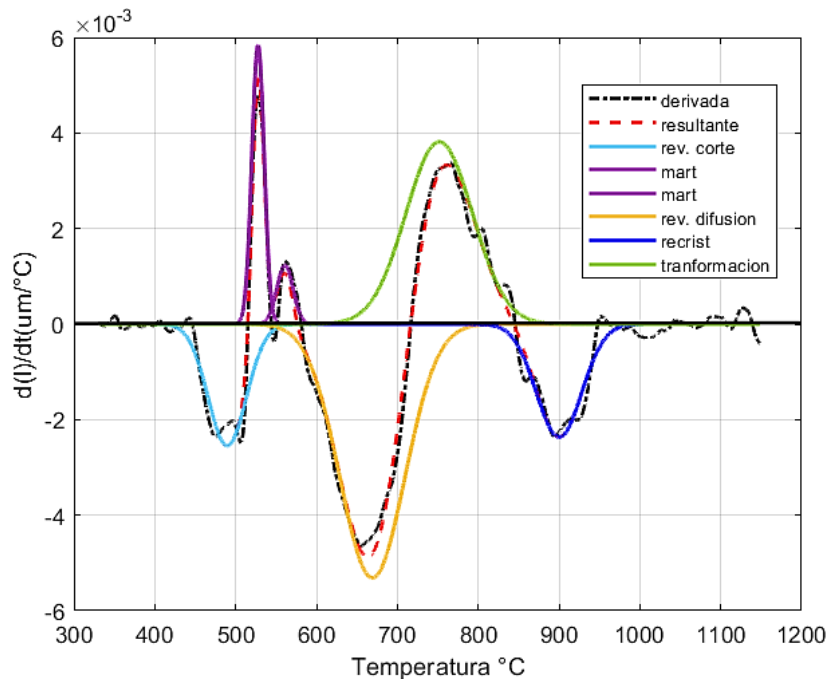


Figura 5.29. Ajuste de picos de la curva ensayada a 50°C/s

Por último, en la Figura 5.30, se presenta el diagrama de reversión-temperatura-tiempo del acero AISI 316L. Se observa que la reversión por el mecanismo de corte y la etapa correspondiente a la formación atérmica de martensita se presentan a partir de una velocidad de calentamiento de 50°C/s. Por otro lado, las temperaturas de inicio y finalización de la reversión por difusión y del proceso de recristalización aumentan con la velocidad de calentamiento y no se superponen para ninguna velocidad. Se observa una pequeña superposición entre la reversión por corte y por difusión a una velocidad de 50°C/s. A medida que aumenta la velocidad de calentamiento, este comportamiento no ocurre. A velocidades menores a los 50°C/s no hay evidencia de una transformación de reversión por corte. Finalmente, la etapa de reversión por el mecanismo de difusión también se superpone con el proceso de formación atérmica de martensita. Se espera que la cantidad de martensita generada en este proceso se transforme en austenita mediante este mecanismo.

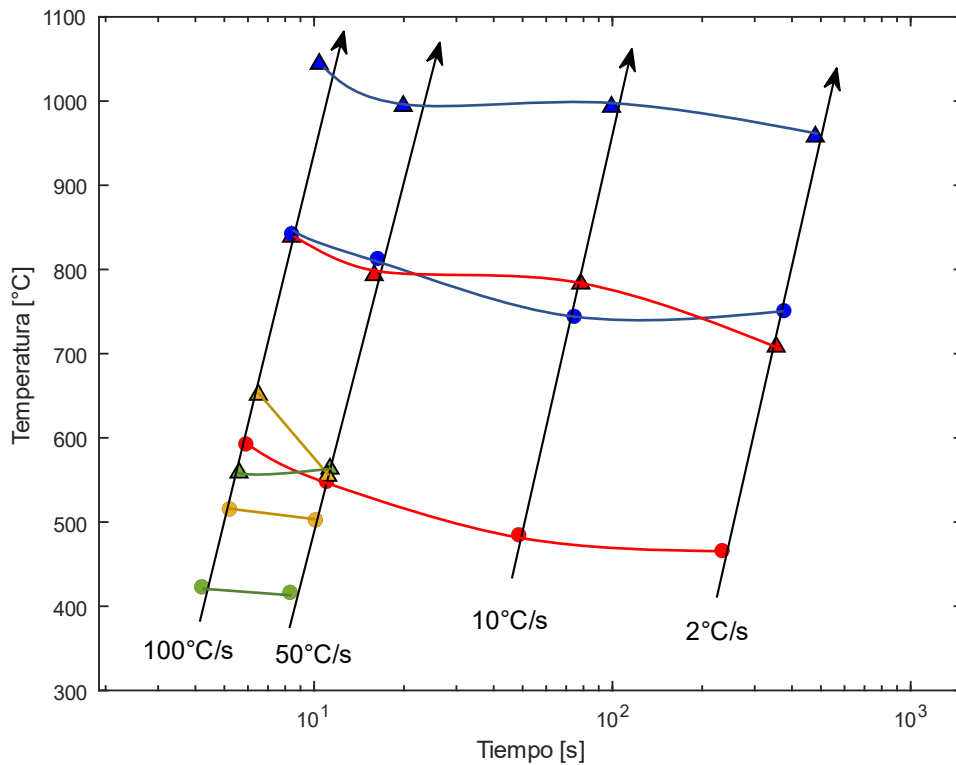


Figura 5.30. Gráfico de reversión-temperatura-tiempo para el acero AISI 316L laminado.

En la Tabla 5.14 se muestran los valores de todas las temperaturas de cada transformación para todas las velocidades de calentamiento utilizadas.

Tabla 5.14. Valores de temperaturas utilizando el Método del Ajuste de Picos.

Temperatura	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	-	416.5°C ± 7.1°C	423.1°C ± 5.1°C
A_F'	-	-	563.3°C ± 7.1°C	558.7°C ± 4.9°C
A_S	466.1°C ± 5.9°C	484.9°C ± 5.6°C	548.3°C ± 4.9°C	592.8°C ± 5.4°C
A_F	708.2°C ± 7.3°C	783.1°C ± 7.7°C	793.1°C ± 7.5°C	838.8°C ± 9.4°C
R_S	751.1°C ± 5.8°C	744.3°C ± 11.2°C	813.1°C ± 8.5°C	842.6°C ± 8.6°C
R_F	957.7°C ± 8.6°C	993.1°C ± 9.3°C	994.1°C ± 8.1°C	1044.1°C ± 6.8°C
AMF_S	-	-	502.6°C ± 1.8°C	515.6°C ± 6.7°C
AMF_F	-	-	554.9°C ± 4.9°C	651.1°C ± 6.8°C

Según los resultados presentados en la Tabla 5.14, no se han podido identificar las transformaciones de reversión por corte para las velocidades de calentamiento 2 y 10°C/s. Esto indica que, en el caso específico de estos aceros, se requiere una velocidad de calentamiento más elevada para que estas transformaciones se manifiesten. Nótese también que el proceso de formación atérmica de martensita tampoco ocurre para estas velocidades. Por otro lado, se

observa que las temperaturas de inicio y finalización de la reversión por difusión, 464.5 y 706.8 °C respectivamente, son mayores en comparación con los resultados reportados en [22] para el mismo material, aunque estas temperaturas se obtuvieron utilizando una velocidad de calentamiento máxima de 40 °C/min. Esta diferencia es comprensible dado que en los ensayos realizados en esta tesis se utilizaron velocidades de calentamiento a partir de 120 °C/min (equivalente a 2 °C/s) y, como se mencionó anteriormente, una característica típica de este tipo de transformaciones es que las temperaturas de inicio y finalización dependen de la velocidad de calentamiento. De acuerdo con los resultados obtenidos en [134], se ha observado que la reversión de la martensita finaliza después de un periodo de calentamiento constante de 45 minutos a una temperatura de 750 °C. En el caso de un calentamiento continuo, como se realiza en esta tesis, se ha observado que la temperatura final de la reversión por difusión se encuentra en un rango aproximado de 705 °C a 840 °C, cercano a la temperatura mencionada anteriormente. Además, en el trabajo anterior, los autores mencionan que a la temperatura constante de 750 °C no se detectan indicios del proceso de recristalización. En los resultados de la Tabla anterior se muestra que la temperatura inicial del proceso de recristalización comienza desde los 750 °C en adelante. Por otro lado, en [136] se reportó una temperatura de inicio de la reversión de la martensita de 640 °C. Este valor se encuentra dentro del rango de las temperaturas A_s y A_f mencionadas en la Tabla 5.14. Esto es comprensible, ya que el valor informado en [136] corresponde a la temperatura en la cual la fracción relativa de reversión alcanzó un valor de 0.5. Sin embargo, en ese mismo estudio se menciona que, para una velocidad de calentamiento de 5 °C/min, la temperatura final de la reversión de la fase martensítica ocurrió a los 800 °C. Este valor se encuentra por encima de los valores informados en esta tesis y en [22], especialmente porque en este trabajo se utilizan velocidades de calentamiento más altas que las empleadas en [136].

5.5.1.2.2.2 Método de la segunda derivada

Los valores de temperaturas calculados por la aplicación de este método se encuentran detallados en la Tabla 5.15. En la Figura 5.31 se muestra un ejemplo de aplicación del método para el caso de una velocidad de calentamiento de 10 °C/s donde se pueden observar las distintas temperaturas detectadas y sus correspondientes transformaciones. Como se puede ver, estas temperaturas quedan determinadas por el punto en el que la segunda derivada de la curva cruza el cero.

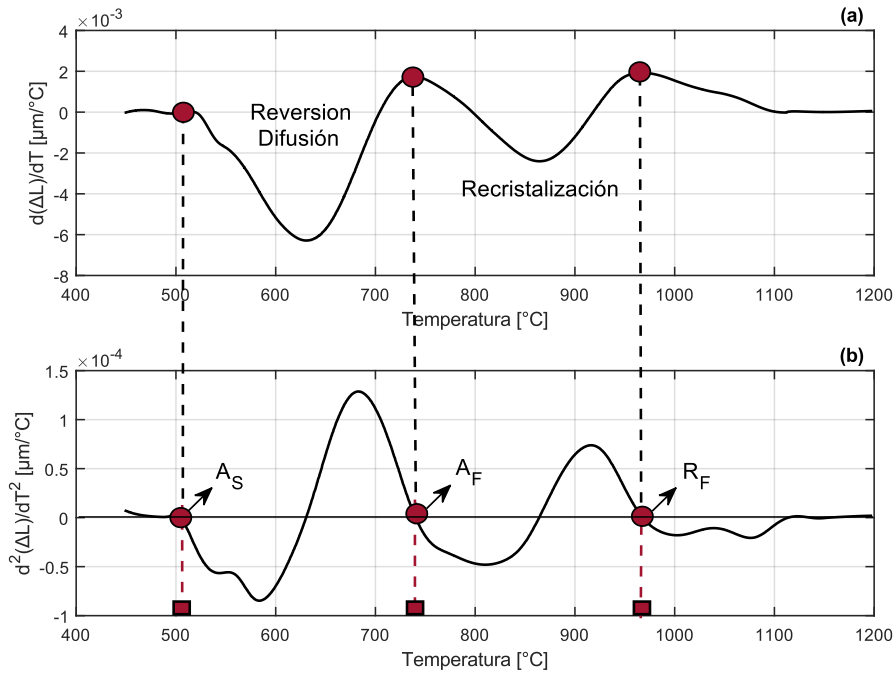


Figura 5.31. Método de la segunda derivada para una velocidad de calentamiento de 10°C/s.

Tabla 5.15. Valores de temperatura de transformación según el método de la segunda derivada.

Temperatura	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	-	432.3°C ± 5.5°C	434.8°C ± 4.9°C
A_F'	-	-	528.7°C ± 4.1°C	552.2°C ± 6.1°C
A_S	477.9°C ± 5.3°C	502.4°C ± 5.3°C	556.9°C ± 4.8°C	606.4°C ± 8.4°C
A_F	695.6°C ± 5.4°C	741.1°C ± 4.9°C	766.2°C ± 4.1°C	804.6°C ± 8.4°C
R_S	-	-	830.3°C ± 10.3°C	849.3°C ± 11.2°C
R_F	935.4°C ± 4.5°C	970.7°C ± 5.6°C	985.4°C ± 7.4°C	1028.5°C ± 7.1°C
AMF_S	-	-	493.4°C ± 8.7°C	511.7°C ± 4.2°C
AMF_F	-	-	544.2°C ± 5.4°C	603.4°C ± 5.3°C

Según los datos presentados en la Tabla 5.15, se logró calcular todas las temperaturas de las transformaciones, a excepción de R_S para las primeras dos velocidades de calentamiento. Esto se debe a que la temperatura inicial del proceso de recristalización se encuentra superpuesta con la temperatura final de la reversión por difusión, como también queda expresado en la Figura 5.31 mostrada anteriormente. Además, esta superposición también fue observada utilizando el método del ajuste de picos, mostrada en los valores de la Tabla 5.15.

5.5.1.2.2.3 Comparación de métodos

En la Figura 5.32 se presenta la comparación de cada temperatura inicial y final de las transformaciones calculadas por los dos métodos utilizados (Ajuste de picos y 2da derivada).

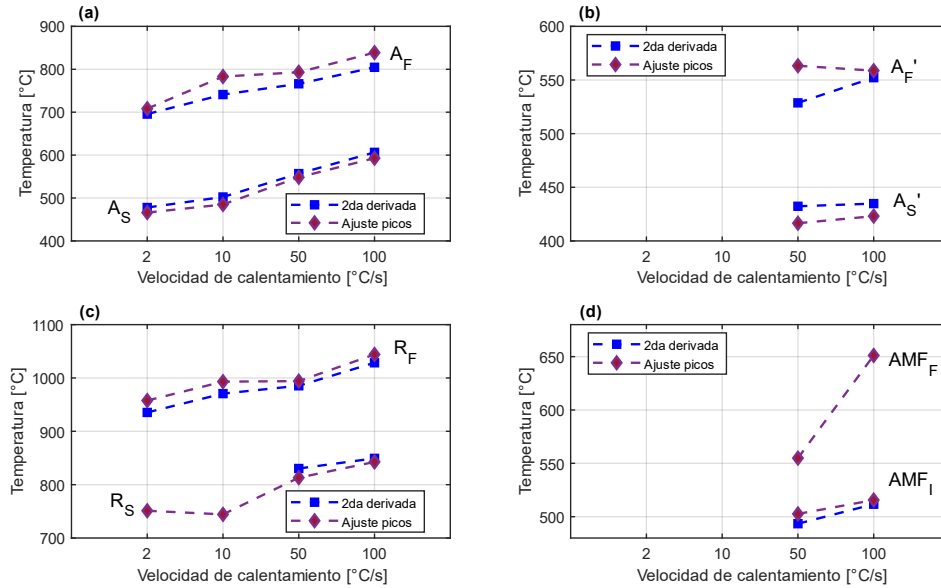


Figura 5.32. Comparación de valores de temperatura. (a): reversión por difusión, (b): reversión por corte, (c): recristalización, (d): formación atérmica de martensita.

Al analizar la Figura 5.32, se puede notar que ambos métodos presentan valores de temperaturas similares en la reversión por difusión, el proceso de recristalización y la temperatura inicial del proceso de formación atérmica de martensita. Por otro lado, se observan diferencias en las temperaturas A_S' y A_F' . En A_S' , en ambos métodos se observa que la temperatura no varía significativamente con la velocidad de calentamiento. Esto se repite para los A_F' calculados con el método del ajuste de picos, pero no se cumple utilizando el método de la segunda derivada, ya que se observa que dicha temperatura aumenta con la velocidad de calentamiento entre 50 y 100 °C/s. Por último, un comportamiento en común entre los métodos utilizados es que sus temperaturas son similares a medida que aumenta la velocidad de calentamiento. Este fenómeno puede explicarse considerando que, a mayor velocidad de calentamiento, las transformaciones que se producen en el acero ocurren a temperaturas más espaciadas entre ellas, mejorando las condiciones para la aplicación del método de la segunda derivada.

5.5.2 Muestras Traccionadas

5.5.2.1 Acero AcNb

5.5.2.1.1 Análisis de las curvas dilatométricas

En la Figura 5.33 se observa el cambio de longitud en función de la temperatura para cada velocidad de calentamiento de la muestra ensayada del acero AcNb traccionado. Debido a la similitud en la composición química con el AISI 347 laminado (excepto en el contenido de Nb), durante este apartado, los resultados del acero AcNb se compararán con los obtenidos para el acero AISI 347.

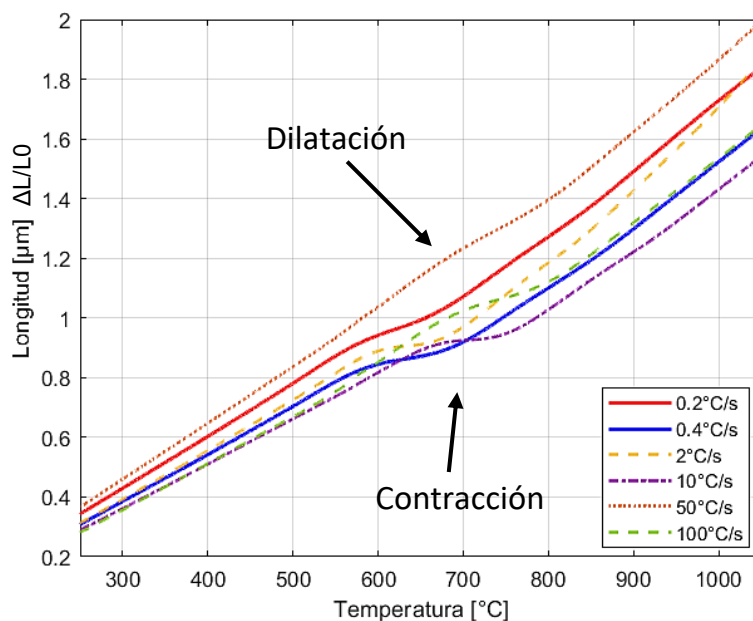


Figura 5.33. Longitud en función de la temperatura según la velocidad de calentamiento.

En la Figura 5.33 se pueden identificar zonas de contracción y dilatación presentes en las curvas dilatométricas. De la Figura 5.33 se observa que la dilatación resulta más evidente a altas velocidades de calentamiento. A modo de ejemplo, se han señalado en la Figura dos zonas distintas: una de dilatación en la curva correspondiente a una velocidad de calentamiento de 50 $^{\circ}\text{C/s}$ y una de contracción en la curva de 0.4 $^{\circ}\text{C/s}$. En la Figura 5.34 se muestra las derivadas de las curvas dilatométricas para cada velocidad de calentamiento, lo que confirma la presencia de diferentes etapas de transformación, tal como se observó en las muestras anteriores.

La etapa 1 corresponde a la transformación de reversión por el mecanismo de corte, en la cual se observa una contracción pequeña que se amplía en el gráfico para facilitar su visualización. Este cambio en la longitud de la muestra es apenas perceptible a partir de una velocidad de calentamiento 10 $^{\circ}\text{C/s}$, pero se hace más notable a medida que la velocidad de

calentamiento aumenta. Al igual que en los casos anteriores, esta transformación ocurre en un rango de temperatura estrecho y se mantiene relativamente constante con la velocidad de calentamiento.

La etapa 2 corresponde a la transformación de reversión por el mecanismo de difusión. En esta etapa se observa que el pico de transformación se desplaza hacia temperaturas más altas a medida que aumenta la velocidad de calentamiento.

La etapa 3 se refiere al proceso de recristalización de la austenita no transformada, cuyo comportamiento difiere de los aceros previamente estudiados. Inicialmente, no parece haber un cambio en las temperaturas de inicio y finalización del proceso al aumentar la velocidad de calentamiento hasta 2°C/s. Sin embargo, al superar esta velocidad, se produce un desplazamiento significativo del pico correspondiente a esta transformación, cumpliendo con la bibliografía mencionada anteriormente para estos aceros.

Por último, la etapa 4 está relacionada con la formación atérmica de martensita, la cual fue explicada anteriormente. En este tipo de acero, se han podido detectar estos picos a partir de velocidades de calentamiento superiores a 10°C/s.

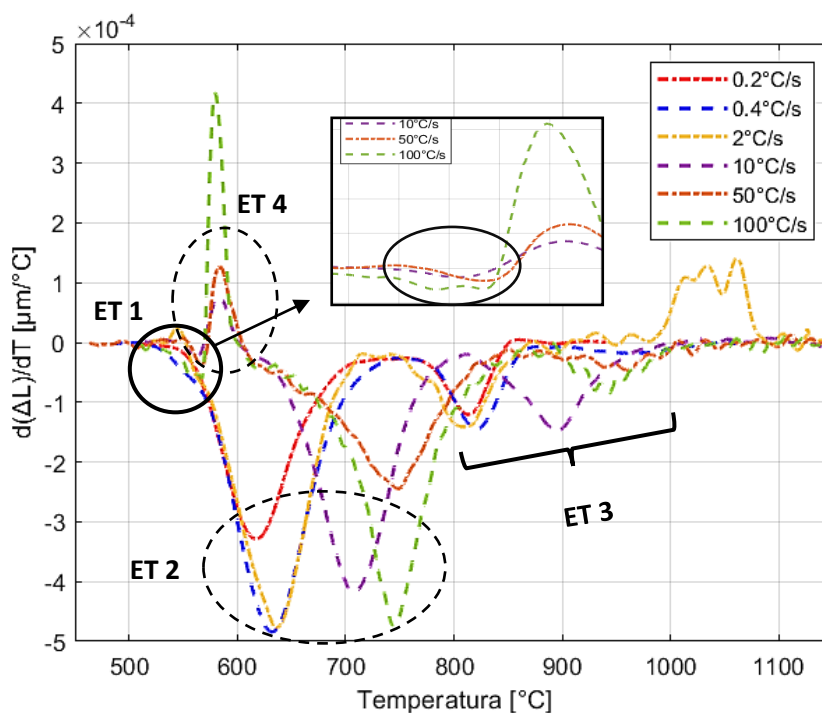


Figura 5.34. Derivadas de las curvas dilatométricas del acero AISI 347.

5.5.2.1.2 Temperaturas de transformación

5.5.2.1.2.1 Método del offset

Las temperaturas de transformación para cada velocidad de calentamiento se presentan en la Tabla 5.16. Se observan que existen temperaturas que no han podido ser calculadas utilizando este método. Por ejemplo, al emplear una velocidad de calentamiento de 10 °C/s, no se ha logrado distinguir entre la temperatura de finalización de la reversión por corte y la temperatura de inicio del proceso de formación atérmica de martensita, lo que impidió determinar con precisión estos valores. Por otro lado, a una velocidad de 100 °C/s, el proceso de recristalización provocó una contracción muy leve en la curva, la cual no permitió la detección de sus temperaturas de inicio y finalización mediante este método. Esto pone de manifiesto algunas limitaciones en la aplicación del Método del offset. En especial cuando las transformaciones se encuentran muy juntas, y cuando a velocidades de calentamiento altas, los cambios de longitud en el acero son tan pequeños que complican el cálculo de las temperaturas de transformación a partir de la curva dilatométrica.

Tabla 5.16. Temperaturas de transformación según el Método del offset.

T°	0,2°C/s	0,4°C/s	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	-	-	550.1°C ± 6.7°C	558.5°C ± 6.3°C	552.2°C ± 5.26°C
A_F'	-	-	-	-	-	574.4°C ± 13.2°C
A_S	568.9°C ± 4.5°C	574.2°C ± 4.1°C	580.3°C ± 3.4°C	618.4°C ± 9.2°C	657.4°C ± 20.3°C	678.6°C ± 8.7°C
A_F	699.5°C ± 10.2°C	718.3°C ± 5.4°C	720.1°C ± 12.2°C	790.8°C ± 6.5°C	842.5°C ± 19.2°C	848.7°C ± 8.9°C
R_S	788.6°C ± 10.7°C	794.5°C ± 6.4°C	797.8°C ± 9.3°C	867.7°C ± 12.9°C	949.1°C ± 9.2°C	-
R_F	852.1°C ± 8.9°C	865.2°C ± 8.2°C	876.5°C ± 11.5°C	944.1°C ± 10.6°C	985.1°C ± 13.7°C	-
AMF_S	-	-	-	-	-	593.6°C ± 6.1°C
AMF_F	-	-	-	-	-	-

Las temperaturas A_S y A_F calculadas mediante el Método del offset fueron significativamente mayores que las registradas en [22] a velocidades de calentamiento similares. Cabe destacar que, a diferencia de las muestras en [22], las muestras utilizadas en este apartado fueron deformadas mediante tracción. De hecho, comparando los resultados obtenidos en la Sección 5.4.1.1 para el mismo tipo de acero laminado, las temperaturas expresadas en la Tabla 5.16 resultaron mayores en comparación con la Tabla 5.11, como se muestra en la Figura 5.35.

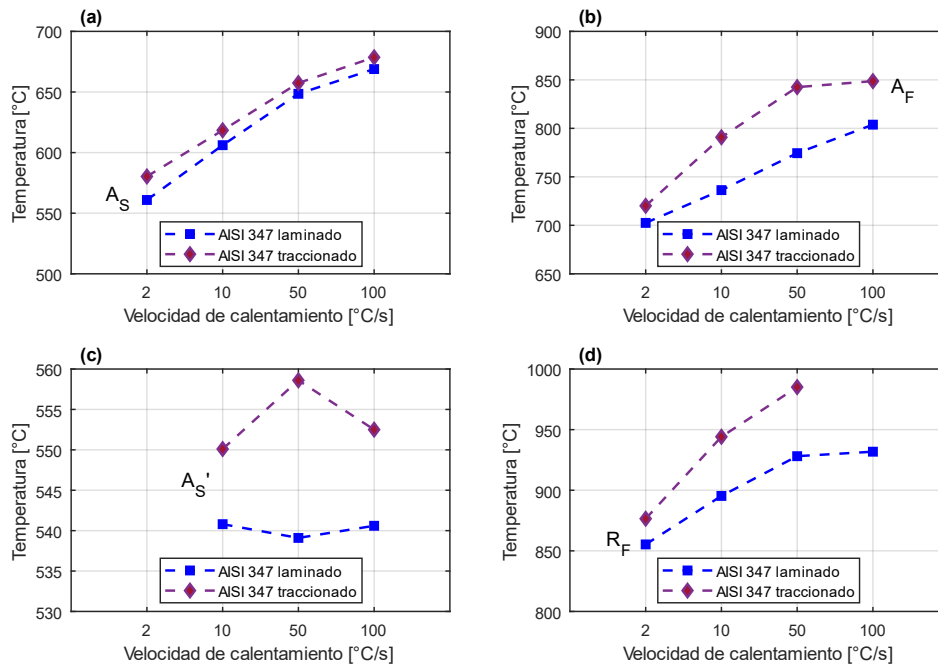


Figura 5.35. Comparación de temperaturas entre ambas condiciones de deformación del acero AISI 347: (a) A_S , (b) A_F , (c) A_S' y (d) R_F .

Como se observa en la Figura 5.35, existen diferencias en las temperaturas de transformación, calculadas mediante el método del offset, entre el acero AISI 347 laminado y el AcNb traccionado. En particular, la diferencia en las temperaturas de reversión de la martensita (Fig. 5.30(a,b,c)) puede atribuirse a la composición química de cada acero. Según las Tablas 3.1 y 3.3 del Capítulo 3, el acero laminado presenta concentraciones más altas de aleantes estabilizadores de austenita, como Ni , Mn y C , en comparación con el acero traccionado. Esto implica que la fase austenítica es más estable en el AISI 347 laminado, lo que puede estar asociado a una menor temperatura de transformación de la reversión de la martensita en comparación con el acero traccionado.

Es importante destacar que existen otros factores potenciales que podrían influir en estas diferencias. Por ejemplo, la densidad de dislocaciones en ambos aceros que podría actuar como sitios de nucleación de nueva fase austenítica. Además, el endurecimiento por deformación, que es un resultado de los distintos tipos de deformación, podría influir en el proceso de recristalización. Incluso la orientación de los granos, inducida por las diferentes deformaciones, podría tener un papel relevante en este fenómeno. Sin embargo, se necesitaría un estudio más exhaustivo para explorar y validar cada una de estas posibilidades con el fin de obtener una comprensión más completa y precisa de las diferencias observadas.

5.5.2.1.2.2 Método del ajuste de picos

Utilizando el ajuste explicado anteriormente, se obtuvieron los picos deconvolucionados de cada transformación para todas las velocidades de calentamiento. En la Figura 5.36 se muestra un ejemplo del ajuste para las velocidades de calentamiento de 0.4, 10 y 100 °C/s.

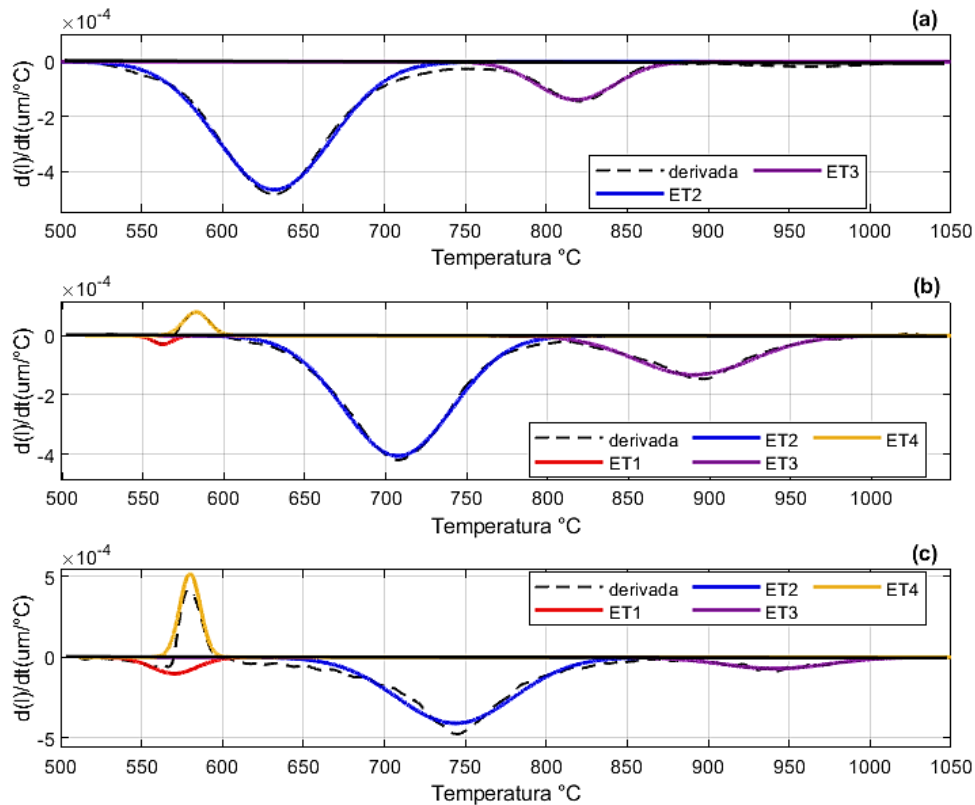


Figura 5.36. Curva dilatométrica ajustada. Velocidades de calentamiento de: (a) 0.4°C/s, (b) 10°C/s, (c) 100°C/s. Donde, ET1: reversión por corte, ET2: reversión por difusión, ET3: recristalización, ET4: formación atérmica de martensita.

De la Figura 5.36, se puede observar que el pico correspondiente a la reversión por difusión (ET2) se desplaza hacia mayores valores de temperatura a medida que aumenta la velocidad de calentamiento, al igual que la etapa de recristalización (ET3). Además, se muestra que, al incrementar la velocidad de calentamiento, el pico asociado con la formación atérmica de martensita (ET4) se vuelve más agudo y presenta un rango de temperatura más estrecho. Por su parte la reversión por el mecanismo de corte (ET1) experimenta un aumento en su temperatura final de transformación al aumentar la velocidad de calentamiento, mientras que su temperatura de inicio se ve apenas afectada.

A continuación, se presenta la Figura 5.37 correspondiente al diagrama de reversión-temperatura-tiempo del acero AcNb. En él, se observa un comportamiento poco habitual en algunas de las temperaturas de transformación. Por ejemplo, para la velocidad de calentamiento

de 2°C/s, tanto las temperaturas de inicio y finalización de la recristalización y la reversión por difusión disminuyen en comparación con los valores correspondientes a velocidades más bajas. Esto sugiere que la recristalización comienza y termina antes para 2°C/s, lo cual difiere de los trabajos previos citados anteriormente para estos tipos de aceros. Este comportamiento también se repite para una velocidad de calentamiento de 100°C/s, en la cual las temperaturas finales del proceso de recristalización y de reversión por difusión son menores en relación a la velocidad de calentamiento de 50°C/s. Además, se observa que, para esta última velocidad, la temperatura inicial de la reversión por difusión también disminuye en relación con la velocidad anterior (10°C/s).

Por otro lado, la reversión por el mecanismo de corte se la puede identificar a partir de velocidades de calentamiento mayores a 10°C/s. Aunque se puede observar una leve disminución de la A_S' a una velocidad de 100°C/s, la temperatura se mantiene relativamente constante entre 540 y 550°C aproximadamente. La formación atérmica de martensita que surge junto con la reversión por corte también presenta el mismo comportamiento observado para los otros aceros y, de la misma forma, presenta leves variaciones respecto a sus temperaturas iniciales y finales. Este proceso se lo puede identificar antes que la reversión por corte, para una velocidad de 2°C/s.

Aunque en algunos casos las transformaciones tienden a seguir una evolución esperable de acuerdo a la teoría y a trabajos previos, en este caso, es evidente que existen velocidades de calentamiento que no cumplen con esta tendencia. Se sugiere un análisis más detallado y una revisión de los procedimientos experimentales para comprender la discrepancia observada en los resultados.

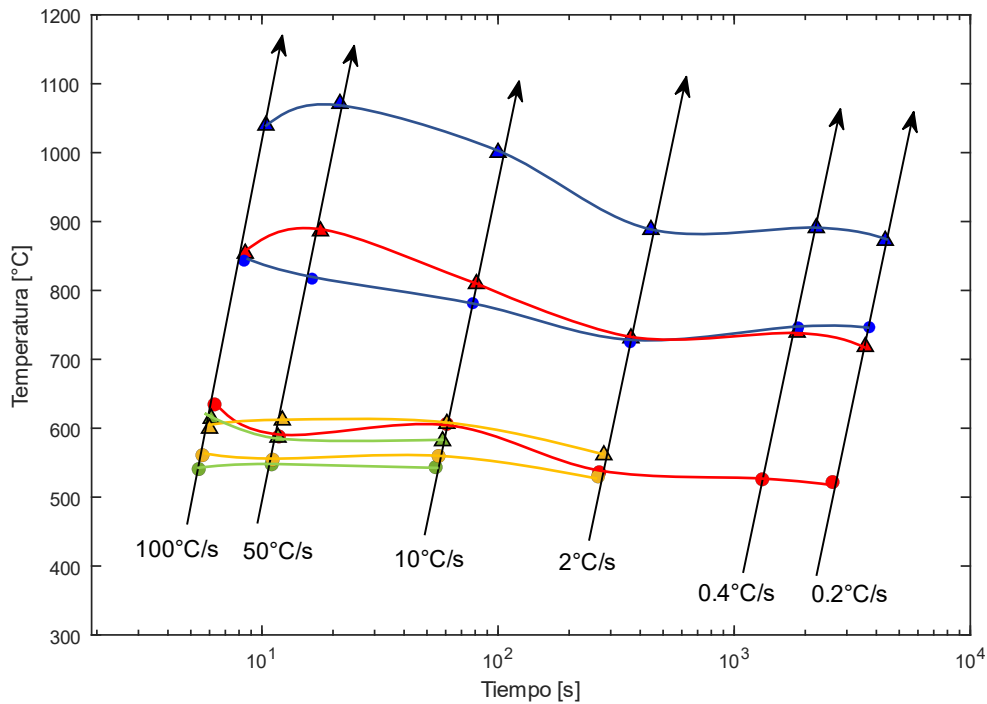


Figura 5.37. Reversión-temperatura-tiempo para el acero 347 traccionado.

A continuación, en la Tabla 5.17 se presentan los valores de temperatura para todas las velocidades de calentamiento.

Tabla 5.17. Valores de temperatura de transformación según el método del ajuste de picos.

T°	0,2°C/s	0,4°C/s	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	-	-	547.8°C ± 1.7°C	549.7°C ± 1.1°C	542.7°C ± 4.4°C
A_F'	-	-	-	582.2°C ± 1.9°C	588.5°C ± 1.7°C	613.8°C ± 4.4°C
A_S	519.2°C ± 6.9°C	524.8°C ± 5.3°C	536.7°C ± 5.4°C	605.1°C ± 5.1°C	587.1°C ± 9.4°C	631.9°C ± 10.7°C
A_F	722.5°C ± 7.7°C	739.1°C ± 4.6°C	731.9°C ± 7.7°C	810.1°C ± 8.7°C	889.6°C ± 8.6°C	856.1°C ± 10.8°C
R_S	741.8°C ± 5.4°C	742.9°C ± 5.7°C	723.7°C ± 6.1°C	772.8°C ± 5.1°C	803.8°C ± 4.8°C	835.9°C ± 9.2°C
R_F	877.2°C ± 6.1°C	893.7°C ± 6.6°C	891.7°C ± 6.5°C	1008.2°C ± 5.5°C	1078.1°C ± 7.5°C	1046.9°C ± 9.2°C
AMF_S	-	-	529.9°C ± 1.4°C	558.2°C ± 2.3°C	552.2°C ± 2.2°C	559.7°C ± 1.9°C
AMF_F	-	-	561.1°C ± 1.4°C	607.9°C ± 2.2°C	613.4°C ± 2.6°C	601.1°C ± 1.8°C

Como se observa de la Tabla 5.17, el valor de la temperatura inicial del proceso de recristalización es cercano al reportado por [127], de forma similar a lo que ocurría para el acero laminado analizado. Como se mencionó anteriormente, en [22] se registraron valores de A_S y A_F , para el acero AISI 347 laminado, de 418 y 590°C y de 436 y 611°C para las velocidades de calentamiento de 10 y 20°C/min, respectivamente. En este caso, las temperaturas A_S y A_F registradas fueron de 519 y 722°C y de 524 y 739°C para las velocidades de calentamiento de 0.2°C/s (12°C/min) y 0.4°C/s (24°C/min), respectivamente. En la Figura 5.38 se muestra la

comparación de las temperaturas calculadas por este método entre el acero AcNb y el AISI 347 laminado.

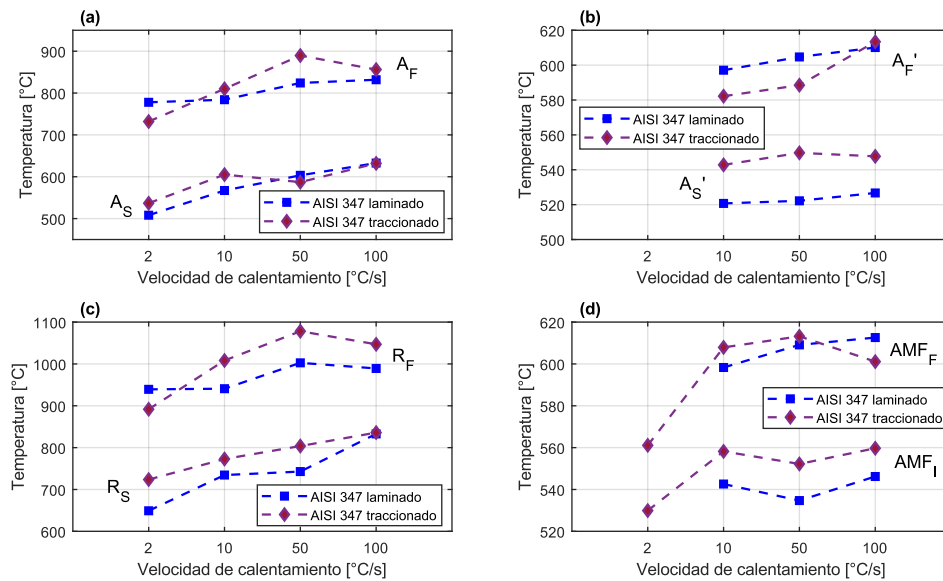


Figura 5.38. Comparación de temperaturas entre ambas condiciones de deformación del acero AcNb y AISI 347 laminado utilizando el Método de Ajuste de Picos.

Las diferencias entre las temperaturas de inicio y finalización de la reversión de la martensita entre ambos aceros son similares a lo reportado anteriormente en el método del offset. Estas diferencias también se encuentran presentes tanto en el proceso de recristalización como en el de la formación atérmica de martensita. Por otro lado, se nota que, para algunas velocidades de calentamiento, las temperaturas calculadas en ambos aceros resultan similares. Tal es el caso para las velocidades de 50 y 100°C/s en la temperatura A_S , y para las velocidades de 2 y 10°C/s en la temperatura A_F . Sin embargo, hay que tener en cuenta que la Figura 5.38 solo muestra el valor promedio de la temperatura sin tener en cuenta las incertidumbres calculadas de cada acero.

5.5.2.1.2.3 Método de la segunda derivada

Usando el criterio explicado anteriormente, en la siguiente tabla se detallan los valores de temperatura de las transformaciones del acero para cada velocidad de calentamiento.

Tabla 5.18. Valores de temperatura de transformación según el método de la segunda derivada.

T°	0,2°C/s	0,4°C/s	2°C/s	10°C/s	50°C/s	100°C/s
A_S'	-	-	-	527.9°C ± 8.6°C	531.7°C ± 9.7°C	532.7°C ± 4.1°C
A_F'	-	-	-	582.5°C ± 2.7°C	584.3°C ± 3.1°C	579.6°C ± 2.9°C
A_S	520.1°C ± 5.7°C	521.8°C ± 5.4°C	544.7°C ± 2.6°C	607.6°C ± 4.2°C	625.1°C ± 12.7°C	663.1°C ± 3.5°C
A_F	715.5°C ± 4.3°C	749.8°C ± 6.8°C	725.2°C ± 9.4°C	811.4°C ± 2.4°C	831.4°C ± 11.6°C	844.4°C ± 10.3°C
R_S	742.1°C ± 5.3°C	747.6°C ± 7.3°C	735.8°C ± 6.2°C	824.2°C ± 4.5°C	862.5°C ± 19.2°C	870.6°C ± 6.1°C
R_F	860.4°C ± 6.5°C	886.2°C ± 6.9°C	884.1°C ± 16.1°C	993.6°C ± 16.8°C	999.1°C ± 25.6°C	1009.3°C ± 14.9°C
AMF_S			534.3°C ± 3.8°C	561.8°C ± 2.7°C	565.8°C ± 2.5°C	559.1°C ± 5.9°C
AMF_F						621.2°C ± 6.5°C

5.5.2.1.2.4 Comparación de métodos

En la siguiente Figura se muestra la comparación entre los métodos utilizados para determinar las temperaturas de transformación del acero en función de la velocidad de calentamiento. Se observan variaciones entre los métodos en la temperatura de inicio de la recristalización a partir de una de velocidad de 2°C/s. En la mayoría de las transformaciones, el método del offset presenta una temperatura mayor para las temperaturas iniciales y una temperatura menor para las temperaturas finales de cada transformación en relación con los demás métodos. Así, por ejemplo, la reversión por difusión de la martensita para una velocidad de 0.2°C/s ocurre después que el método de la segunda derivada y del ajuste de picos, y termina antes que los métodos mencionados. Por otro lado, las variaciones en A_S y A_F asociadas a las velocidades de calentamiento de 2 y 100°C/s reportadas en la Figura 5.39 utilizando el método de ajuste de picos, no se observan en los otros dos métodos. La evolución de la reversión de la martensita con la velocidad de calentamiento se comporta de acuerdo a lo especificado en la bibliografía cuando se calculan las temperaturas utilizando los métodos de la segunda derivada y del offset. En relación a esto, se puede sugerir que los ajustes realizados en estas transformaciones para las velocidades de calentamiento mencionadas, podrían no haber sido los adecuados, lo que pudo haber provocado una subestimación de los valores de temperatura. Esto mismo también ocurre para la temperatura final de la recristalización durante una velocidad de calentamiento de 100°C/s.

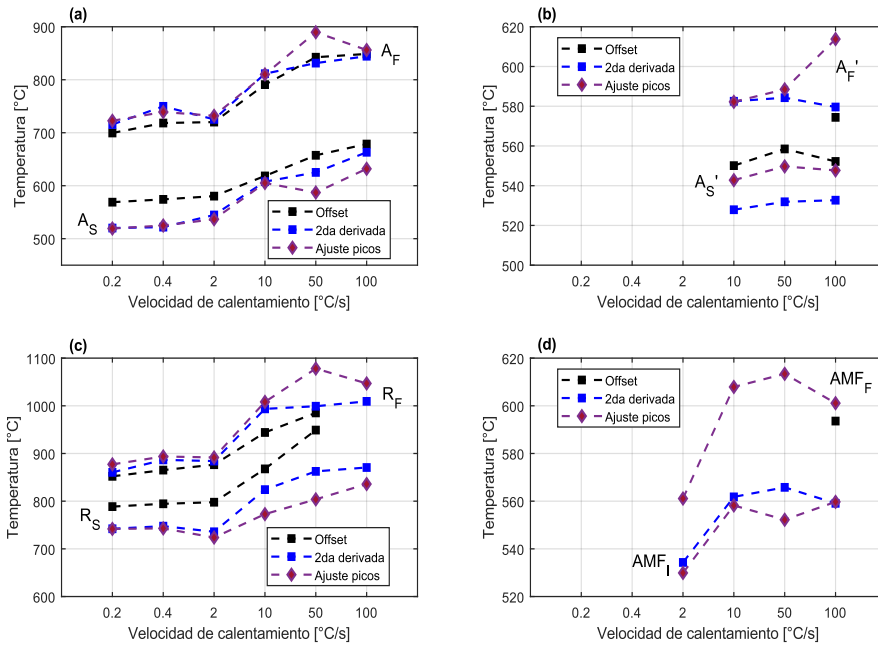


Figura 5.39. Comparación de valores de temperatura. (a): reversión por difusión, (b): reversión por corte, (c): recristalización, (d): formación atérmica de martensita.

5.5.3 Conclusiones

En la Figura 5.40 se presenta una comparación de los cambios de longitud relativa de cada acero en función de la temperatura y de la velocidad de calentamiento.

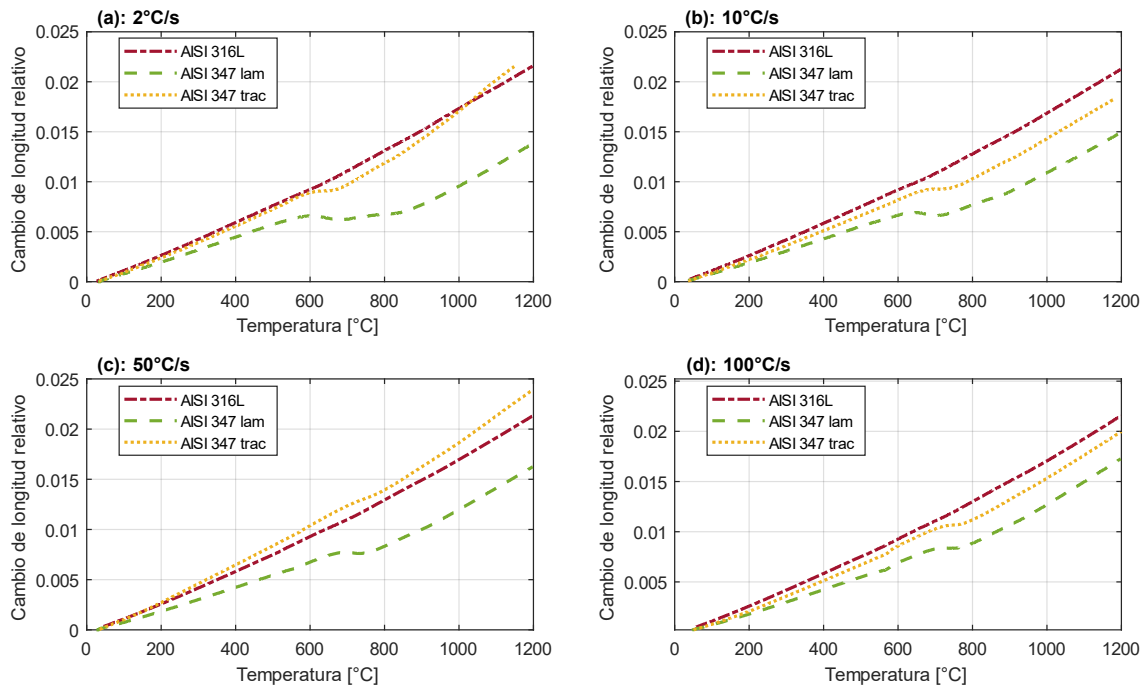


Figura 5.40. Cambios de longitud en función de la temperatura para: (a) 2°C/s, (b) 10°C/s, (c) 50°C/s y (d) 100°C/s.

Según se observa en la Figura 5.40, el acero AISI 347 laminado presenta contracciones más notables en la curva dilatométrica que el resto de los aceros ensayados. Este comportamiento puede atribuirse a la cantidad de martensita que transforma a austenita en el proceso de reversión. Al comparar los resultados de las mediciones realizadas por el ferritoscopio con aquellos expuestos en [22] para el AISI 347 laminado, se observa que este último es el que presenta una mayor cantidad de esta fase. Como resultado, la curva dilatométrica experimenta una mayor contracción debido a la presencia de una mayor cantidad de martensita que revierte a austenita.

Por otro lado, se observa que la curva dilatométrica del acero AISI 316L no muestra una contracción tan evidente como en el anterior caso. Nuevamente, esto podría atribuirse a la menor cantidad de martensita que genera este acero al deformarse, como se pudo observar en los resultados del ferritoscopio de la Sección 5.2. Por lo tanto, una menor cantidad de martensita trae aparejado una menor contracción en la curva dilatométrica debido a la poca cantidad de fase martensítica que transforma a austenita durante el calentamiento. Además, se puede observar que las contracciones en todos los aceros se vuelven menos pronunciadas a medida que se incrementa la velocidad de calentamiento. Esto trajo aparejado una dificultad en la determinación de las temperaturas de transformación calculadas por el método del offset, ya que dicho cálculo se realiza sobre los cambios de longitud registrados en la curva dilatométrica.

En la Figura 5.41 se comparan las derivadas de las curvas dilatométricas de los aceros estudiados.

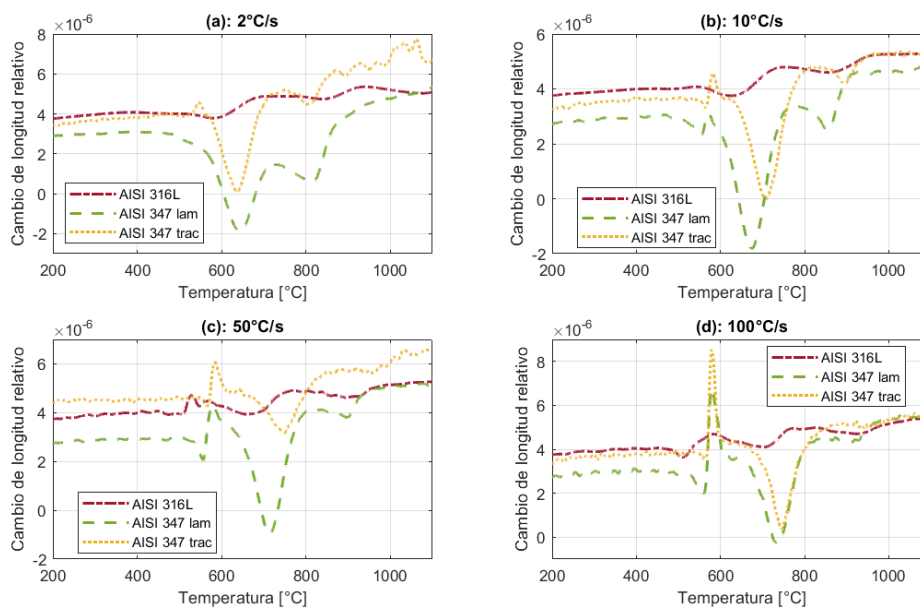


Figura 5.41. derivada de la curva dilatométrica para: (a) 2°C/s, (b) 10°C/s, (c) 50°C/s y (d) 100°C/s.

La Figura 5.41 muestra que la reversión de la martensita a austenita por el mecanismo de difusión en el acero AISI 316L inicia a temperaturas más bajas en comparación con los aceros AISI 347 laminado y el AcNb. Este fenómeno puede atribuirse a la presencia de una mayor cantidad de elementos aleantes, como *Ni* y *Mo*, que estabilizan la fase austenítica, lo que resulta en una reversión más temprana de esta fase durante el proceso de calentamiento.

Por otro lado, la intensidad de las contracciones observadas en la Figura 5.41 para los aceros se refleja en la intensidad de los picos en sus respectivas derivadas. De esta manera, los picos asociados con la reversión de la martensita son más intensos en todas las velocidades de calentamiento para el AISI 347 laminado en comparación con los demás aceros ensayados.

5.6 Ruido magnético Barkhausen

5.6.1 Muestras de acero inoxidable austenítico traccionadas hasta la rotura

5.6.1.1 Función RMS de la señal Barkhausen

Antes del ensayo de tracción, las mediciones efectuadas en todas las muestras no mostraron ninguna actividad relacionada al RMB, indicando que aquellas no tenían alguna fase ferromagnética presente (eran aceros 100% austeníticos). En la Figura 5.42 se muestra el perfil de RMB obtenido para la muestra del acero AISI 304L. En ella se muestran los valores de la corriente suministrada a la bobina excitadora y la amplitud de la tensión asociada al RMB en función del tiempo. A su vez, se distingue la señal antes y después del procesamiento de reducción de ruido.

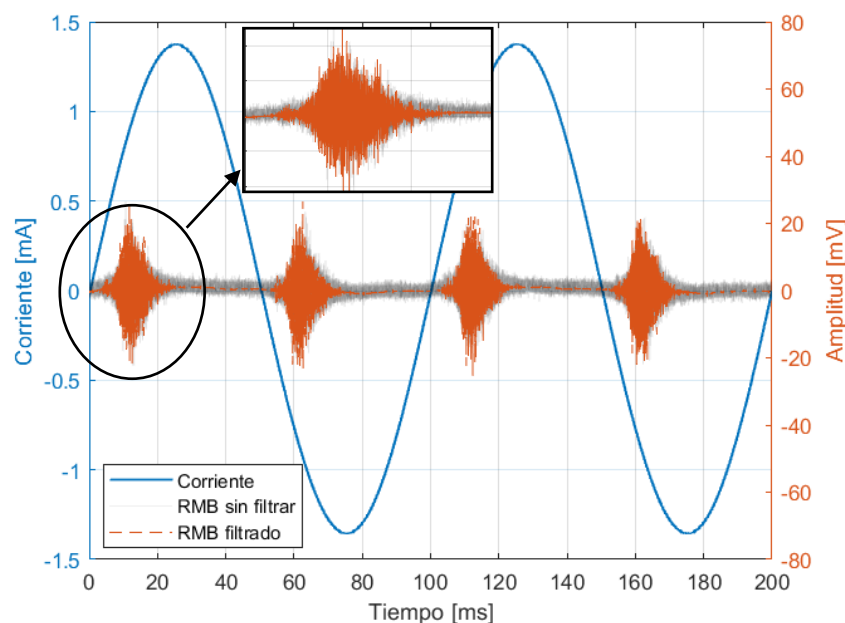


Figura 5.42. Señal de RMB del acero AISI 304L.

En las Figura 5.43 a 5.45 se muestran los gráficos de la función RMS en función de la corriente aplicada a la bobina excitadora en los puntos mencionados en la sección x.x para los aceros AISI 304L, 321 y AcNb, respectivamente. En ellas también se detallan el punto máximo para cada punto de medición asociado al valor máximo de la función RMS. Debido a que el RMB es simétrico con respecto al cero de la corriente aplicada, solo se han graficado las curvas para valores de corriente positivos.

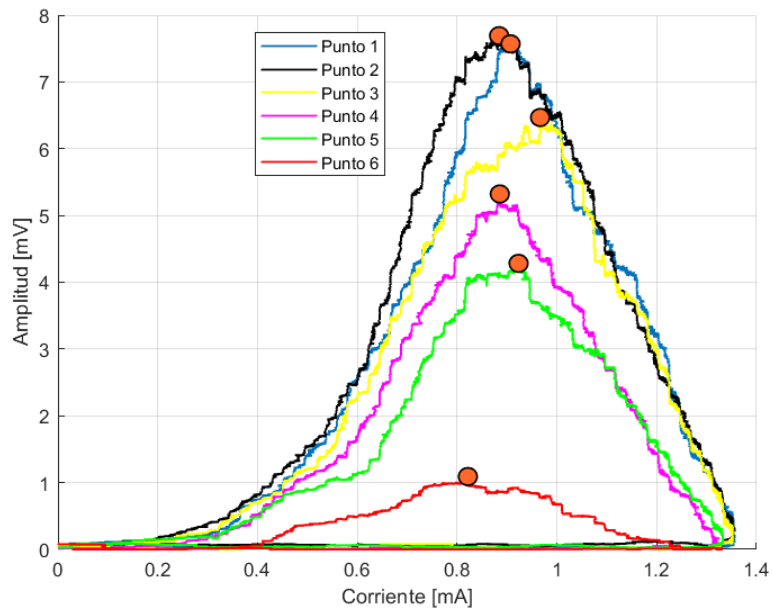


Figura 5.43. Función RMS del acero 304L.

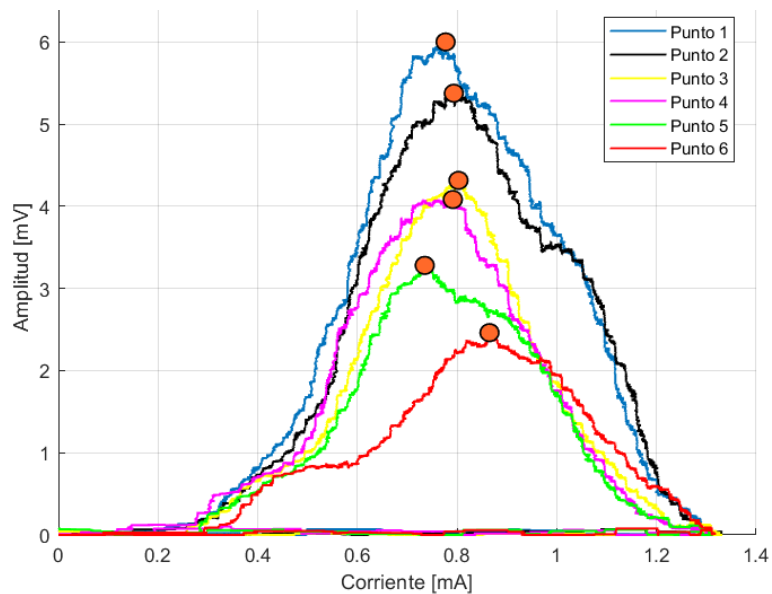


Figura 5.44. Función RMS del acero 321.

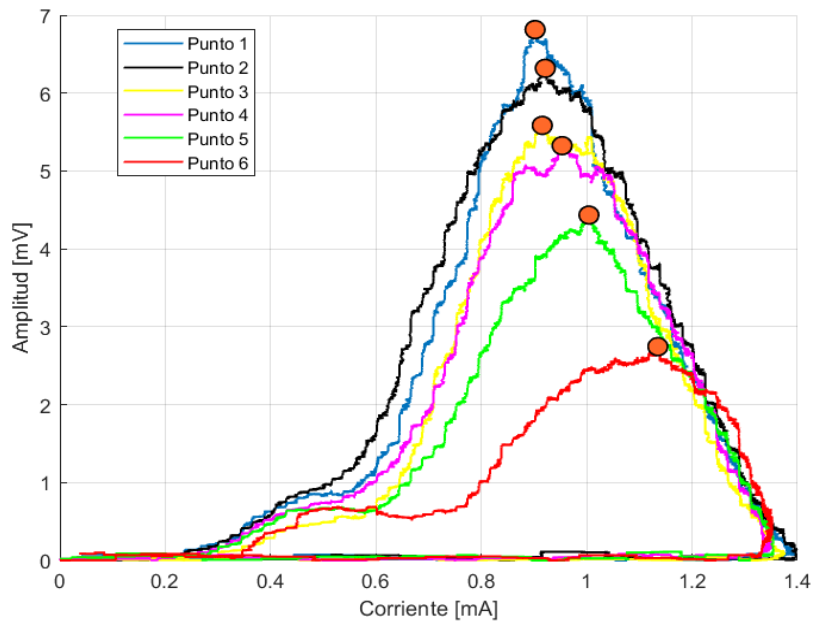


Figura 5.45. Función RMS del acero AcNb.

El análisis de las Figuras 5.43 a 5.45 revela que las curvas asociadas a los puntos más distantes de la zona de ruptura del material (donde se ubica el punto 6) presentan amplitudes menores en comparación con los puntos más cercanos a la zona de ruptura (donde se encuentra el punto 1). En los aceros AISI 321 y AcNb (Figuras 5.44 y 5.45), el pico correspondiente al punto 6 (asociado a una menor concentración en % m/m de α' como se vió en los resultados por CI), se encuentra en una posición asociada a un valor de corriente (valor de campo magnético) más alta que los demás puntos. Esto sugiere que es necesario aplicar un campo magnético más intenso para que se produzca la actividad de Barkhausen cuando la cantidad de fase ferromagnética es menor. Este mismo comportamiento fue informado en [143] en donde se estudió un acero AISI 304 laminado cortado en dos direcciones diferentes: en la dirección de laminación y en una dirección perpendicular. Al aplicar diferentes porcentajes de deformación en las muestras, se observó que la amplitud del pico máximo de la curva aumentaba, y se requería una corriente menor para que este pico se manifestara a medida que se incrementaba la deformación de la muestra. Por otro lado, la posición de los picos también puede estar influenciada por la presencia de campos de desmagnetización internos, ya que las fases ferromagnéticas se encuentran dispuestas en pequeñas islas dentro de una matriz paramagnética (austenita). Por lo tanto, es de esperar que la posible influencia de estos campos conduzca a un desplazamiento de los picos hacia valores de campo magnético más elevados.

Para cada una de las curvas presentadas en las Figuras 5.43 a 5.45 se calcularon los valores RMS y los puntos máximos de los picos. Los resultados se presentan en las Figuras 5.46

y 5.47, respectivamente. De la Figura 5.46, se puede observar que el valor RMS de la señal aumenta con la fracción de martensita, que es la fase ferromagnética. Este incremento puede estar relacionado con la interacción de las PDs con los puntos de anclaje, como las dislocaciones, maclas o bordes de grano [12], lo que genera señales de RMB que dependen de la fracción en volumen de las PDs y de los sitios de anclaje. Por lo tanto, el aumento del valor RMS en la Figura 5.46 se puede atribuir a un aumento de la fracción en volumen de los dominios magnéticos y los puntos de anclaje, los cuales aumentan con el incremento de martensita. Estos resultados coinciden con trabajos previos [143, 144] en los cuales observaron aumentos en el valor RMS con el incremento en la deformación de un acero AISI 304. En la Figura 5.47 también se observa una tendencia ascendente del valor pico de la función RMS con el aumento en la fracción de martensita en los aceros estudiados, también informado en [143,144].

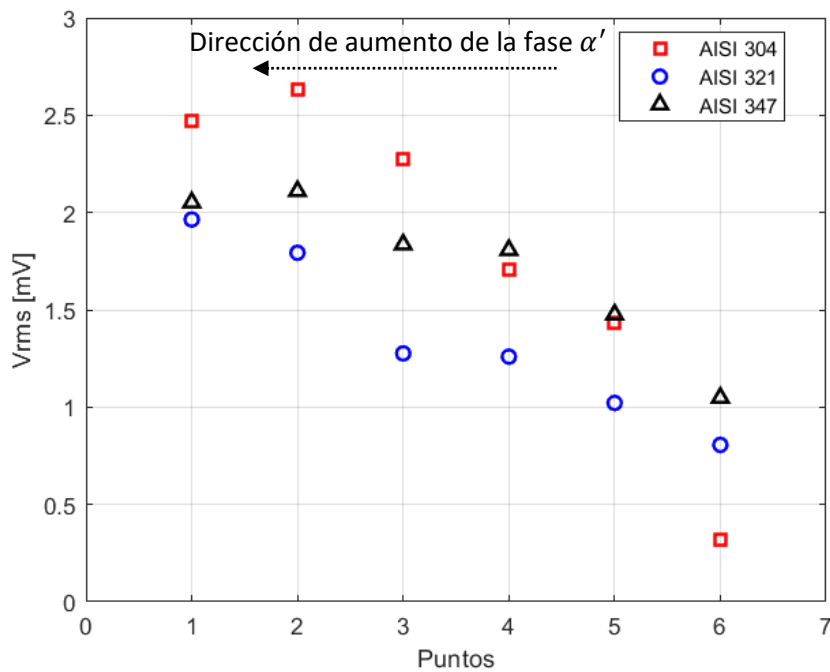


Figura 5.46. Vrms de los puntos medidos para los 3 aceros ensayados.

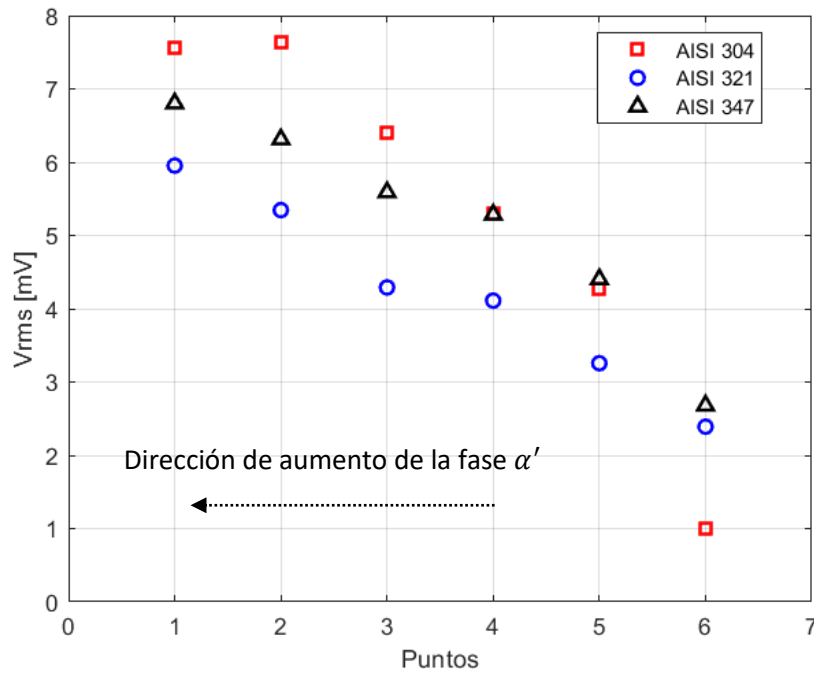


Figura 5.47. Valor del pico de la función RMS de cada acero.

La presencia de distintas fases y su correspondiente distribución son aspectos muy importantes, ya que sus alteraciones, junto con los distintos grados de deformación plástica en cada zona de la probeta, difieren completamente de las observaciones en muestras de una sola fase [145]. La principal diferencia se relaciona con el endurecimiento por deformación, el cual no está exclusivamente asociado a las dislocaciones, sino que también a la transformación de la austenita a la martensita inducida por deformación. Por ejemplo, la deformación producida en el ensayo de tracción uniaxial suele provocar tensiones residuales de compresión tras la descarga [145]. Estas tensiones residuales presentes en las probetas podrían ser el resultado del aumento de volumen vinculado a la transformación de $\gamma \rightarrow \alpha'$, por un lado, y de la deformación plástica no homogénea entre las fases γ y α' durante la tracción, por el otro.

Como se explicó anteriormente, durante el proceso de deformación del material en el ensayo de tracción, ocurre una transformación de fase de la austenita a martensita. Dependiendo de la cantidad de deformación provocada en el material, se obtendrán diferentes fracciones volumétrica de esta fase. Sin embargo, no solo cambia la fracción de martensita presente, sino que también pueden cambiar las tensiones residuales en ambas fases. Como se dijo, de la Figura 5.47 se puede observar que el valor RMS pico del RMB aumenta con el incremento de martensita. Por lo tanto, se pueden proponer dos factores que expliquen este fenómeno a medida que la deformación en el material aumenta: (1) la fracción de MID es mayor, lo que conlleva a un aumento en el número de fuentes emisoras de RMB y, por lo tanto, a un

aumento de su amplitud; y (2) los niveles de tensiones residuales en la martensita son, por lo general, mayores cuanto mayor sea el grado de deformación. Estos pueden ser una fuente de amplificación y/o reducción del RMB, ya que se sabe que las tensiones de tracción producen un aumento en la actividad Barkhausen mientras que las tensiones de compresión resultan en una disminución de dicha actividad [145].

Los resultados presentados en las Figuras 5.46 y 5.47 confirman que el número de fuentes emisoras de RMB es un factor importante para la actividad Barkhausen. En este caso, la cantidad de martensita es la principal fuente emisora de RMB. Además, mediante los ensayos de CI se observó que dicha fase era mayor en los puntos cercanos a la ruptura de la probeta. En consecuencia, se espera que las amplitudes RMS de las señales y de los picos de la función RMS sean mayores en estos puntos. Sin embargo, se ha observado que esto no sucede en todas las probetas; por ejemplo, en el punto 1 del acero AISI 304L, donde se supone que hay una mayor cantidad de martensita, el valor RMS es menor que en el punto 2, que tiene una menor cantidad de esta fase. Esto puede llegar a sugerir que la cantidad de fase ferromagnética en el material no sea el único mecanismo que controle la generación de RMB, sino que haya otro que compita con él en la generación de RMB, como pueden ser las tensiones residuales. Una explicación posible se encuentra en [145] donde han demostrado que existe una menor actividad del RMB bajo esfuerzos residuales de compresión y un aumento bajo tensiones residuales de tracción.

5.6.1.3 Espectrograma y envolvente de la señal Barkhausen

En las Figuras 5.48, 5.49 y 5.50 se presentan los espectrogramas de los aceros AISI 304L, 321 y AcNb, respectivamente. El análisis se realizó en los puntos 2 y 6 de cada probeta, los cuales corresponden a una mayor y menor fracción de martensita, respectivamente. Estos puntos se seleccionaron en base a los resultados de los ensayos de corrientes inducidas (mediciones con el ferritoscopio y mediciones de la permeabilidad).

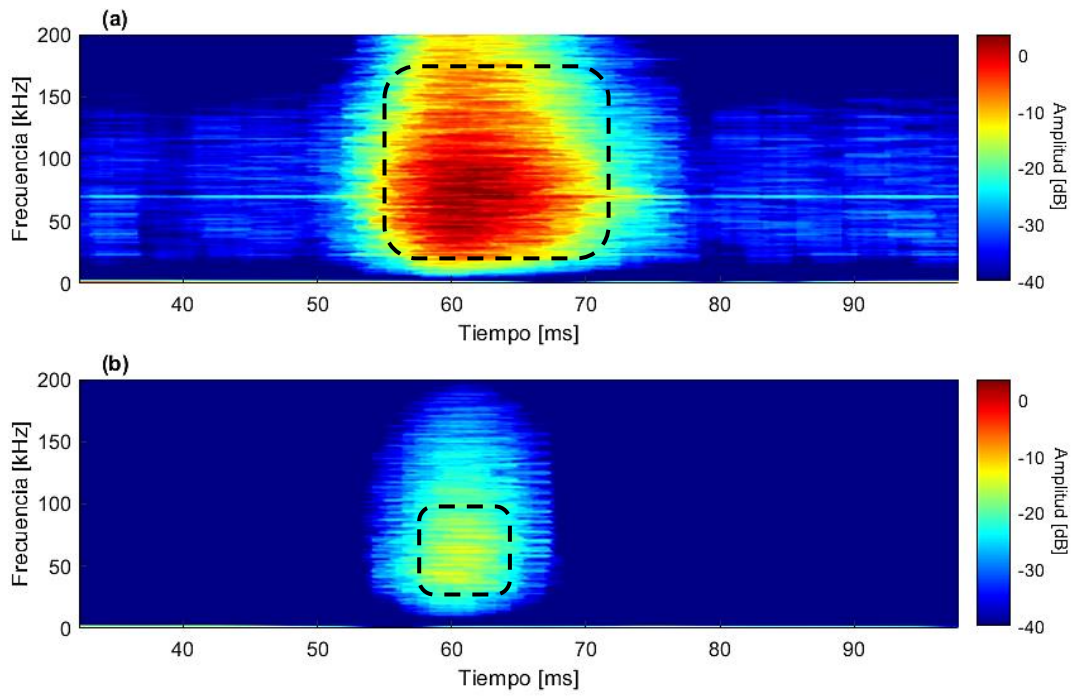


Figura 5.48. Espectrograma del acero AISI 304L. (a) punto 2, (b) punto 6.

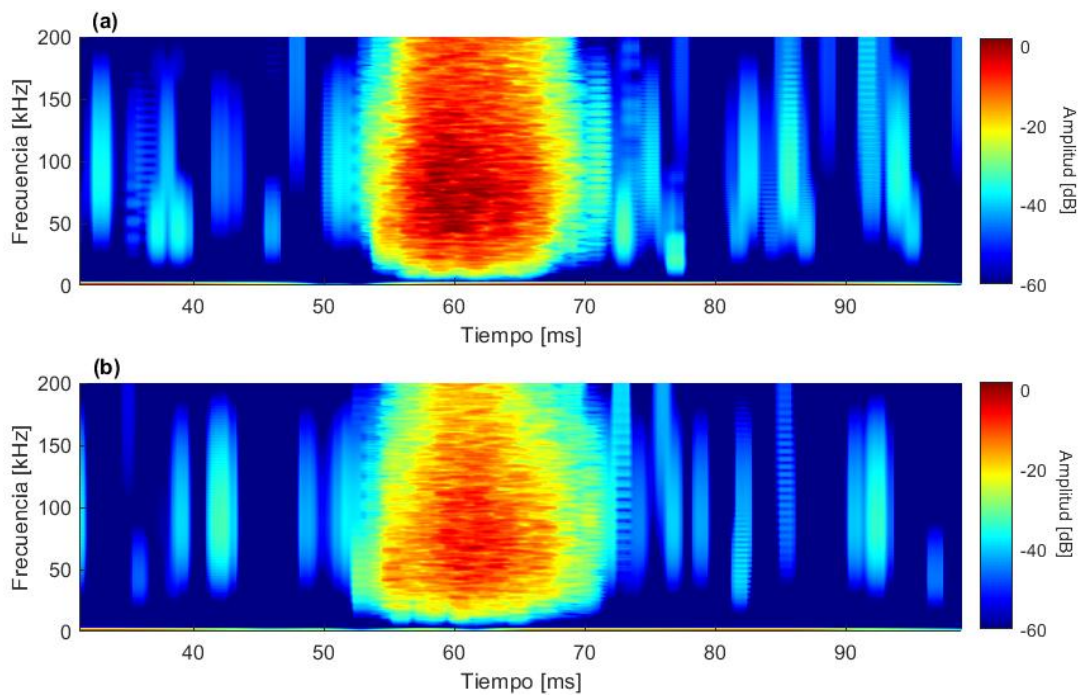


Figura 5.49. Espectrograma del acero AISI 321. (a) punto 2, (b) punto 6.

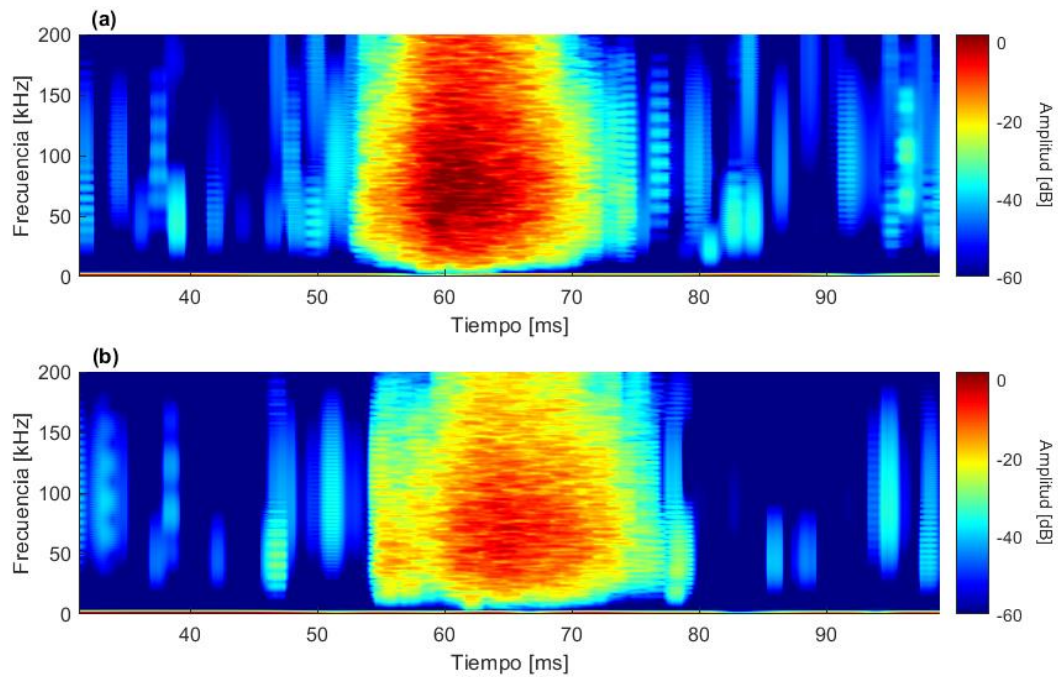


Figura 5.50. Espectrograma del acero AcNb. (a) punto 2, (b) punto 6.

Según se puede observar en las Figuras 5.48 a 5.50, la actividad de RMB se presenta en un rango de frecuencias que van desde 25 a 170 kHz, aproximadamente. Las amplitudes de las bandas de frecuencia son mayores en el punto 2 que en el punto 6, debido a la presencia de una mayor cantidad de fase ferromagnética que genera interacciones entre las PDs y los sitios de anclaje. En la Figura 5.48 (a), se observa que el espectrograma correspondiente al punto 2 alcanza su máximo nivel en una frecuencia cercana a los 65 kHz y a un tiempo de 63 ms, aproximadamente, mientras que en el punto 6, la amplitud máxima se encuentra en los 53 kHz y a los 62 ms. Se analizaron para cada punto de medición y para cada acero los niveles de frecuencia y tiempo para los cuales la amplitud del espectrograma fue máxima, pero no se encontró ninguna tendencia con respecto al contenido de martensita, dado que su comportamiento parecía seguir un patrón aleatorio.

Por otro lado, se observa que al aumentar el contenido de martensita la amplitud de la frecuencia también aumenta y se extiende en un rango de tiempo mayor. En la Figura 5.48 (b), correspondiente al punto 6, se observan niveles significativos en frecuencia dentro del rango entre los 57 y 67 ms, mientras que el punto 2, representado en el Figura 5.48 (a), dicho rango se extiende considerablemente. La región que contiene los niveles más altos en frecuencia también se extiende entre un punto y el otro, como se señala en la Figura 5.48 mediante un cuadrado de color negro. Este comportamiento sugiere que a medida que aumenta la cantidad de fuentes emisoras de ruido Barkhausen, en este caso la fase martensítica, la interacción entre el campo

magnético aplicado, el movimiento de las paredes de los dominios magnéticos y los puntos de anclaje se vuelve más intensa y perdura más en el tiempo en el rango de frecuencias señalado anteriormente. Sin embargo, como se observa en la Figura 5.49, este comportamiento no se cumple para el acero AISI 321.

El espectrograma del acero AISI 321 mostrado en la Figura 5.49, revela un patrón similar al del acero 304L en cuanto al aumento del tiempo en el cual los niveles en frecuencia son altos, lo que corresponde a la zona de mayor actividad de Barkhausen. Sin embargo, existen dos características distintas: En primer lugar, la amplitud de los niveles de frecuencia entre los dos puntos no difiere tanto como en el caso del acero 304L. Esto se debe a que el acero AISI 321 es el que genera martensita con mayor facilidad al deformarse, como se comprobó en los ensayos por corrientes inducidas. Como resultado, la diferencia en la presencia de fase ferromagnética capaz de provocar la actividad de Barkhausen entre estos dos puntos no es tan abrupta como en el caso del AISI 304L. En segundo lugar, la actividad frecuencial del RMB ocurre casi en el mismo rango de tiempo en ambos puntos analizados. Por último, el acero AcNb que se muestra en la Figura 5.50, exhibe un comportamiento con características similares a los casos anteriores.

El tipo de información que provee el espectrograma de la señal de RMB, es útil para determinar los niveles en frecuencia en un tiempo determinado o rango de tiempo en el cual se produce la actividad de Barkhausen. Este tipo de información se complementa con el análisis de la envolvente de las señales de RMB. Estos gráficos informan sobre los cambios de amplitud que experimenta la señal a lo largo del tiempo, como se observa en Figura 5.51 para el caso de los aceros AISI 304L y 321 en los puntos seleccionados en el espectrograma. Como se puede observar, los instantes de tiempo para los cuales la envolvente del punto 2 es mayor a la del punto 6 coinciden con los que se informaron mediante el espectrograma. Sin embargo, este tipo de gráfico no provee información sobre el contenido frecuencial en ese momento. Por lo tanto, este último es importante para poder obtener nuevos parámetros (como la frecuencia máxima en un determinado tiempo) que permitan ser correlacionado con algún cambio microestructural en el material.

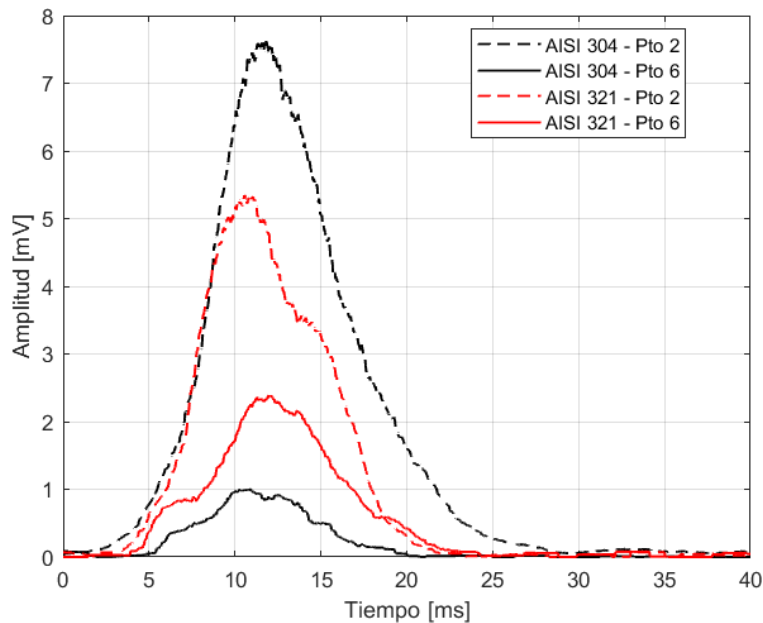


Figura 5.51. Envolvente de la señal de RMB.

En el caso de los aceros inoxidables austeníticos estudiados en este trabajo, los cuales presentan fases ferromagnéticas y paramagnéticas coexistentes debido a un proceso previo de deformación, no se pudo identificar un parámetro claro que relacionara el espectrograma con los cambios microestructurales del material, más allá de un aumento en la amplitud de las frecuencias. De las Figuras 5.48 a 5.50 se observa que el espectro máximo generado por la actividad Barkhausen es amplio y abarca prácticamente todo el rango de frecuencias estudiado. Es importante destacar que este tipo de análisis no se ha encontrado en trabajos similares que estudien la relación entre el RMB y la MID. [146, 147].

5.6.2 Muestras de acero AISI 304 deformado a distintos porcentajes de deformación

Con el fin de estudiar la evolución del espectrograma y los valores RMS de un acero inoxidable austenítico sometido a diferentes porcentajes de deformación antes de llegar a la rotura, se analizó el RMB sobre el centro de la probeta de un acero AISI 304.

Como muestra la Figura 5.52, el valor RMS aumenta con el incremento del porcentaje de deformación. Este comportamiento es coherente con el hecho de que la MID en el material aumenta a medida que se incrementa la deformación. Sin embargo, para los porcentajes de deformación del 1 y 7 %, el valor RMS se mantuvo relativamente constante. Esto podría deberse a que, en ese punto, la martensita comenzó a formarse de manera aleatoria y dispersa dentro de la matriz, lo que limitó su capacidad de interactuar magnéticamente entre sí debido a sus grandes separaciones. A medida que aumenta la deformación, los granos de martensita crecen lo suficiente como para acercarse unos a otros y acoplarse ferromagnéticamente, provocando

un aumento en el valor RMS [144]. Los valores de RMB en la Figura 5.52 sugiere que, para un porcentaje de deformación del 26 %, el valor RMS alcanza un valor máximo y un aumento adicional en la deformación podría llevar a una disminución en este valor debido a las tensiones internas provocadas por la formación adicional de martensita, lo que trae aparejado una fijación del movimiento de las PDs y, por lo tanto, una disminución en el valor RMS. Esto es lo que se observa en los primeros dos puntos de medición en la Figura 5.46.

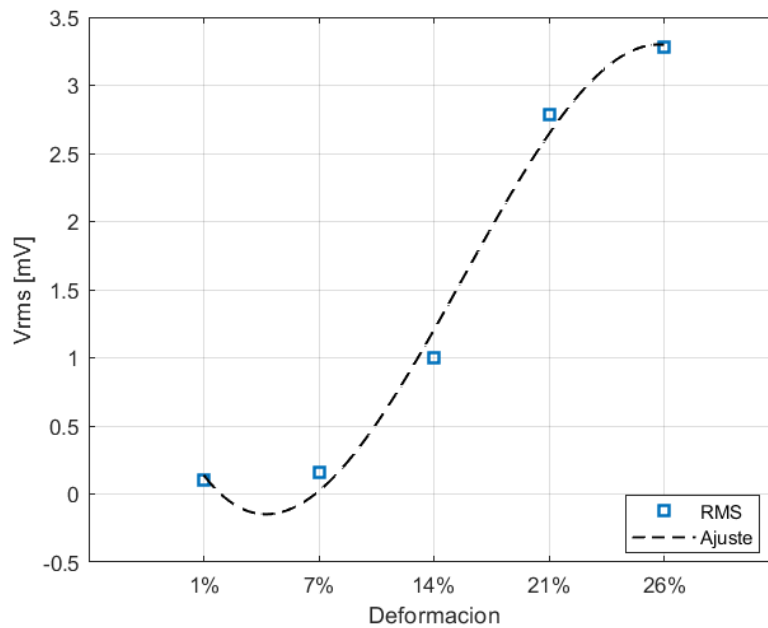


Figura 5.52. Valores RMS para cada porcentaje de deformación del acero AISI 304.

En cuanto al análisis del espectrograma, en la Figura 5.53 se muestra el gráfico para cada porcentaje de deformación. La forma de los espectrogramas es similar a la mostrada anteriormente para los tres aceros analizados. Sin embargo, se observa un fenómeno interesante en el valor del 1% de deformación, donde se identifican dos zonas de mayor amplitud en el espectrograma, señaladas con un círculo negro en la Figura 5.53. A medida que aumenta la deformación, la zona de la derecha comienza a aumentar de tamaño en comparación con la zona de la izquierda. Finalmente, para el mayor porcentaje de deformación, la zona de la derecha prevalece completamente, representando la mayor actividad Barkhausen con la máxima amplitud en frecuencia. Este podría ser un aspecto importante para investigar, ya que, analizando la posición en el tiempo y la amplitud de la frecuencia centrada en la zona izquierda, se podría estimar el grado de deformación del material y correlacionarlo con algún parámetro dependiente del tiempo y/o de la frecuencia que se pueda obtener del espectrograma.

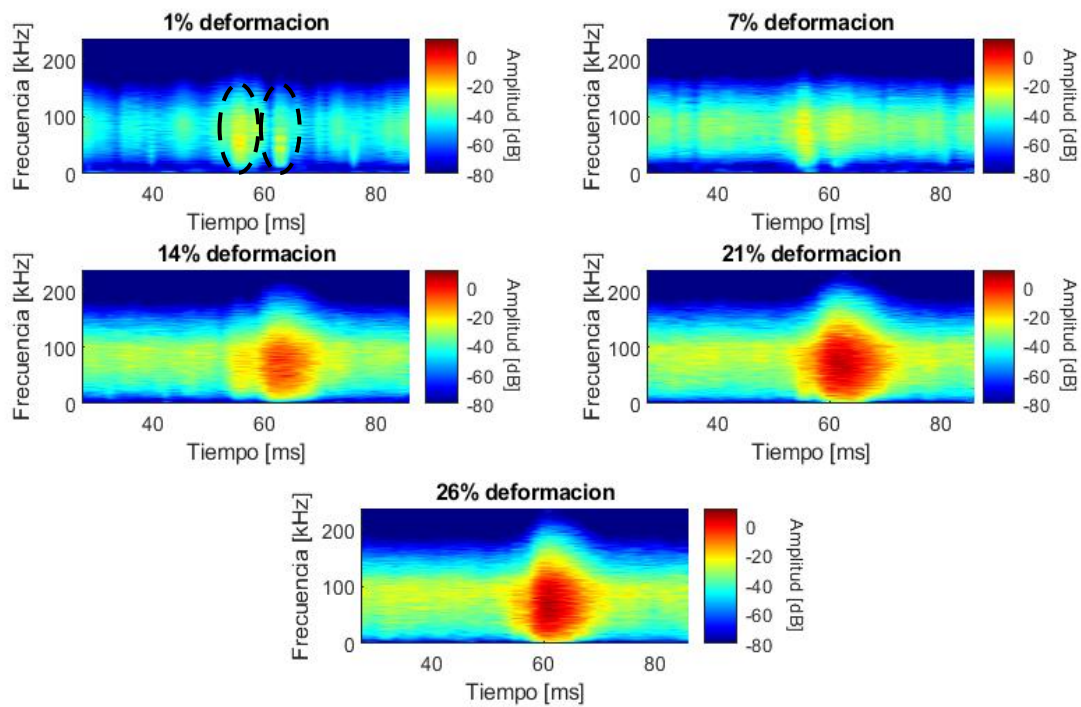


Figura 5.53. Espectrograma del acero AISI 304 para distintos porcentajes de deformación.

5.6.3 Muestras ferromagnéticas AISI 439 deformadas

A modo de comparación, en la Figura 5.54 se muestra el espectrograma, para distintos porcentajes de deformación del acero AISI 439, el cual es un material 100% ferromagnético. Se puede observar que la forma del gráfico es distinta a la de los aceros inoxidables austeníticos, ya que la región de máxima amplitud se encuentra acotada tanto en frecuencia como en tiempo, a diferencia de los espectrogramas anteriores.

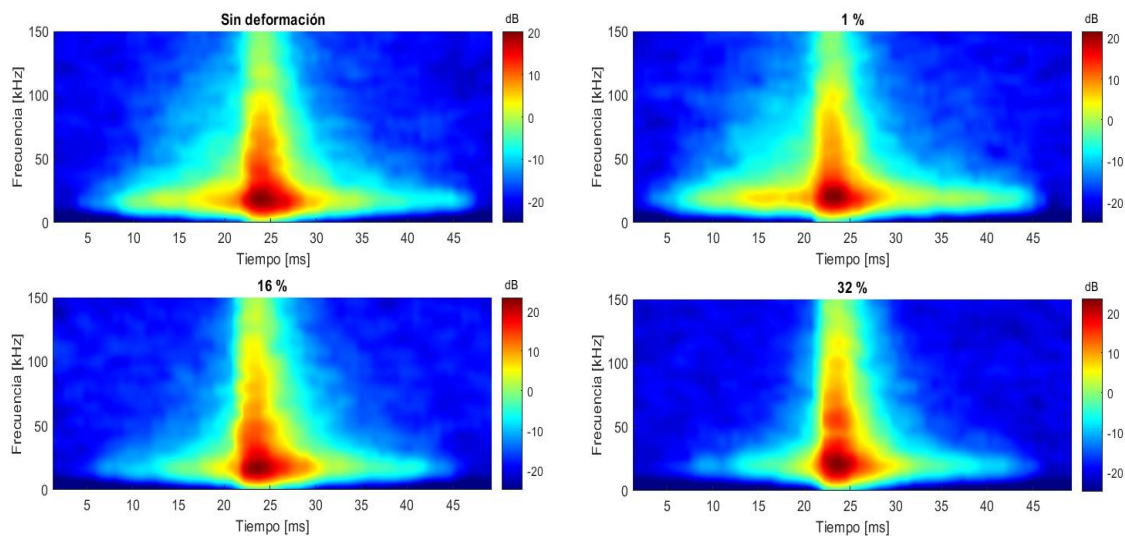


Figura 5.54. Espectrograma del acero 439 para distintos porcentajes de deformación.

Algunos trabajos previos realizados en materiales ferromagnéticos, informan espectrogramas similares al de la Figura 5.54 [148]. Sin embargo, al tener un material que no es 100% ferromagnético, como los aceros estudiados en este trabajo, el espectrograma termina siendo más ancho en el tiempo y con actividad en todo el rango de frecuencia, lo que hace que su análisis sea más confuso y difícil para obtener parámetros que ayuden a relacionarlo con cambios microestructurales.

Capítulo 6: Conclusiones

En base a los resultados obtenidos en esta investigación, se pueden obtener las siguientes conclusiones:

- A través de los ensayos realizados por corrientes inducidas y el uso del ferritoscopio sobre los aceros traccionados, se determinó que el AISI 321 produjo una mayor cantidad de martensita en todo el largo de la probeta en comparación con los otros aceros estudiados. Esto se debe principalmente a la capacidad que tiene este tipo de acero en formar esta fase durante la deformación.
- Se logró actualizar la curva de ajuste previamente elaborada por la división IAMEND [19], la cual relaciona los valores de ferrita- δ con la concentración de martensita obtenida a través de los ensayos de saturación magnética. Como resultado, se obtuvo un buen ajuste de los datos que incluyeron mediciones realizadas en aceros laminados y traccionados. Además, se ha actualizado otra curva de ajuste relacionada con valores de permeabilidad magnética del material y los datos de concentración de martensita obtenidos por saturación magnética. Sin embargo, en esta actualización, el ajuste no fue tan bueno como el anterior. Esto puede deberse a que los aceros traccionados presentan otra tendencia en la relación entre permeabilidad y la concentración de martensita de forma diferente a la de los aceros laminados.
- Se ha utilizado la técnica de dilatometría para estudiar las transformaciones que experimentan los aceros durante el calentamiento. Se han utilizado diferentes métodos para analizar las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones en el material, lo que ha permitido identificar dichas temperaturas para cada tipo de acero. Tras comparar estos métodos, se ha observado que tanto el método de la segunda derivada como el ajuste de picos proporcionan información similar y precisa acerca de estas transformaciones, basándose los resultados en trabajos similares sobre estos tipos de aceros. Por su parte, el método del offset presentó dificultades al ser empleado en los casos en los que se producen transformaciones superpuestas.
- Al utilizar velocidades de calentamiento más altas que las empleadas en [22], se ha identificado el mecanismo de reversión por corte en los tres aceros analizados (AISI 347 y 316L laminados y 347 traccionado) a velocidades por encima de los 10°C/s. Además, se ha observado que la eliminación de defectos y la relajación de tensiones se reflejan en una dilatación en la curva dilatométrica, lo que lleva a la conclusión de que este proceso favorece el crecimiento de los listones de martensita.

- Se ha podido confeccionar un diagrama de reversión-temperatura-tiempo que permite predecir la microestructura y las propiedades del acero en diferentes etapas del calentamiento continuo del material.
- Se aplicó la técnica de RMB para estudiar la transformación martensítica inducida por deformación en aceros traccionados. Los resultados obtenidos indicaron que existe una tendencia entre el valor RMS de la señal y la fracción de martensita presente en los aceros. Por otro lado, el acero AISI 321 presentó niveles mayores del valor RMS que los demás aceros en toda la probeta.
- Se observó un aumento en los valores RMS del RMB en una probeta deformada parcialmente en distintos porcentajes de deformación.
- Se realizó un análisis en frecuencia mediante un espectrograma, en el que no se ha podido obtener información clara que permita relacionar la formación de martensita con variaciones en frecuencia y tiempo. Se cree que esto puede deberse a la naturaleza del tipo de transformación parcial donde conviven fases ferromagnéticas con paramagnéticas.

Capítulo 7: Trabajos futuros

A partir de los resultados y discusiones presentados en este trabajo, se sugieren posibles temas de investigación a futuro. Estos incluyen:

- Realizar ensayos de dilatometría en otros tipos de aceros, como el AISI 304L y 321 y comparar los resultados con investigaciones previas.
- Profundizar en el estudio de las transformaciones de reversión mediante el uso del dilatómetro utilizando muestras agujereadas, lo que permite ensayar a velocidades más altas que 100°C/s.
- Utilizar muestras cilíndricas en lugar de prismáticas en el ensayo de dilatometría, y comparar los resultados.
- Estudiar detalladamente la microestructura del material después del ensayo de dilatometría para obtener información sobre la reducción del tamaño de grano, considerando el aporte de los distintos tipos de mecanismos de reversión.
- Utilizar métodos metalográficos junto con el método de ajuste de picos para determinar de manera más precisa un valor de desviación de la curva con la línea de base para conocer las temperaturas de inicio y finalización de las transformaciones.
- Elaborar una curva de ajuste utilizando los resultados del ensayo de RMB junto con los de saturación magnética, lo que permitirá relacionar el valor RMS de la señal con la concentración de martensita.
- Utilizar los resultados de difracción de rayos X de cada muestra y calcular la concentración de martensita de cada una de ellas para comparar el resultado con otras técnicas de caracterización de esta fase, como el ferritoscopio.
- Repetir el análisis de corrientes inducidas y de dilatometría en muestras deformadas por tracción a temperaturas criogénicas, donde se espera que la martensita inducida por deformación sea mayor, especialmente en aceros de muy baja $M_d(30/50)$ como el AISI 316L y 310.
- Estudiar la transformación de martensita-ε mediante técnicas de dilatometría para conocer sus temperaturas de transformación en distintos aceros y estudiar su microestructura.
- Observar la microestructura de la martensita inducida por deformación en el microscopio electrónico de transmisión para estudiar los lugares preferenciales en donde se forma esta fase luego de deformar el material.

Agradecimientos

A la CNEA y al Instituto Sabato por darme la posibilidad de realizar la maestría.

A mis directores Javier Fava y Miriam Rocío Neyra Astudillo por los conocimientos impartidos, sus consejos y su dedicación en la dirección de este trabajo.

A mis compañeros de la maestría: Francisco Rotea y Ailen Salemme.

A todo el personal de la Gerencia de Materiales, a Ramón Castillo Guerra, Ricardo Montero y Guillermo Arnaldo de la División de Metalografía y ensayos termomecánicos, a Ana Lucía Marzocca de la División de Microscopía, a Ariel Danón y Martín Iofrida de la División Transformaciones de fase.

A los miembros de la División IAMEND.

A Alejandra Viviana Flores del Departamento de Tecnología de las Aleaciones de Circonio (CAE) por la ayuda brindada con el pulido en sílice y los ensayos de difracción de rayos X.

A mi familia y amigos por acompañarme en todo este camino.

Referencias

- [1] Solomon N & Solomon I, "Deformation induced martensite in AISI 316 Stainless Steels". *Rev Metal Madrid* 46 (2), 121 (2010).
- [2] Nakada N, & Takaki S. "Deformation-induced martensitic transformation behavior in cold-rolled and cold-drawn type 316 stainless steels". *Acta Mater.*58, 895 (2010).
- [3] Sato K & Obuinoue Y. "Effects of Deformation Induced Phase Transformation and Twinning on the Mechanical Properties of Austenite Fe-Mn-Al Alloys". *ISIJ Int.* 29 (10), 868 (1989).
- [4] Hosford W. F. "Mechanical Behavior of Materials", first ed., Cambridge University Press. Chapters 1, 11, 12, 13. (2005)
- [5] Opiela M, Grajcar A & Krukiewicz W. *JAMME* 33/2, 159 (2009).
- [6] Karjalainen LP, Taulavuori T, Sellman M & Kyröläinen A. "Some strengthening methods for austenitic stainless steels". *Steel Res Int.* (2008)
- [7] Järvenpää A, Jaskari M, Kisko A & Karjalainen P. "Processing and properties of reversion-treated austenitic stainless steels". *Metals.* (2020)
- [8] Ravi Kumar B, Singh R, Mahato B, De PK, Bandyopadhyay NR & Bhattacharya DK. "Effect of texture on corrosion behavior of AISI 304L stainless Steel". *Mater Charact* 54:141–147. (2005)
- [9] Hamada AS, Karjalainen LP & Somani MC. "Electrochemical corrosion behaviour of a novel submicron-grained austenitic stainless steel in an acidic NaCl solution". *Mater Sci Eng A.* 2006;431:211–7
- [10] Ferreira Gomes de Abreu H, de Carvalho SS, de Lima Neto P, dos Santos RP, Nogueira Freire V, de Oliveira Silva PM & Souto Maior Tavares S. "Deformation induced martensite in an AISI 301LN stainless steel: characterization and influence on pitting corrosion resistance". *Mater Res* 10:359–366. (2007)
- [11] Tavares SSM, Da Silva MR, Neto JM, Miraglia S & Fruchart D. "Ferromagnetic properties of cold rolled AISI 304L steel". *J Magn Magn Mater.* 2002;242:1391–4
- [12] Mészáros I & Prohászka J. "Magnetic investigation of the effect of α' -martensite on the properties of austenitic stainless steel". *J Mater Process Technol.* 2005;161:162–8

- [13] Souza Filho IR, Sandim MJR, Cohen R, Nagamine LCCM, Hofmann J, Bolmaro RE & Sandim HRZ. "Effects of strain induced martensite and its reversion on the magnetic properties of AISI 201 austenitic stainless steel". *J Magn Magn Mater*. 2016;419:156–65.
- [14] A. Di Schino & J. M. Kenny, "Grain refinement strengthening of a micro-crystalline high nitrogen austenitic stainless steel", *Materials Letters*, vol. 57, pp. 1830-4, March 01 2003
- [15] A. Di Schino & J. M. Kenny, "Grain size dependence of the fatigue behaviour of a ultrafine-grained AISI 304 stainless steel", *Materials Letters*, vol. 57, pp. 3182-5, July 01 2003.
- [16] D. L. Johannsen, A. Kyrolainen, & P. J. Ferreira, "Influence of annealing treatment on the formation of nano/submicron grain size AISI 301 Austenitic stainless steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37, pp. 2325-38. (2006)
- [17] J. Fava, C. Spinosa, F. Carabedo, & M. Ruch, "Medición de la cantidad de martensita inducida por deformación en aceros inoxidable austeníticos mediante un medidor comercial de ferrita-delta y mediciones de permeabilidad magnética", XI CORENDE, Neuquen, Argentina, (2017).
- [18] J. Fava, F. Carabedo, C. Spinosa, & M. Ruch, "Assessment of the amount of deformation induced martensite: a calibration curve for a commercial delta-ferrite gauge", presented at the ECNDT 2018, Gothenburg, Suecia, 2018.
- [19] J. Fava, C. Spinosa, & F. Carabedo, "Evaluación del contenido de martensita en aceros inoxidable austeníticos laminados en frío", Comisión Nacional de Energía Atómica IN-13- E-151-IM/16, 2016.
- [20] P. A. J Talonen & H Hänninen, "Comparison of different methods for measuring strain induced δ martensite content in austenitic steels", *Material Sciences and Technology*, vol. 20, pp. 1506-12. 2004
- [21] Takaki S, Tomimura, K.; Ueda, S. Effect of pre-cold-working on diffusional reversion of deformation induced martensite in metastable austenitic stainless steel. *ISIJ Int*. 1994
- [22] Salgado Lara, Jorge Luis. "Estudio de la Transformación Inversa de la Martensita Inducida por Deformación en Aceros Inoxidable Austeníticos." Tesis de maestría, Instituto Sabato UNSAM/CNEA, Argentina. 2019
- [23] Soleimani M, Kalhor A, Mirzadeh H. "Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: a review". *Mater Sci Eng A*. 2020;795:140023.

- [24] Tamura I. "Deformation-induced martensitic transformation and transformation-induced plasticity in steels". *Metal Sci.* 1982;16:245–53
- [25] Bolling GF, Richman RH. "The plastic deformation-transformation of paramagnetic fcc Fe–Ni–C alloys". *Acta Metall.* 1970;18:673–81.
- [26] Olson GB, Cohen M. "A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations". *J Less Common Metals.* 1972;28:107–18.
- [27] Das A, Sivaprasad S, Ghosh M, Chakraborti PC, Tarafder S. "Morphologies and characteristics of deformation induced martensite during tensile deformation of 304 LN stainless steel". *Mater Sci Eng A.* 2008;486:283–6.
- [28] Venables JA. "The martensite transformation in stainless steel". *Philos Mag J Theor Exp Appl Phys.* 1962;7:35–44.
- [29] Lo KH, Shek CH, Lai JKL. "Recent developments in stainless steels". *Mater Sci Eng R Rep.* 2009;65:39–104.
- [30] Mangonon PL, Thomas G. "The martensite phases in 304 stainless steel". *Metall Trans.* 1970;1:1577–86.
- [31] Suzuki T, Kojima H, Suzuki K, Hashimoto T, Ichihara M. "An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel". *Acta Metall.* 1977;25:1151–62.
- [32] Padilha AF, Plaut RL, Rios PR. "Annealing of cold-worked austenitic stainless steels". *ISIJ Int.* 2003;43:135–43.
- [33] Shirdel M, Mirzadeh H, Parsa MH. "Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect". *Mater Charact.* 2015;103:150–61.
- [34] . Shen YF, Li XX, Sun X, Wang YD, Zuo L. "Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel". *Mater Sci Eng A.* 2012;552:514–22.
- [35] De AK, Speer JG, Matlock DK, Murdock DC, Mataya MC, Comstock RJ. "Deformation-induced phase transformation and strain hardening in type 304 austenitic stainless steel". *Metall Mater Trans A.* 2006;37:1875–86.
- [36] Biermann H, Solarek J, Weidner A. "SEM investigation of high-alloyed austenitic stainless cast steels with varying austenite stability at room temperature and 100° C". *Steel Res Int.* 2012;83:512–20.

- [37] Kisko A, Misra RDK, Talonen J, Karjalainen LP. "The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15Cr–9Mn–Ni–Cu stainless steel". *Mater Sci Eng A*. 2013;578:408–16.
- [38] Zergani A, Mirzadeh H, Mahmudi R. "Unraveling the effect of deformation temperature on the mechanical behavior and transformation-induced plasticity of the SUS304L stainless steel". *Steel Res Int*. 2020;91:2000114.
- [39] Zergani A, Mirzadeh H, Mahmudi R. "Evolutions of mechanical properties of AISI 304L stainless steel under shear loading". *Mater Sci Eng A*. 2020;791:139667.
- [40] Hecker SS, Stout MG, Staudhammer KP, Smith JL. "Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: part I". *Magn Meas Mech Behav Metall Trans A*. 1982;13:619–26.
- [41] Murr LE, Staudhammer KP, Hecker SS. "Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: part II". *Microstruct study Metall Trans A*. 1982;13:627–35.
- [42] Olson GB, Cohen M. "Kinetics of strain-induced martensitic nucleation". *Metall Trans A*. 1975;6:791–5.
- [43] Naghizadeh M, Mirzadeh H. "Modeling the kinetics of deformation-induced martensitic transformation in AISI 316 metastable austenitic stainless steel". *Vacuum*. 2018;157:243–8.
- [44] San Martín D, Aarts KWP, Rivera-Díaz-del-Castillo PEJ, van Dijk NH, Brück E, van der Zwaag S. "Isothermal martensitic transformation in a 12Cr–9Ni–4Mo–2Cu stainless steel in applied magnetic fields". *J Magn Magn Mater*. 2008;320:1722–8.
- [45] T. Angel, "Formation of martensite in austenitic stainless steel", *Iron Steel Inst*, pp. 165-74, 1954.
- [46] Talonen J, Hänninen H. "Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels". *Acta Mater*. 2007;55:6108–18.
- [47] Schramm RE, Reed RP. "Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels". *Metall Trans A*. 1975;6:1345–51.
- [48] Noh HS, Kang JH, Kim KM, Kim SJ. "Different effects of Ni and Mn on thermodynamic and mechanical stabilities in Cr–Ni–Mn austenitic steels". *Metall Mater Trans A*. 2019;50:616–24.

- [49] Dai QX, Wang AD, Cheng XN, Luo XM. "Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels". *Chin Phys*. 2002;11:596–600.
- [50] Saeed-Akbari A, Imlau J, Prah U, Bleck W. "Derivation and variation in composition-dependent stacking fault energy maps based on subregular solution model in high-manganese steels". *Metall Mater Trans A*. 2009;40:3076–90.
- [51] Acharya S, Moitra A, Bysakh S, Nanibabu M, Krishanan SA, Mukhopadhyay CK, Rajkumar KV, Sasikala G, Mukhopadhyay A, Mondal DK, Ghosh KS, Jha BB, Muraleedharan K. "Effect of high strain rate deformation on the properties of SS304L and SS316LN alloys". *Mech Mater*. 2019;136:103073.
- [52] Staudhammer KP, Murr LE, Hecker SS. "Nucleation and evolution of strain-induced martensitic (bcc) embryos and substructure in stainless steel: a transmission electron microscope study". *Acta Metall*. 1983;31:267–74.
- [53] Ferreira PJ, Vander Sande JB, Fortes MA, Kyrolainen A. "Microstructure development during high-velocity deformation". *Metall Mater Trans A*. 2004;35:3091–101.
- [54] Mirzadeh H, Najafzadeh A. "Correlation between processing parameters and strain-induced martensitic transformation in cold worked AISI 301 stainless steel". *Mater Charact*. 2008;59:1650–4.
- [55] Beese AM, Mohr D. "Effect of stress triaxiality and Lode angle on the kinetics of strain-induced austenite-to-martensite transformation". *Acta Mater*. 2011;59:2589–600.
- [56] Iwamoto T, Tsuta T, Tomita Y. "Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in TRIP steels and modelling of transformation kinetics". *Int J Mech Sci*. 1998;40:173–82.
- [57] Shrinivas V, Varma SK, Murr LE. "Deformation-induced martensitic characteristics in 304 and 316 stainless steels during roomtemperature rolling". *Metall Mater Trans A*. 1995;26:661–71.
- [58] Tomimura K, Takaki S, Tanimoto S, Tokunaga Y. "Optimal chemical composition in Fe-Cr-Ni alloys for ultra grain refining by reversion from deformation induced martensite". *ISIJ Int*. 1991;31:721–7.
- [59] Guy KB, Butler EP, West DRF. "Reversion of bcc α' martensite in Fe–Cr–Ni austenitic stainless steels". *Metal Sci*. 1983; 17:167–76.

- [60] Y.K. Lee, O.J. Kwon, "Effect of conditions of thermomechanical treatment on the reverse transformation behavior from martensite to austenite in metastable austenitic Fe-Cr-Ni steels", *J. Kor. Inst. Mat. Mater.* 31 (1993) 208-215.
- [61] Tomimura K, Takaki S, Tokunaga Y. "Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless steels". *ISIJ Int.* 1991;31:1431–7.
- [62] L. Kaufman, E. V. Clougherty and R. J. Weiss: *Acta Metall.*, II (1963), 323.
- [63] J. F. Breedis and L. Kaufman: *Meta/. Trans.*, 2(1971), 2359.
- [64] L. Kaufman and H. Bernstein: "Computer Calculation of Phase Diagrams", Academic Press, New York & London, (1970), 184.
- [65] A. Knutsson, P. Hedström, and M. Odén, "Reverse martensitic transformation and resulting microstructure in a cold rolled metastable austenitic stainless steel", *Steel Research International*, vol. 79, pp. 433-9, 2008
- [66] Panov, D et al. "Mechanisms of the Reverse Martensite-to-Austenite Transformation in a Metastable Austenitic Stainless Steel". *Metals* 2021, 11, 599.
- [67] Guy, K.; Butler, E.P.; West, D.R.F. "Martensite formation and reversion in austenitic stainless steels". *J. Phys. Colloq.* 1982, 43, C4-575–C4-580, doi:10.1051/jphyscol:1982490.
- [68] ASTM International. "ASTM E8/E8M: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials." ASTM International, 2004.
- [69] Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM). "IRAM IAS U 500-102: Método de ensayo de tracción – Condiciones generales." Buenos Aires, Argentina, 1987.
- [70] Thompson, S.; Tanner, B. "The magnetic properties of pearlitic steels as a function of carbon content". *J. Magn. Magn. Mater.* 1993, 123, 283–298.
- [71] Thompson, S.; Tanner, B. "The magnetic properties of specially prepared pearlitic steels of varying carbon content as a function of plastic deformation". *J. Magn. Magn. Mater.* 1994, 132, 71–88.
- [72] Tanner, B.K.; Szpunar, J.A.; Willcock, S.N.M.; Morgan, L.L.; Mundell, P.A. "Magnetic and metallurgical properties of high-tensile steels". *J. Mater. Sci.* 1988, 23, 4534–4540.
- [73] J. Childress, S. H. Liou, and C. L. Chien, "Ferromagnetism in metastable 304 stainless Steel with bcc structure", *Journal of Applied Physics*, vol. 64, pp. 6059-61, November 15 1988.

- [74] C. Graham, L. Be, M. Citrin, D. Greenstein, and R. Xu, "Reversion of Martensite in 304 Stainless Steel Studied by Dilatometry and Calorimetry", *Journal of Material Sciences and Ingeneering*, vol. 07, pp. 434-7, January 2018.
- [75] Vitor Manoel A. Silva, Cesar G. Camerini, Juan Manuel Pardal, Juan Carlos G. de Blás, Gabriela R. Pereira, "Eddy current characterization of cold-worked AISI 321 stainless steel", *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 7, Issue 3, 2018, Pages 395-401, ISSN 2238-7854.
- [76] M. Beth Stearns, "Itinerant-3 d-electron spin-density oscillations surrounding solute atoms in Fe", *Physical Review B*, vol. 13, pp. 1183-97, February 01 1976.
- [77] M. S. S. Hecker, K. Staudhammer and J. Smith, "Effect of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: Part I. Magnetic measurements and mechanical behavior", *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, pp. 619-26, April 1982.
- [78] Kirsch, B., Hotz, H., Müller, R. et al. "Generation of deformation-induced martensite when cryogenic turning various batches of the metastable austenitic steel AISI 347". *Prod. Eng. Res. Devel.* 13, 343–350 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11740-018-00873-0>
- [79] S. Lee, J. Choi, and W. Nam, "Hardening Behavior of a 304 Stainless Steel Containing Deformation-Induced Martensite during Static Strain Aging", *Materials Transactions*, vol.50, pp. 926-9, April 2009.
- [80] Tihamiyu, A.A., Odeshi, A.G. & Szpunar, J.A. " Austenitic Reversion of Cryo-rolled Ti-Stabilized Austenitic Stainless Steel: High-Resolution EBSD Investigation". *J. of Materi Eng and Perform* 27, 889–904 (2018). <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3180-6>
- [81] Skorupski, Robert, et al. "Influence of Morphology of Deformation Induced α' -Martensite on Stress-Strain Response in a Two Phase Austenitic-Martensitic-Steel." *Key Engineering Materials*, vol. 592-593, 2014, pp. 582-585.
- [82] J. Fava, C. Spinosa, M. Ruch, F. Carabedo, M. Landau, G. Cosarinsky, et al., "Characterization of reverse martensitic transformation in cold-rolled austenitic 316 stainless steel", *Matéria (Rio de Janeiro)*, vol. 23, 2018.
- [83] G. Cosarinsky, J. Fava, M. Ruch, and A. Bonomi, "Material Characterization by Electrical Conductivity Assessment Using Impedance Analysis", *Procedia Materials Science*, vol. 9, pp. 156-62, January 01, 2015.

- [84] G. Cosarinsky, J. Fava, M. C. Ruch, M. Georgetti, and A. Bonomi, "Determinación de permeabilidades magnéticas en mediciones de corrientes inducidas", in IX Congreso Regional de Ensayos no Destructivos y Estructurales (IX CORENDE) y Jornadas de Soldadura, Mar del Plata, Argentina, 2013.
- [85] M. C. Ruch, J. Fava, C. Spinosa, M. Landau, G. Cosarinsky, A. Savin, et al., "Characterization of Cold Rolling-Induced Martensite in Austenitic Stainless Steels", presented at the 19th World Conference on Non-Destructive Testing, Munich, Germany, 2016.
- [86] T. Theodoulidis and E. E. Kriezis, "Eddy current canonical problems (with applications to nondestructive evaluation)", 2006.
- [87] ASTM. (2004). "Standard Practice for Quantitative Measurement and Reporting of Hypoeutectoid Carbon and Low-Alloy Steel Phase Transformations" (ASTM Designation: A1033-04). ASTM International.
- [88] Pickering, E., Collins, j., & Taylor, M. (n.d). "Dilatometer Quenching Test". Retrieved from <https://lightform-group.github.io/wiki/experiments/quencing-dilatometry​>. Acceso: Marzo 2023.
- [89] Moravec, J; Mičian, M; Málek, M; Švec, M. "Determination of CCT Diagram by Dilatometry Analysis of High-Strength Low Alloy S960MC Steel". Materials 2022, 15, 4637. <https://doi.org/10.3390/ma151334637>
- [90] Górká, J. Janicki, D., Fidali, M. et al. "Thermographic Assessment of the HAZ Properties and Structure of Thermomechanically Treated Steel". Int J Termophys 38, 183 (2017). <https://doi.org/10.1007/s10765-017-2320-9>
- [91] Mola, Javad. "Dilatometry Analysis of Cementite Precipitation in Medium Mn High Carbon Steels". In Proceedings of the ICAS & HMnS, Chengdu, China, 16-18 November (2016).
- [92] Málek, Miloslav et al. "Determination of Phase Transformation Temperatures by Dilatometric Test of S960MC Steel". (2021).
- [93] Elshaer, R.N., Ibrahim, K.M., Barakat, A.F., Farahat, A.I. and Abbas, R.R. (2019) "Determination of Phase Transformation for TC21 Ti-Alloy by Dilatometry Method". Open Journal of Metal, 9, 1-10. <https://doi.org/10.4236/ojmetal.2019.91001>
- [94] Pawłowski, Bogdan. "Dilatometric examination of continuously heated austenite formation in hypoeutectoid steels". Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. 54. 185-193. (2012)

- [95] Milkereit, Benjamin, et al. "Detection of Quench Induced Precipitation in Al Alloys by Dilatometry." *Materials Science Forum*, vol. 877, 2016, pp. 147-152.
- [96] Šesták J, Hubík P, Mareš JJ. "Hot topics in thermal analysis and calorimetry, vol. 11". Berlin: Springer; 2017.
- [97] Svoboda, R., Málek, J. "Importance of proper baseline identification for the subsequent kinetic analysis of derivative kinetic data: part 1". *J Therm Anal Calorim* 124, 1717–1725 (2016).
- [98] Svoboda, R. "Importance of proper baseline identification for the subsequent kinetic analysis of derivative kinetic data: part 2". *J Therm Anal Calorim* 131, 1889–1897 (2018).
- [99] Svoboda, R. "Importance of proper baseline identification for the subsequent kinetic analysis of derivative kinetic data: part 3". *J Therm Anal Calorim* 136, 1307–1314 (2019).
- [100] Hong-Seok Yang & H. K. D. H. Bhadeshia. "Uncertainties in the Dilatometric Determination of the Martensite-Start Temperature". *Materials Science and Technology* 23 (2007): 556-560.
- [101] San Martin, D., Rivera-Díaz-del-Castillo, P.E.J. et al. "In situ study of austenite formation by dilatometry in a low carbon microalloyed steel". *Scripta Materialia* 58 (2008) 926-929. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.01.019>
- [102] Vazques-Gomez, O., Gallegos-Pérez, A. i., López-Martínez, E. (2019). "Criteria for the dilatometric análisis to determine the transformation kinetics during continuous heating". *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 135, 2985-2993.
- [103] Kop, T.A., Siestma, J., Van der Zwaag, S. "Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels". *Journal of Material Science*, 36, 519-526. (2001)
- [104] Shirdell, M., Mirzadeh, H., M. H. Parsa. "Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect". *Materials Characterization*. (2015)
- [105] Sun, G. S., Hu, J., Zhang, B., & Du, L. "The significant role of heating rate on reverse transformation and coordinated straining behavior in a cold-rolled austenitic stainless Steel". *Materials Science and Engineering: A*, 732, 350-358. (2018)
- [106] Liu T, Long M, Fan H, et al. "Dilatometric determination of four critical temperatures and phase transition fraction for austenite decomposition in hypo-eutectoid steels using peak separation method". *Journal of Materials Research*. 2018;33(8):967-977

- [107] Antti Järvenpää, Matias Jaskari, Anna Kisko., & Pentti Karjalainen. "Processing and Properties of Reversion-Treated Austenitic Stainless Steels".
- [108] Pawłowski, Bogdan. "Determination of critical points of hypoeutectoid steels. Archives of Metallurgy and Materials". Archives of Metallurgy and Materials. Vol. 57, Issue 4. (2012).
- [109] Panov, D.O., Smirnov, A.I. "Features of austenite formation in low-carbon steel upon heating in the intercritical temperature range". Phys. Metals Metallogr. 118, 1081–1090 (2017).
- [110] Wodjyr, M. "Fityk: a general purpose peak fitting program". Journal of Applied Crystallography, 43(5), 1126-1128. (2010)
- [111]: White, S. A. "A Barkhausen Noise Testing System for CANDU Feeder Pipes". Queen's University. Extraído de: <https://qspace.library.queensu.ca/handle/1974/1994>. (2009)
- [112] W. Heisenberg. "Mehrkörperproblem und resonanz in der quantenmechanik Zeitschrift für Physik". 38:411-426, 1926.
- [113] P.A.M. Dirac. "On the Theory of quantum mechanics". Proceedings of the Royal Society of London, Series A, 122:661-677, 1926.
- [114] B.D. Cullity. "Introduction to Magnetic Materials". Addison-Wesley, 1972.
- [115] M.R.N. Astudillo. "Caracterización de Materiales con Técnicas de Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica". Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, Instituto Sabato. 2017.
- [116] B. D. Cullity and C. D. Graham. "Introduction to Magnetic Materials". Addison-Wesley, 2009.
- [117] Edgar, H., Capó-Sánchez, J., Farina, P. F. S., Padovese, L. R., & Goldenstein, H. "The use of Barkhausen noise to study the martensitic phase transformation. Diffusion and Defect Data", Solid State Phenomena, 172-174. (2011)
- [118] Aggarwal, R., Rathore, S., Singh, J. K., Tiwari, M., India, M. P., Gupta, V. K., & Khare, A. "Noise Reduction of Speech Signal using Wavelet Transform with Modified Universal Threshold". International Journal of Computer Applications, 20(5), 975–8887. (2011)
- [119]: Dautov, Çiğdem Polat, and Mehmet Sıraç Özerdem. "Wavelet transform and signal denoising using Wavelet method." 2018 26th Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU), 2018.

- [120] Tu Le Manh, F. Caleyo, J.M. Hallen, J.A. Pérez Benítez, J.H. Espina Hernández. "Novel method for the accurate determination of magnetocrystalline energy from Barkhausen noise in ferromagnetic materials", *Materials Science and Engineering: B*, Volume 225, Pages 98-107, ISSN 0921-5107. (2007)
- [121] Rodriguez, J. L., Perez–Benitez, J. A., Capo–Sanchez, J., Padovese, L. R., & Betancourt–Riera, R. (2008). "Dependence of Barkhausen jump shape on microstructure in carbon steel". *Revista Mexicana de Física*, 54(supl.2).
- [122] T.L. Mahn, J.A. Benitez, J.H. Hernandez, J.M. López. "Barkhausen Noise for Nondestructive Testing and Materials Characterization in Low-Carbon Steels". *Woodhead Publishing Series in Electronic And Optical Materials*. 2020.
- [123] Santos, T. Abreu, F. "Influence of heating rate on the reversion of strain-induced martensite in AISI 304 austenitic stainless steel." *Rem Revista Escola de Minas*, vol. 62, no. 1, 2009, pp. 53-58.
- [124] Shirazi, H., and Miyamoto, G. "Microstructural evaluation of austenite reversion during intercritical annealing of Fe–Ni–Mn martensitic steel." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 577, 2012, pp. S147-S152.
- [125] Padilha, Angelo F., Martins, Luis F. M., and Plaut, R. L. "Effect of carbon on the cold-worked state and annealing behavior of two 18wt%Cr-8wt%Ni austenitic stainless steels." *ISIJ International*, 1998.
- [126] Haeßner, F. Lesley, R. Padilha, A. "Separation of Static Recrystallization and Reverse Transformation of Deformation-induced Martensite in an Austenitic Stainless Steel by Calorimetric Measurements". *Isij International - ISIJ INT*. 43. 1472-1474. (2003)
- [127] I. Ben-Haroe, A. Rosen & I. W. Hall (1993) "Evolution of microstructure of AISI 347 stainless steel during heat treatment", *Materials Science and Technology*, 9:7, 620-626.
- [128] M. Ferry, D. Muljono, D. P. Dunne, "Recrystallization Kinetics of Low and Ultra Low Carbon Steels during High-rate Annealing", *ISIJ International*, 2001, Volume 41, Issue 9, Pages 1053-1060, Released on J-STAGE May 31, 2007, Online ISSN 1347-5460, Print ISSN 0915-1559,
- [129] Kisko. A, Rovatti. L, Misra. D, Sahu. P, Talonen, (2013). "Studies on Martensite Transformation in a Metastable Austenitic Cr-Mn Stainless Steel". *Materials Science Forum*. 762.
- [130] Mangonon, P.L., Thomas, G. "Structure and properties of thermal-mechanically treated 304 stainless steel". *Metall Trans* 1, 1587–1594 (1970). <https://doi.org/10.1007/BF02642004>

- [131] Padilha, A. F., & Guedes, L. C. (1994). "Acos inoxidáveis austeníticos: microestrutura e propriedades". São Paulo: Hemus.
- [132] Järvenpää, A.; Jaskari, M.; Man, J.; Karjalainen, L.P. Austenite stability in reversion-treated structures of a 301LN steel under tensile loading. *Mater. Charact.* 2017, 127, 12–26, doi:10.1016/j.matchar.2017.01.040
- [133] Lee, S.-J.; Park, Y.-M.; Lee, Y.-K. Reverse transformation mechanism of martensite to austenite in a metastable austenitic alloy. *Mater. Sci. Eng. A* 2009, 515, 32–37,
- [134] Naghizadeh, M., Mirzadeh, H. Microstructural Evolutions During Reversion Annealing of Cold-Rolled AISI 316 Austenitic Stainless Steel. *Metall Mater Trans A* 49, 2248–2256 (2018).
- [135] Sara Kheiri, Hamed Mirzadeh, Meysam Naghizadeh, Tailoring the microstructure and mechanical properties of AISI 316L austenitic stainless steel via cold rolling and reversion annealing, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 759, 2019, Pages 90-96, ISSN 0921-5093.
- [136] Sohrabi, Mohammad Javad & Mirzadeh, Hamed & Dehghanian, Changiz. (2020). Microstructure and mechanical properties of cold rolled AISI 304L and 316L austenitic stainless steels during reversion annealing.
- [137] M. Eskandari, A. Najafizadeh, A. Kermanpur, Effect of strain-induced martensite on the formation of nanocrystalline 316L stainless steel after cold rolling and annealing, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 519, Issues 1–2, 2009, Pages 46-50, ISSN 0921-5093,
- [138] M. Naghizadeh and H. Mirzadeh: *Metall. Mater. Trans. A*, 2016, vol. 47A, pp. 5698–5703.
- [139] G. Gottstein and L.S. Shvindlerman: *Grain Boundary Migration in Metals: Thermodynamics, Kinetics, Applications*, 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, 2010.
- [140] P. Marshall: *Austenitic Stainless Steels: Microstructure and Mechanical Properties*, Springer Science & Business Media, New York 1984.
- [141] Huang, Q., Volkova, O., Biermann, H. et al. Dilatometry Analysis of Dissolution of Cr-Rich Carbides in Martensitic Stainless Steels. *Metall Mater Trans A* 48, 5771–5777 (2017).
- [142] Hong-Seok Yang & H. K. D. H. Bhadeshia (2007) Uncertainties in dilatometric determination of martensite start temperature, *Materials Science and Technology*, 23:5, 556-560.

- [143] Neyra Astudillo, Miriam & Núñez, Nicolás & Lopez Pumarega, Maria & Ferrari, Guido & Ruzzante, Jose & Gómez, Martín. (2022). Study of martensite induced by deformation with Magnetic Barkhausen Noise Technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 556.
- [144] Neyra Astudillo, Miriam & Rocío, Miriam & Lopez Pumarega, Maria & Bastidas, María & Ruzzante, Jose & Gómez, Martín & Ferrari, Guido & Padovese, L.R. & Linilson, & Nuñez, Nicolás. (2019). Análisis de Ruido Magnético Barkhausen en acero AISI 304.
- [145] X. Kleber, S. Pirfo Barroso, Investigation of shot-peened austenitic stainless steel 304L by means of magnetic Barkhausen noise, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 527, Issues 21–22, 2010, Pages 6046-6052, ISSN 0921-5093.
- [146] Neslušán M, Šugárová J, Haušild P, Minárik P, Čapek J, Jambor M, Šugár P. Barkhausen Noise Emission in AISI 321 Austenitic Steel Originating from the Strain-Induced Martensite Transformation. *Metals*. 2021; 11(3):429
- [147] A. Vincent, L. Pasco, M. Morin, X. Kleber, M. Delnondedieu, Magnetic Barkhausen noise from strain-induced martensite during low cycle fatigue of 304L austenitic stainless steel, *Acta Materialia*, Volume 53, Issue 17, 2005, Pages 4579-4591, ISSN 1359-6454,
- [148] Padovese, L.R., Martin, N., & Millioz, F. (2009). Time-frequency and Time-Scale analysis of Barkhausen noise signals. To appear in *Journal Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*.