

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTIN
COMISION NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
“Prof. Jorge A. Sabato”**

Caracterización de Materiales con Técnicas de Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica

Por Lic. Miriam Rocío Neyra Astudillo

Directora

Dra. María Isabel López Pumarega

**Tesis para optar al título de Doctora en Ciencia y Tecnología, Mención
Materiales.**

Republica Argentina

2017

Esta Tesis Doctoral, es presentada en el Instituto Sabato (Universidad Nacional de San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica), para optar al grado de Doctora en Ciencia y Tecnología, Mención Materiales.

Este trabajo fue realizado en el Grupo ICES y Ondas Elásticas, Gerencia GAllyAN, Centro Atómico Constituyentes, Comisión Nacional de Energía Atómica, Argentina.

Lic. Miriam Rocío Neyra Astudillo.

e-mails: neyra@cnea.gov.ar

mneyrast@gmail.com

Resumen

Palabras claves: ferromagnetismo, Ruido Magnético Barkhausen; Emisión Magneto Acústica; acero de recipiente de presión; aceros inoxidables; deformación; transformación de fase austenita-martensita.

En el presente Trabajo de Tesis se aplicaron y estudiaron, simultáneamente las técnicas del Ruido Magnético Barkhausen (RMB) y la Emisión Magneto Acústica (EMA), aplicadas en probetas de diferentes materiales ferromagnéticos, a fin de poder vincular los resultados de dichas técnicas, con su caracterización microestructural. Este trabajo se desarrolló en tres partes que se detallan a continuación.

En la primera parte se estudió la anisotropía magnética en el acero forjado A508 clase II, utilizado para recipientes a presión en centrales nucleares. La probeta utilizada no sufrió ningún proceso de irradiación ya que fue resguardada como material testigo para su estudio. Se realizaron los siguientes análisis: composición química, caracterización metalúrgica, dureza, espectroscopía de energía dispersiva, técnica de impresión de Baumann y análisis de textura cristalográfica. El análisis de los resultados del RMB y la EMA, permitieron determinar las conexiones entre la anisotropía magnética, la textura y la microestructura del material. Las deducciones sugieren claramente que la dirección del flujo plástico real, fue diferente de la dirección de forjado indicada.

En la segunda parte se estudiaron 5 grupos de diferentes aceros inoxidables ferríticos AISI: 409, 430, 439, 441A y 444, provistas en forma de placas por AcerlorMittal, Brasil. En un principio, se estudió de manera preliminar el RMB y la EMA en el material en estado original. Se presentan los resultados obtenidos respecto a la composición química, microestructural y textura cristalográfica. Posteriormente de los 5 aceros se eligieron tres, de acuerdo a su dureza (AISI: 409, 430 y 441A). Por cada placa se obtuvieron probetas bajo Norma, para ensayos de tracción uniaxial, cortadas en la dirección de laminación y transversal. Las probetas fueron montadas en una máquina de tracción y deformadas con cuatro porcentajes diferentes dentro de la zona plástica. Luego de cada deformación se realizaron las mediciones de RMB y EMA, a fin de obtener una correlación con el esfuerzo aplicado y la anisotropía magnética. Se complementó este estudio con el análisis microestructural, de textura cristalográfica y del ciclo de histéresis. Las mediciones en los diferentes porcentajes de deformación, indicaron una dependencia monótona decreciente de la EMA, mientras que la relación con el RMB fue más compleja.

Finalmente, se estudió el acero austenítico AISI 304 (no magnético) mediante deformación plástica, induciéndose así la creación de martensita (magnética). Se cortaron probetas normalizadas, en la dirección de laminación y transversal. Estas probetas fueron ensayadas en una máquina hidráulica de tracción uniaxial, con la cual se aplicaron distintas cargas hasta la ruptura, detectándose al mismo tiempo el RMB producido. Se complementó el estudio con el análisis microestructural, la textura cristalográfica y el ciclo de histéresis. El RMB analizado, fue correlacionado con los estudios anteriores y la nueva fase martensítica creada. El RMB brindó la posibilidad de detectar el inicio de la transformación martensítica y seguir su evolución durante el proceso de deformación, permitiendo también estimar el porcentaje de martensita.

Tanto el RMB como la EMA, demostraron ser apropiados para complementar la caracterización microestructural de estos materiales ferromagnéticos y mejorar la comprensión de los fenómenos físicos involucrados.

Abstract

Keywords: ferromagnetism, Magnetic Barkhausen Noise, Magneto Acoustic Emission, pressure vessel steel, ferritic stainless steels, austenitic stainless steel, austenitic-martensitic phase transformation.

In this Thesis, the techniques of Magnetic Barkhausen Noise (MBN) and Magneto Acoustic Emission (MAE), were applied and studied simultaneously on specimens obtained from different ferromagnetic materials. The aim was to relate the results of the above-mentioned techniques with their microstructural state. This work was developed in three stages.

In the first stage, the magnetic anisotropy in A508 class II steel used for pressure containers in nuclear power stations, was studied. The specimen did not suffer any process of irradiation and it was conserved as “witness material”. For its microstructural and magnetic characterization, the following studies were realized: chemical composition, metallurgical, Baumann’s printing Technique, hardness, spectroscopy of dispersive energy, and analysis of crystallographic texture. The material was studied with MBN and MAE techniques. The analysis of these results allowed determining the connections between the magnetic anisotropy, the texture and the microstructure of the material. The results suggest clearly that the direction of the plastic flow was different from the forge direction indicated by the supplier of the material.

In a second stage, five groups of different samples of ferritic stainless steels AISI: 409, 430, 439, 441A and 444 were studied. They were provided in form of plates by AcerlorMittal, Brazil. In a beginning, as a preliminary step, the MBN and the MAE were studied on the material in their original states. The results were related with their chemical composition, microstructural state and crystallographic texture. In a second part, they were selected). Three of the five steels, were selected according with their hardness, from the softest to the hardest (AISI: 409, 430 and 441A). From them, specimens according to Standard were cut in the direction of lamination and others in transversal direction, then they were submitted to uniaxial traction up to four deformation values inside the zone of plastic deformation. After every deformation step, they were submitted to MBN and MAE measurements, in order to obtain a correlation with the applied stress and the magnetic situation of the material. In addition the magnetic anisotropy of the specimens was studied, for every deformation. The study complemented itself with the microstructural analysis, of crystallographic texture and of the hysteresis cycle. The measurements in different deformation stages indicated a monotonous diminishing dependence of MAE with the deformation, whereas the relation with the MBN was more complex.

In a third stage the austenitic (not magnetic) steel was studied producing plastic deformation that induced the martensitic transformation (magnetic). Normalized specimens were cut in the lamination direction and transversely. These specimens were tested in a hydraulic uniaxial traction machine, with which different loads up to fracture. The MBN produced was detected at the same time. These studies were complemented with microstructural analysis, crystallographic texture and hysteresis

cycle. The growing MBN was correlated with the new martensitic phase created by deformation. The MBN offers the possibility of detecting the beginning of the martensitic transformation and its evolution during the deformation process, allowing an estimation of its production.

The MBN and MAE, both have demonstrated to be appropriated to improve the microstructural characterization of the ferromagnetic materials and the physical phenomena involved

Publicaciones Internacionales con Referato, en Temas de esta Tesis

1. **“Magnetic Barkhausen noise and magneto acoustic emission in pressure vessel steel”**, Miriam Rocío Neyra Astudillo, María Isabel López Pumarega, Nicolás Marcelo Núñez, Alberto Pochettino, José Ruzzante, “Journal of Magnetism and Magnetic Materials”, V.426, pp. 779–784, enero del 2017.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.10.115>
2. **“Comportamiento magnético del acero AISI 304 en ensayos de tracción uniaxial”**, Miriam Rocío Neyra Astudillo, Hugo Juan Scagnetti, Nicolás Nuñez, Guido Ferrari, Maria Isabel López Pumarega, Martin Gómez, José Ruzzante, Linilson Padovese Rodrigues, aceptado para su publicación en la Revista MATERIA, 2017.
3. **“Ruido magnético Barkhausen para el estudio de la anisotropía magnética en aceros inoxidables”**, Miriam Rocío Neyra Astudillo, Nicolás Nuñez, María Isabel López Pumarega, José Ruzzante, Linilson Padovese Rodrigues, aceptado para su publicación en la Revista MATERIA, 2017.
4. **“Correlation between Martensitic Phase Transformation and Magnetic Barkhausen Noise of AISI 304 Steel”** Miriam Rocío Neyra Astudillo, Marcelo Núñez Nicolás, José Ruzzante, Martín Pedro Gómez, Guido Claudio Ferrari, Linilson Rodrigues Padovese, María Isabel López Pumarega, Procedia Materials Science ELSEIVER, ISSN: 2211-8128, doi:10.1016/j.mspro.2015.05.014, pp. 435-443, 2015.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211812815001984>
5. **“Magnetic Barkhausen Noise and Magneto Acoustic Emission in Stainless Steel Plates”**, Neyra Astudillo Miriam Rocío, Núñez Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante José, Padovese Linilson, Procedia Materials Science, ISSN: 2211-8128, ELSEIVER, doi:10.1016/j.mspro.2015.04.124, V. 8, pp. 674-682, 2015.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221181281500125X>
6. **“Magneto Acoustic Emission and Barkhausen Noise in A 508 Class II Steel”**, Miriam R. Neyra Astudillo, Nicolás Núñez, Darío. N. Torres, Isabel López Pumarega, José Ruzzante, e-Journal of NDT (eJNDT), ISSN 1435-4934, 2012.
7. **“Analysis of Barkhausen Noise Signals of Samples Fe-1% Cu”**, V. I. Ortega Paredes, M. R. Neyra Astudillo, N. Núñez, J. E. Ruzzante, M. I. López Pumarega, M. P. Gómez, D. N. Torres, Procedia Materials Science, ISSN: 2211-8128, ELSEVIER, V.1, pp. 651–658, 11th International Congress on Metallurgy & Materials SAM/CONAMET 2011, 2012.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211812812000892>

Publicaciones en Actas de Congreso con Referato

a) Trabajos que forman parte de esta Tesis.

1. **“Análisis de Ruido Magnético Barkhausen en acero AISI 304”** Neyra Astudillo Miriam Rocío, Núñez Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante José, Gómez Martín, Ferrari Guido, Rodrigues Padovese Linilson: “28th internacional congreso of Condition Monitoring and Diagnostic Engineering X Congreso Regional de Ensayos No Destructivos y Estructurales”, ISBN: 978-987-23957-6, 1-4 de diciembre 2015.
<http://www.aaende.org.ar/Comadem2015Corende/actas/listado.asp>
2. **“Relación entre Transformación Martensítica y Ruido Magnético Barkhausen en Acero AISI 304”**, Neyra Astudillo Miriam Rocío, Núñez Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante José, Gómez Martín, Ferrari Guido, Rodrigues Padovese Linilson. Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales 14^o SAM CONAMET/ XIII IBEROMAT /MATERIA 2014, 1^a ed. Santa Fe: Universidad Nacional del Litoral, 2014, E-book, ISBN 978-987-692-043-8, ID 4432, Santa Fe, Argentina, 21-24 de octubre, 2014.
3. **“Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica en Ensayos de Tensión Uniaxiales en Aceros Inoxidables”**, Neyra Astudillo Miriam Rocío, Núñez Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante José Rodrigues Padovese Linilson. Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales 14^o SAM CONAMET/ XIII IBEROMAT /MATERIA 2014, 1^a ed. Santa Fe: Universidad Nacional del Litoral, 2014, E-book, ISBN 978-987-692-043-8, ID 4406, Santa Fe, Argentina, 21-24 de octubre, 2014.
4. **“Caracterización no Destructiva de Aceros inoxidables usando Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica”**, Neyra Astudillo Miriam Rocío, Sánchez Gabriel, Núñez Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante José, Rodrigues Padovese Linilson", 20 Conferencia del Acero IAS 2014", 5-6 de noviembre del 2014, Rosario, Argentina.
5. **“Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica en Placas de Acero Inoxidable”**, Neyra Astudillo, Miriam Rocío, Núñez, Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante, José, Rodrigues Padovese, Linilson, Memorias 13^{er} Congreso Internacional en Ciencia y Tecnología de Metalurgia y Materiales, Simposio Internacional sobre Materiales Lignocelulósicos, SAM-CONAMET, 1^a ed. Editorial Universitaria de la Universidad Nacional de Misiones EdUNaM, E-Book, ISBN 978-950-579-276-4, Iguazú, Misiones, 20-23 agosto, 2013.
6. **“Emisión Magneto Acústica y Ruido Magnético Barkhausen”**, Neyra Astudillo M. R., Núñez N., López Pumarega M. I., Ruzzante J. E., “Asociación Argentina de Tecnología Nuclear, XXXIX Reunión Anual AATN”, Buenos Aires, 3-7 de diciembre de 2012, [INIS-AR-C--1705](https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:47102511), V.47, Issue 41, https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:47102511.

b) Otros Trabajos publicados.

1. **“Caracterización No Destructiva en Uniones Soldadas”**, Miriam R. Neyra Astudillo, María Isabel López Pumarega, Ayelen M. Caballero, Luciana Burroni, José Ruzzante, Wadi Chiapparoli, envió del Resumen y Trabajo completo al 11^{avo} Congreso Regional de Ensayos No Destructivos Estructurales, CORENDE, Neuquen, Argentina, 04 al 06 de octubre del 2017.
2. **“Análisis de Emisión Acústica en un Cordon de Soldadura”**, Miriam R. Neyra Astudillo, María Isabel López Pumarega, Ayelen M. Caballero, Luciana Burroni, José Ruzzante, Wadi Chiapparoli, “9° Encuentro del Grupo Latinoamericano de Emisión Acústica, E GLEA 9”, Misiones, Argentina, 29 al 31 de agosto de 2017.
3. **“Estudio de un Cordón de Soldadura mediante Fuentes Simuladas de Emisión Acústica”**, Daniel Saa, Miriam R. Neyra Astudillo, María Isabel López Pumarega, José Ruzzante, Wadi Chiapparoli, “9° Encuentro del Grupo Latinoamericano de Emisión Acústica, E GLEA 9”, Misiones, Argentina, 29 al 31 de agosto de 2017.
4. **“Ruido Barkhausen en Álabes de Turbina”**, Neyra Astudillo, Miriam, Ortega Paredes, Valeria, Núñez Nicolas, Ruzzante, José. E., Lopez Pumarega, M. I., Marengo, José, Marengo Rodríguez, Fernando A., Congreso Binacional de Metalurgia y Materiales, 8vo CORENDE, VIII Congreso Regional de ENDE, Campana, Argentina, agosto 2011.
5. **“Análisis de Señales de Ruido Barkhausen de Muestras de Fe–1 Wt % Cu”**, V. I. Ortega Paredes, M. R. Neyra Astudillo, N. Nuñez, J. E. Ruzzante, M. I. López Pumarega, M. P. Gómez, D. N. Torres, 11 Congreso Binacional de Metalurgia y Materiales, SAM/CONAMET 2011, ISBN 978-987-27308-02, Rosario, Argentina, 18-21 de octubre de 2011.

Otras Presentaciones en Congresos Internacionales

1. **“Comportamiento magnético del acero AISI 304 en ensayos de tracción uniaxial”**, Miriam Rocío Neyra Astudillo, Hugo Juan Scagnetti, Nicolás Núñez, Guido Ferrari, María Isabel López Pumarega, Martin Gómez, José Ruzzante, Linilson Padovese Rodrigues, 16° Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 16° SAM-CONAMET, Córdoba, Argentina, 22 al 25 de noviembre de 2016.
2. **“Ruido magnético Barkhausen para el estudio de la anisotropía magnética en aceros inoxidables”**, Miriam Rocío Neyra Astudillo, Nicolás Núñez, María Isabel López Pumarega, José Ruzzante, Linilson Padovese Rodrigues, 16° Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 16° SAM-CONAMET, Córdoba, Argentina, 22 al 25 de noviembre de 2016.
6. **“Ruido Magnético Barkhausen en uniones soldadas”**, Jorge M. Gianfelice, Miriam Rocío Neyra Astudillo, José Ruzzante, Maria Isabel López Pumarega, Ayelen M. Caballero, Maria Di Giuseppe, Wadi Chiapparoli, “16° Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 16° SAM-CONAMET, Córdoba, Argentina, 22 al 25 de noviembre de 2016.

Proyectos científico-tecnológicos de los que participó esta Tesis

El desarrollo de este Trabajo de Tesis, fue parte de un Proyecto de Investigación Internacional, PICT-CNPq 2008-00026: “Emisión Acústica y Efecto Barkhausen” entre el CNPq de Brasil, y la ANPCyT de Argentina. Los investigadores Responsables fueron: por Argentina: Dra. María Isabel López Pumarega, y por Brasil: Dr. Linilson Rodrigues Padovese, Laboratorio de Dinámica e Instrumentación (LADIN), Universidad de San Pablo, Brasil. El Proyecto tuvo una duración de tres años, desde el 30/11/2009 hasta el 20/11/2013, recibiendo un subsidio total de \$ 241000. El Proyecto incluyó una Beca Doctoral de tres años que comenzó en agosto del 2010 y permitió cubrir el desarrollo de los primeros años de esta Tesis.

Durante el transcurso de esta Tesis la Lic. Miriam Rocío Neyra Astudillo realizó una Pasantía de trabajo experimental en Ruido Magnético Barkhausen, en el LADIN de la Universidad de San Pablo, Brasil, durante setiembre del 2012.

Una vez culminado el PICT-CNPq, el tema de investigación pasó a formar parte de las líneas de investigación propias de CNEA, continuando en la actualidad.

Agradecimientos

Esta Tesis, como tantas otras, es el resultado de un largo tiempo de trabajo, esfuerzo y reflexión. Asimismo, es fruto de un camino en el que muchas personas e instituciones han dado su apoyo para que pueda llevarse a cabo. Intentaré, representar a todas ellas, aunque mi gratitud no se reduce a esta lista.

Primero y antes que nada, dar gracias a Dios, por estar conmigo en cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente y por haber puesto en mi camino a aquellas personas que han sido mi soporte y compañía durante todo este periodo de estudio.

Agradecer hoy y siempre, a mi familia porque a pesar de no estar presentes físicamente, se que procuran mi bienestar desde mi país, Perú. A mí querido padre Jorge, que siempre me inculca el interés por el progreso constante y la práctica de la tenacidad en la labor ordinaria; a mi querida madre Vicenta, que aunque no esté ya entre nosotros sigue viva en mi pensamiento; y cuyo estímulo fue mi impulso para llegar al final. Y cómo no olvidar a mis hermanos: Ysabel, Toño, Hugo, Aldo y Janeth, porque aún desde la distancia he recibido su incondicional apoyo y cariño. En este mundo global, las relaciones no se miden por la distancia física sino por la cercanía emocional.

A la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica (ANPCyT), que a través del Proyecto de Investigación Bilateral, CNPq de Brasil, y ANPCyT de Argentina, PICT-CNPq 2008-00026: "Emisión Acústica y Efecto Barkhausen", me permitió postular a la Beca y formar parte del mismo.

A la Dra. María Isabel López Pumarega directora del Proyecto citado y de esta tesis Doctoral, por la orientación, el seguimiento y la supervisión continua de la misma, pero sobre todo por la motivación y su apoyo incondicional recibido a lo largo de estos años.

Al Dr. Martín Gómez por la confianza en haber permitido desarrollar esta Tesis en el Departamento bajo su dirección, por haber conseguido ayuda monetaria para mi sustento luego de finalizada la Beca del PICT y por su participación en parte de esta Tesis.

Al Dr. José Ruzzante por su participación en la primera parte del trabajo de Tesis, su invalorable ayuda, aportes y su generosidad.

A todos mis amigos, sin excluir a ninguno, pero en especial a Rocío, Pablo, Mariana, Valeria, Ana Rosa, por escucharme, aguantarme y animarme a seguir adelante. Gracias por estar no sólo en los buenos momentos.

A mis compañeros y amigos del Departamento ICES-Ondas Elásticas: Valeria, Lucas, Diego, Hernán S., Hernán X., Dino, Néstor, Diego y Graciela por su camaradería y colaboración.

A Nicolás Núñez, Técnico del Grupo y amigo, por todo el apoyo recibido, la paciencia y buena disposición para ayudarme en la realización de los ensayos del RMB y EMA. Gracias por los consejos técnicos y personales.

A Mary por todos estos años compartidos. Gracias por escucharme y aconsejarme. Gracias por tu amistad.

A mis compañeros del Grupo de Emisión Acústica de la Facultad Regional Delta, Universidad Tecnológica Nacional, Martin, Guido, Dante Peix, Luciana, Ayelen, Lucia, Nicolas, Dante, Andy, Dami y Angel, por su camaradería y por haber hecho tan agradable mi estancia.

A Guido Ferrari, de la Facultad Regional Delta, Universidad Tecnológica Nacional, por su generosidad y su imprescindible colaboración en la realización de los ensayos de tracción uniaxial en línea, por la confianza y el apoyo brindado para colaborar como docente en el Curso de Elementos de Ciencia de los Materiales de la Especialización en Ensayos Estructurales y Ensayos No Destructivo, dictado en la misma Facultad. Gracias por tu amistad.

Al Dr. Pochettino, por su participación en una parte del trabajo y su imprescindible ayuda en las discusiones sobre textura cristalográfica.

Al Dr. Ignacio Mieza, por su aporte en la discusión de parte de este trabajo.

Al Dr. Miguel Vicente Álvarez, de la Gerencia de Área Energía Nuclear, CAB, por la terminación de la textura cristalográfica y por su aporte.

A Guillermo Arnaldo, Ricardo Montero y Ramón Castillo Guerra, de la Gerencia de Materiales, por el apoyo brindado en los trabajos de metalografía y dureza.

A Adriana Domínguez, de la Gerencia de Materiales, por la colaboración brindada en los trabajos de microscopía electrónica de barrido.

A Juan Bonaparte, de la Gerencia del GAIyANN, por las mediciones de impedancia de la bobina sensora.

A Daniel Rodríguez, de la Gerencia del GAIyANN, por las mediciones de conductividad.

A Guillermo Cosarinsky, de la Gerencia ENDE, por su colaboración en las mediciones con el Ferrideltímetro.

A Javier Lafont, de la Gerencia ENDE, por sus mediciones del campo magnético.

A Joaquín Sacanell, de la Gerencia de Física Condensada, por las determinaciones de los ciclos de histéresis.

A Aníbal Rodríguez, de la Gerencia de Materiales, por los ensayos de tracción uniaxial.

A Marisol López, Bianca Piccheti, y Julio Migliori de Gerencia Ciclo de Combustible Nuclear, por los ensayos de tracción uniaxial.

A la Dra. Ana María Monti y al Dr. Ricardo Carranza, y a todos los que conforman IT Sabato (UNSAM-CNEA), por la excelencia académica y humana de sus integrantes.

Al Dr. Jorge Torga, de la UTN, Facultad Regional Delta, por la Beca de Investigación otorgada, que me permitió participar en Proyectos de la UTN.

A todo el personal del Laboratorio LADIN, de la Universidad de San Pablo, Brasil, por la disponibilidad, amabilidad y acogida que tuvieron conmigo, durante la Pasantía realizada allí durante setiembre del 2012. Fue un excelente equipo de trabajo del cual me llevé grandes enseñanzas.

Al Dr. Linilson Rodrigues Padovese, por ser el director por parte de Brasil, del Proyecto Bilateral, CNPq de Brasil, y ANPCyT de Argentina, PICT-CNPq 2008-00026: "Emisión Acústica y Efecto Barkhausen". Por sus fructíferos aportes a las discusiones tanto en Brasil como en Buenos Aires.

A la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), por todas las posibilidades que me ha brindado para realizar este trabajo de Tesis.

Para finalizar, no debo dejar de reconocer que este trabajo difícilmente hubiese tenido lugar sin la colaboración de las personas e instituciones mencionadas. A todos ellos mi enorme agradecimiento y reconocimiento.

Lista de Figuras

Figura 1.1. Diagrama de fases Fe-C [Callister W. D., 2007].	31
Figura 1.2. Clasificación de los aceros según su composición química [Anteri G., 2006].	33
Figura 1.3. Influencia de los aleantes en algunas propiedades de los aceros inoxidables [Colombier R., Hochmann J., 1968].	35
Figura 1.4. Diagrama de Schaeffler mostrando las microestructuras en función del Cr y el Ni equivalente.	36
Figura 1.5. Fenómenos de recuperación de deformación elástica y endurecimiento por deformación [Acosta Iborra B., 2001].	40
Figura 1.6. Esquema representativo de la cizalladura de la red cristalina durante la transformación martensítica por la deformación de Bain [El Ouali A., 2013].	42
Figura 1.7. Diagrama esquemático del proceso de fabricación del acero inoxidable [Enríquez Berciano J. L. et al., 2010].	46
Figura 1.8. Acabados N° 1, 2D y 2B [Carbó H. M., 2008].	48
Figura 1.9. Penetrador Vickers.	50
Figura 1.10: a) esquema de la configuración de Schulz para medir figuras polares usando los ángulos ϕ y χ . b) figura de polos medida con una grilla circular de espaciado 5° entre ϕ y χ para la reflexión (111) de una muestra isotrópica [Moya Rifo A., et al. 2015].	51
Figura 1.11. Determinación de la resistencia de una muestra usando el método de las cuatro puntas [Heidenreich A., et al. 2013].	52
Figura 1.12. Curva ingenieril típica de un ensayo de tracción para metales y propiedades mecánicas que pueden ser determinadas [Campos M. A., 2012].	53
Figura 1.13. Curvas tensión-deformación típica para aceros inoxidables y un acero al C en la condición de recocido (para tensión longitudinal) [Internet, 2017].	53
Figura 2.1. Líneas de fuerza magnéticas, visualizadas mediante limaduras de Fe colocadas sobre un papel [Bozorth R., 1951].	57
Figura 2.2. a) Campo magnético de un solenoide, debido al paso de una corriente eléctrica por el conductor; b) Campo magnético cuando se introduce una barra de Fe dentro del solenoide.	58
Figura 2.3. Momentos magnéticos del electrón: a) momentos de translación. b) momentos de rotación [Callister W. D., 2007].	60
Figura 2.4. Esquema de la densidad de flujo en función del campo magnético aplicado para un paramagnético y un diamagnético [Callister W. D., 2007].	61
Figura 2.5. Esquema de los dipolos de un material diamagnético, con y sin campo aplicado [Callister W. D., 2007].	62
Figura 2.6. Esquema de los dipolos de un material paramagnético, con y sin campo aplicado [Callister W. D., 2007].	62
Figura 2.7. Esquema de los dipolos de un material ferromagnético con y sin campo aplicado [Callister W. D., 2007].	63
Figura 2.8. La inducción magnética B vs. H , el campo aplicado para un material ferromagnético para la saturación en ambas direcciones (S , S') [Callister W. D., 2007].	64
Figura 2.9. Curvas esquemáticas de magnetización para materiales magnéticamente blandos y duros [Callister W. D., 2007].	64
Figura 2.10. Representación esquemática del alineamiento antiparalelo de los momentos de espín para el MnO, antiferromagnético [Callister W. D., 2007].	65
Figura 2.11. Esquema mostrando la configuración de momentos magnéticos para los iones Fe^{2+} y Fe^{3+} en el Fe_3O_4 [Callister W. D., 2007].	65
Figura 2.12. Ilustración del campo magnético y la minimización a través de la formación de dominios. (a) un único dominio, (b) dos dominios opuestos, y (c) cuatro dominios.	67
Figura 2.13. Direcciones de magnetización para un cristal cúbico de Fe: fácil, media y difícil [Cullity, 2009].	69
Figura 2.14. Comportamiento de B en función de H para un material ferromagnético. La configuración de los dominios en las diferentes etapas es presentada [Lopera Ronda J. M., 1993].	70
Figura 2.15. Estructura de la pared de dominio de 180° [Cullity, 2009].	71
Figura 2.16. Reducción de la energía de la pared de dominio por la intersección de con una inclusión [Yardley V. A., 2003].	72

Figura 2.17. Distribución de los polos magnéticos libres alrededor de una inclusión (a) dentro de un dominio y (b) en la intersección con la pared [Yardley V. A., 2003].	73
Figura 2.18. Interacciones entre la pared de dominios e inclusiones cúbicas, con puntas (a) pared de dominio en un mínimo local, (b) movimiento de la PD principal y (c) separación de la pared de la inclusión [Yardley V. A., 2003].	73
Figura 2.19. Esquema de la microestructura de dominios magnéticos y el movimiento de PD, según sea la tensión aplicada de tracción o compresión [Kleber X., Vincent A., 2004].	74
Figura 2.20. Efecto del tratamiento mecánico y térmico del 70 Permalloy (70 %, 30 % Fe) en la curva de magnetización [Bozorth, 1959].	76
Figura 2.21. Efecto de las impurezas sobre las propiedades magnéticas de Fe [Bozorth, 1959].	76
Figura 2.22. Dependencia de la permeabilidad con las direcciones cristalográficas en Fe conteniendo 3,8 % de Si [Bozorth, 1959].	77
Figura 3.1. Saltos discretos en el lazo de histéresis, curva B-H de histéresis [Volkers R., 2008].	79
Figura 3.2. a) Perfil típico del RMB; b) ondas electromagnéticas recogidas como una fem inducida en la bobina [Prabhu Gaunkar N., 2014].	81
Figura 3.3. Respuesta de RMB a los esfuerzos de tracción y compresión [Santa aho S., 2012].	86
Figura 3.4. Posibles transiciones de la configuración de los dominios de 180° producidas por la tensión mecánica. a) Reorientación de los dominios en la dirección de tracción, rotando perpendicularmente (b) incremento del número de PD 180° en la dirección de tracción [Krause T. W., et al. 1996].	86
Figura 3.5. Sistema de medición de emisión acústica [Gómez M. P., 2011].	92
Figura 3.6. Señales de EA. a. Tipo explosión (“burst”). b. Tipo continua [Gómez M. P., 2015].	93
Figura 3.7. Parámetros que caracterizan a un evento de EA tipo explosión [Gómez M. P. 2011].	94
Figura 3.8. Un par de spines con una longitud variable de enlace, r , y el ángulo, ϕ , entre espines paralelos y el enlace Buttle [D.J. et al. 1987].	95
Figura 3.9. Forma de la señal de EMA, originada por un campo magnético de excitación triangular durante un período de 1 segundo [Kikuchi H. et al, 2011].	97
Figura 3.10. Emisión acústica en tres niveles en función del contenido de C en aleaciones de Fe al C [Ono K. y Shibata M (1979)].	98
Figura 4.1. Esquema del sistema de medición de RMB y EMA.	111
Figura 4.2. a) Fotografía del generador de funciones, b) Imagen de la pantalla del programa que comanda el generador de funciones.	112
Figura 4.3. Fotografía del amplificador de potencia.	112
Figura 4.4. Fotografía del yugo 1, a) vista del bobinado, b) vista inferior, c) vista superior. Se indican también sus dimensiones.	114
Figura 4.5. Fotografías del Yugo 2, a) vista inferior con la bobina sensora, b) vista externa del conjunto.	114
Figura 4.6. Fotografía del la bobina solenoidal, indicándose sus dimensiones.	115
Figura 4.7. a) Fotografía de la Bobina Sensora 1, b) curva de impedancia en función de la frecuencia.	116
Figura 4.8. a) Fotografía del amplificador de Barkhausen, b) Muestra la respuesta en frecuencia de la posición del cursor del amplificador.	117
Figura 4.9. Equipo conversor tensión – corriente.	118
Figura 4.10. Amplificador de E A.	119
Figura 4.11. Sensores piezoeléctricos a) de banda ancha y b) resonante con preamplificador incorporado.	119
Figura 4.12. Curvas de calibración de los sensores piezoeléctricos a) de banda ancha y b) resonante.	120
Figura 4.13. Fotografía del preamplificador utilizado para el sensor piezoeléctrico.	121
Figura 4.14. a) Soporte de sujeción de probetas para tracción uniaxial, b) probeta con los soportes en la máquina de tracción.	121
Figura 4.15. a) Fotografía del soporte indicando sus dimensiones; b) ubicación de la probeta y los sensores, antes de ser introducida en el solenoide.	122
Figura 4.16. Fotografía de los osciloscopios: a) LeCroy WaveRunner y b) PicoScope 4227.	122
Figura 4.17. Fotografía del transformador aislador y filtro de línea	123
Figura 4.18. Señal de RMB en función del tiempo	124
Figura 4.19. Señal de EMA en función del tiempo.	124
Figura 4.20. Función RMS del RMB en función de: a) tiempo, b) corriente, para un ciclo de excitación.	125

Figura 4.21. Función RMS de la EMA: a) en función del tiempo, para un ciclo de excitación; b) en función de la corriente para medio ciclo de excitación.	126
Figura 4.22. Envolvente de a) RMB vs. tiempo, b) EMA vs. tiempo, un ciclo de excitación.	127
Figura 4.23. Densidad espectral de potencia de una señal de RMB.....	128
Figura 5.1. Posición del anillo estudiado en el recipiente del reactor nuclear.	130
Figura 5.2. Fotografía del bloque estudiado indicando el sentido de conformado.	131
Figura 5.3. Se muestra la superficie medida del bloque ensayado.	132
Figura 5.4. Espectro EDX a) de precipitado de base Al, b) del MnS.....	133
Figura 5.5. Macrosegregación de sulfuros; las elipses indican la dirección de las mayores concentraciones; la flecha negra muestra la dirección de forjado.....	134
Figura 5.6. Definición de los ejes de la probeta para su ubicación en el equipo de rayos X [Mingolo N., 2013].....	134
Figura 5.7. Diagrama de Difracción de Rayos X [Mingolo N., 2013].	135
Figura 5.8. Figuras de polos (110) (200) y (211) obtenidas para el acero 22NiMoCr37 A508 Clase II [Mingolo N., 2013].	136
Figura 5.9. Ciclo de histéresis del A 508 Clase II [Muñoz R., 2004].	137
Figura 5.10. a) Fotografía del Sistema de Medición del RMB y EMA (CAC) y b) Fotografía del Sistema de Medición del RMB (Ladin).....	138
Figura 5.11. a) Matriz ferrítica+bainita+carburos; b) Distribución del tamaño de grano	139
Figura 5.12. a) Inclusiones alineadas b) Inclusiones curvilíneas.....	139
Figura 5.13. a) Detalle del sulfuro de manganeso (MnS) b) Detalle del MnS con óxido de hierro (FeO).	140
Figura 5.14. Señales de excitación, RMB y EMA.	141
Figura 5.15. Señales de RMB y EMA para a) 0°, b) 30°, c) 60° y d) 90°	142
Figura 5.16. Mapa de anisotropía magnética usando el valor RMS del RMB, Laboratorio LADIN, Universidad de San Pablo, Brasil.....	143
Figura 5.17. Mapa de anisotropía magnética usando el RMS del RMB y de la EMA.....	144
Figura 5.18. Mapa de anisotropía magnética usando el valor medio del RMB y de la EMA.	144
Figura 5.19. Mapa de anisotropía magnética usando la Skewness (Asimetría) del RMB y de la EMA.	145
Figura 5.20. Mapa de anisotropía magnética usando la Kurtosis (Apuntamiento) del RMB y de la EMA	145
Figura 5.21. Comparación entre la técnica y Baumann RMS de a) RMB y b) EMA.	146
Figura 6.1. a) Fotografía de una placa de acero inoxidable; b) diagrama de cortes de las probetas.	155
Figura 6.2. EDX del espectro de los aceros inoxidables AISI a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444.	158
Figura 6.3. Ejes de identificación de la probeta [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].	158
Figura 6.4. Difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2 θ para: a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444 [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].	159
Figura 6.5. Figuras de polos de los aceros AISI: a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444 [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].	161
Figura 6.6. Cortes de la ODF para $\phi_2=45^\circ$ de las distintas muestras ferríticas presentando las componentes de textura principales indicadas numéricamente de 1 a 4, Tabla 8 [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].	161
Figura 6.7. Ciclo de histéresis de los AISI: a) 409, b) 430, c) 439, d) 441 A y e) 444.	163
Figura 6.8. Dimensiones de la probeta según la Norma ASTM E8.	164
Figura 6.9. Fotografía de la máquina usada para los ensayos de tracción a ruptura, Shimadzu de 100 kN.	165
Figura 6.10. Fotografía de las probetas ensayadas hasta la ruptura, se indica la ruptura con una elipse amarilla.	166
Figura 6.11. Curvas superpuestas (0° y 90°) de tensión-alargamiento de las probetas ensayadas AISI a) 409, b) 430 y c) 441A, para 0° y 90°.	167
Figura 6.12. El yugo se ubicó en el centro de la muestra y se fue rotando cada 15° de acuerdo con los ángulos indicados.	168
Figura 6.13. a) Fotografía del sistema experimental de medición del RMB, b) detalle de la posición del yugo.	169
Figura 6.14. a) Fotografía de una probeta con el sensor de RMB y los 2 sensores de EA. b) Fotografía de la probeta dentro del solenoide con los 3 sensores acoplados.	170
Figura 6.15. Fotografía del sistema experimental de medición del RMB y EMA.	170
Figura 6.16. Fotografía de la máquina de tracción EMIC con su extensómetro.	171

Figura 6.17. Reconstrucción de la curva de tensión-alargamiento del AISI: 409 para a) 0° y b) 90° (máquina Shimadzu).....	172
Figura 6.18. Reconstrucción de la curva de tensión- deformación del AISI: 430 para a) 0° y b) 90° (máquina EMIC).....	172
Figura 6.19. Reconstrucción de la curva de tensión-deformación del AISI: 441 para a) 0° y b) 90° (máquina EMIC).....	172
Figura 6.20. a) Fotografía del sistema experimental de medición del RMB y EMA, b) detalle de la ubicación de los sensores de RMB y EA.	173
Figura 6.21. Esquema del sistema experimental de medición del RMB para las probetas de 90°.	174
Figura 6.22. Fotografía de una vista ampliada del sistema de medición del RMB en una probeta de 90°.	174
Figura 6.23. Fotografías de las microscopías ópticas de las probetas de los aceros inoxidables AISI a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444 sin deformar. La flecha roja indica el sentido de laminación.....	176
Figura 6.24. (a) Textura de un acero ferrítico convencional en el estado deformado y recristalizado y (b) principales orientaciones y mecanismos de nucleación asociados. BD=Bandas de deformación. Las fibras γ y α se señalan con un círculo azul y rojo, respectivamente [Pimentel Fraga G., 2014].	177
Figura 6.25. Mapa de anisotropía magnética, valores RMS de las señales de RMB en las placas de aceros AISI a) 409, b) 430, c) 439, d) 441 y e) 444. La flecha roja muestra la dirección de laminación (DL) tal como fue indicada por el fabricante.....	179
Figura 6.26. Efecto magnetoelástico: los dominios se alinean paralelamente a la dirección de tracción y perpendicularmente a la dirección de compresión [De Olivera Praxedes T., 2012].....	179
Figura 6.27. Señales superpuestas de RMB en los aceros 409 y 441A. a) para 0° y b) para 90°.	180
Figura 6.28. Señales superpuestas de EMA en los aceros 409 y 441A. a) para 0° y b) para 90°.	181
Figura 6.29. a) Envolvente de la señal RMB para 0° y b) para 90° para todos los aceros en estudio....	182
Figura 6.30. a) Envolvente de la señal EMA para 0° y b) para 90° para todos los aceros en estudio....	182
Figura 6.31. Gráfico del valor RMS del RMB para los aceros según el contenido de Cr, junto con su microdureza: a) 0° y b) 90°.	183
Figura 6.32. Gráfico del valor RMS del EMA para los aceros según su contenido de Cr, junto con su microdureza: a) 0° y b) 90°.	184
Figura 6.33. Fotografía de las probetas deformadas (90°).	185
Figura 6.34. Fotografías de las metalografías del acero inoxidable AISI 409, para diferentes porcentajes de deformación a) 5 %, b) 10 %, c) 15 % y d) 20 %. La flecha roja indica el sentido de laminación (DL) y la flecha verde el sentido de la tracción (DT).	185
Figura 6.35. Fotografías de las metalografías del acero inoxidable AISI 430, para diferentes porcentajes de deformación: a) 4 %, b) 6 %, c) 9 % y d) 12 %. La flecha roja indica el sentido de laminación (DL) y la flecha verde el sentido de la tracción (DT).	186
Figura 6.36. Fotografías de las metalografías del acero inoxidable AISI 441A, para diferentes porcentajes de deformación: a) 2 %, b) 3 %, c) 4 % y d) 5 %. La flecha roja indica el sentido de laminación (DL) y la flecha verde el sentido de la tracción (DT).	186
Figura 6.37. Superposición de ciclos de histéresis, probetas AISI 430 0°, con 0% y 12% de deformación.	187
Figura 6.38. Superposición de ciclos de histéresis, probetas AISI 441A 0°, con 0% y 5 % de deformación.	188
Figura 6.39. Superposición de cinco ciclos de histéresis del AISI 430 90° para 0%, 4%, 6%, 9% y 12% de deformación plástica.	189
Figura 6.40. Superposición de cinco ciclos de histéresis del AISI 441A 90°, para 0 %, 2 %, 3 %, 4 % y 5 % de deformación plástica.	189
Figura 6.41. Mapa de anisotropía magnética usando el valor RMS, probetas traccionadas, AISI a) 409, b) 430 y c) 441A, para los diferentes porcentajes de deformación axial. Se indican las direcciones de laminación (DL) y de tracción (DT).	190
Figura 6.42. Señal de RMB en función del tiempo.....	192
Figura 6.43. Filtro Butterworth, características.....	192
Figura 6.44. Señal filtrada de RMB en función del tiempo.....	193
Figura 6.45. Señales de RMB para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, AISI 409.....	193
Figura 6.46. Señales de RMB para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, AISI 430.....	193

Figura 6.47. Señales de RMB para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, AISI 441A.	194
Figura 6.48. Espectro de potencia del RMB para los aceros: 409, 430, 441a, a) para 0° y b) para 90°.	194
Figura 6.49. Espectro de potencia del RMB para diferentes porcentajes de deformación para el 409, a) para 0°, b) para 90°.	195
Figura 6.50. Espectro de potencia del RMB para diferentes porcentajes de deformación para el 430, a) para 0°, b) para 90°.	196
Figura 6.51. Espectro de potencia del RMB para diferentes porcentajes de deformación para el 441A, a) para 0°, b) para 90°.	196
Figura 6.52. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 409, probeta 0°.	198
Figura 6.53. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 409, probeta 90°.	199
Figura 6.54. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 430, probeta 0°.	200
Figura 6.55. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 430, probeta 90°.	201
Figura 6.56. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 441A, probeta 0°.	203
Figura 6.57. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 441A, probeta 90°.	204
Figura 6.58. Amplitud del pico en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	206
Figura 6.59. Amplitud de pico en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	206
Figura 6.60. Amplitud de pico en función de la deformación, acero 441A a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	207
Figura 6.61. Posición de pico en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	207
Figura 6.62. Posición de pico en función de la deformación, acero 430 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	207
Figura 6.63. Posición de pico en función de la deformación, acero 441A a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	208
Figura 6.64. Valor RMS en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	208
Figura 6.65. Valor RMS en función de la deformación, acero 430 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	209
Figura 6.66. Valor RMS en función de la deformación, acero 441A a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.	209
Figura 6.67. Señal EMA en función del tiempo.	211
Figura 6.68. Señales de EMA, sin deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 430.	211
Figura 6.69. Señales de EMA, sin deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 441A.	211
Figura 6.70. Señales de EMA para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 409.	212
Figura 6.71. Señales de EMA para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 430.	212
Figura 6.72. Señales de EMA para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 441A.	212
Figura 6.73. Espectro de potencia de la EMA para los aceros: 409, 430, 441A. a) para 0° y b) para 90°.	213
Figura 6.74. Espectro de potencia de la EMA para diferentes porcentajes de deformación para el 409, para a) 0°-1 b) 90°-1, sensor banda ancha.	214
Figura 6.75. Espectro de potencia de la EMA para diferentes porcentajes de deformación para el 430, para a) 0°-1; b) 90°-1, sensor banda ancha.	215
Figura 6.76. Espectro de potencia de la EMA para diferentes porcentajes de deformación para el 441A, para a) 0°-1; b) 90°-1, sensor banda ancha.	216
Figura 6.77. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 409, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.	217

Figura 6.78. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 409, 90°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.	217
Figura 6.79. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 430, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.	217
Figura 6.80. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 430, 90°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.	218
Figura 6.81. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 441A, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.	218
Figura 6.82. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 441A, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.	218
Figura 6.83. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 409, 0°.	219
Figura 6.84. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 409, 90°.	220
Figura 6.85. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 430, 0°.	221
Figura 6.86. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 430, 90°.	221
Figura 6.87. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 441A, 0°.	222
Figura 6.88. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 441A, 90°.	223
Figura 6.89. Valor RMS en función de la deformación, acero 409: a) sensor resonante y b) banda ancha.	225
Figura 6.90. Valor RMS en función de la deformación, acero 430: a) sensor resonante y b) banda ancha.	225
Figura 6.91. Valor RMS en función de la deformación, acero 441A: a) sensor resonante y b) banda ancha	225
Figura 7.1. Diagrama de corte de las probetas, longitudinal (0°) y transversal (90°).....	232
Figura 7.2. Espectroscopía de energía dispersiva (EDX), AISI 304.	233
Figura 7.3. Difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2 θ , AISI 304, sin deformar [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].	234
Figura 7.4. Figuras de polos recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF), planos (111), (200) y (220), AISI 304 (FCC) sin deformación [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].	234
Figura 7.5. Difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2 θ , para: a) 0°-3 y b) 90°-1, probetas deformadas.	235
Figura 7.6. Figuras de polos recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF), AISI 304, probetas 0°-1, 0°-3; 52 % y 60 % de deformación final [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].	235
Figura 7.7. Figuras de polos recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF), AISI 304, probetas 90°-1, 90°-3; 52 % y 54 % de deformación final [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].	236
Figura 7.8. Los cortes ϕ de la ODF para $\phi_2=45^\circ$, AISI 304 sin deformar.	236
Figura 7.9. Corte $\phi_2=45^\circ$ con las componentes principales de textura, AISI 304, probetas deformadas, fase BCC (martensita) [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].	237
Figura 7.10 (a) Fotografía de la probeta en la máquina de tracción; (b) detalle con el soporte especial de sujeción, CNEA, CAC.	238
Figura 7.11. Curvas de ensayos a tracción hasta la rotura, a) 0° y b) 90°, AISI 304.	239
Figura 7.12. Fotografía del sistema experimental con la máquina de tracción Shimadzu, CNEA, CAC.	240
Figura 7.13. Esquema del sistema de medición del RMB, ensayos de tracción uniaxial.	241
Figura 7.14. a) detalle de la probeta la bobina sensora; b) Fotografía del sistema experimental con la máquina de tracción hidráulica AMSLER 60ZD 1638, UTN, Regional Delta.	241
Figura 7.15. Fotografía del sistema experimental de medición de la fase martensita.	243
Figura 7.16. Fotografía de las probetas indicando las diferentes posiciones donde se midió el porcentaje de martensita y el círculo rojo indica la posición donde se colocó el sensor de RMB.	244

Figura 7.17. a) Fotografía de un extremo de la probeta, indicando con una regla las posiciones donde se midió la microdureza, b) Microdureza Vickers y porcentaje de martensita en función de la posición desde el extremo de ruptura, probeta de 0°.....	246
Figura 7.18. Fotografías a) y b) microscopía óptica; y c) microscopía electrónica de barrido (3000 x), probeta sin deformación. La flecha roja indica el sentido de laminación.	246
Figura 7.19. Fotografías a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x), y c) amplificación 8000 x, probeta 0°-2. La flecha roja indica el sentido de laminación y la flecha azul indica el sentido de deformación axial.	247
Figura 7.20. Fotografías a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x), y c) amplificación 8000 x, probeta 0°-3. La flecha roja indica el sentido de laminación y la flecha azul indica el sentido de deformación axial.	247
Figura 7.21. Imágenes: a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x) y c) otra zona con amplificación 3000 x, probeta 90°-1. La flecha roja indica el sentido de laminación y la azul indica el sentido de la deformación.	247
Figura 7.22. Imágenes: a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x) y c) otra zona con amplificación 3000 x, para la probeta 90°-2. La flecha roja indica el sentido de laminación y la azul indica el sentido de la deformación.	248
Figura 7.23. Imágenes: a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x) y c) amplificación 8000X, para la probeta 90°-3. La flecha roja indica el sentido de laminación y la azul indica el sentido de la deformación.	248
Figura 7.24. a) Ciclo de histéresis y b) ampliación de la región central, acero AISI 304, sin deformación.	249
Figura 7.25. a) Ciclo de histéresis y b) ampliación de la región central, acero AISI 304, probetas con distintos porcentajes de deformación: 0°-2 con 36 % y 0°-3 con 60 %.	250
Figura 7.26. a) Ciclo de histéresis y b) ampliación de la región central, acero AISI 304, probetas con distintos porcentajes de deformación: 90°-1 con 52 %, 90°-3 con 54 % y 90°-2 con 56 %.	250
Figura 7.27. Se muestra la señal de RMB de unas de las probetas, sin filtrar, 0°-3.	252
Figura 7.28. Características del Filtro pasabanda (5-200) kHz, tipo Butterworth.	252
Figura 7.29. Se muestra la señal de RMB de la probeta 0°-3, filtrada.	253
Figura 7.30. Señales de RMB para las diferentes cargas, probeta 90°-3.....	254
Figura 7.31. Señales superpuestas de RMB para los diferentes aumentos de carga, probeta a) 0° -3 y b) 90°-3.	255
Figura 7.32. Densidad espectral de potencia para diferentes cargas, (a) 0°- 3 y (b) 90°- 3 256	256
Figura 7.33 Función RMS vs. Corriente aplicada, 10 primeras cargas, probeta 0°-3..... 256	256
Figura 7.34. Función RMS vs. Tiempo, 10 primeras cargas aplicadas, probeta 0°-3..... 256	256
Figura 7.35. Función RMS vs. Corriente aplicada, 10 últimas cargas aplicadas, probeta 0°-3. 257	257
Figura 7.36. Función RMS vs. Tiempo, 10 últimas cargas aplicadas, probeta 0°-3 257	257
Figura 7.37. Función RMS vs. Corriente aplicada, 10 primeras cargas, probeta 90°-3..... 258	258
Figura 7.38. Función RMS vs. Tiempo, 10 primeras cargas aplicadas, probeta 90°-3..... 258	258
Figura 7.39. Función RMS vs. Corriente aplicada para las 10 últimas cargas, probeta 90°-3..... 258	258
Figura 7.40. Función RMS vs. tiempo para las 10 últimas cargas aplicadas, probeta 90°-3..... 259	259
Figura 7.41. Valor RMS, Amplitud y Posición (corriente) del máximo pico en función de la carga, en las probetas: a) 0°-3 y b) 90°-3. 260	260
Figura 7.42. a) Recíproco del valor RMS, b) recíproco de la Amplitud del máximo pico, c) recíproco de la Posición del pico, ambos en función de la Carga, probeta 0°-3..... 261	261
Figura 7.43. a) Recíproco del valor RMS, b) recíproco de la Amplitud del c) máximo pico, recíproco de la Posición del pico, ambos en función de la Carga, probeta 90°-3. 262	262
Figura 7.44. Kurtosis de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3. 263	263
Figura 7.45. Asimetría de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3. 263	263
Figura 7.46. Máximo de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3. 264	264
Figura 7.47. RMS de cada bucle del RMB en función de la carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3. 264	264
Figura 7.48. Energía de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3. 265	265

Figura 7.49. Kurtosis de toda la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la carga aplicada: a) probetas 0°; b) probetas 90°	265
Figura 7.50. Asimetría de toda la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la carga aplicada, a) probetas 0°; b) probetas 90°	266
Figura 7.51. Máximo de toda la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la Carga aplicada: a) probetas 0°; b) probetas 90°	266
Figura 7.52. Valor RMS de la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la Carga aplicada: a) probetas 0°; b) probetas 90°	267
Figura 7.53. Valores finales de RMS y Energía, en función del porcentaje final de martensita.	268

Lista de Tablas

Tabla 1.1. Nomenclaturas de aceros inoxidable en Normas Internacionales	36
Tabla 1.2. Composición química de las muestras en % peso [Arcelor Mittal Inox Brasil].....	38
Tabla 1.3. Composición química del AISI 304 [Arcelor Mittal Inox Brasil].	38
Tabla 2.1. Magnitudes magnéticas y sus unidades	59
Tabla 2.2. Rango de valores de la profundidad de penetración en materiales a base de Fe, asumiendo la permeabilidad relativa de 50 a 5000 y conductividad de $5 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ hasta $10 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ [Jiles D. C, 2000].	60
Tabla 2.3. Coeficientes de anisotropía K_1 y K_2 para el Fe [Gonzales Chávez D. E].	68
Tabla 2.4. Constantes de magnetostricción para el Fe [Gonzales Chávez D. E.]	69
Tabla 2.5. Propiedades magnéticas estructuralmente sensibles e insensibles y algunos factores que las alteran [Bozorth, 1959].	75
Tabla 4.1. Ganancia del amplificador de potencia para la corriente de excitación magnética.	113
Tabla 4.2. Principales características de los bobinados de excitación magnética.	115
Tabla 4.3. Ganancia del amplificador de RMB.	118
Tabla 4.4. Algunas de las especificaciones de los osciloscopios.	123
Tabla 5.1. Composición química, acero A 508 Clase II, en % en peso.	130
Tabla 5.2. Características magnéticas A 508 Clase II [Ruiz A. A. 2005].	136
Tabla 5.3. Estimación del error de medición.....	141
Tabla 6.1. Composición química de las muestras en % peso [ArcelorMittal Inox Brasil].....	156
Tabla 6.2. Reactivos de ataque	156
Tabla 6.3. Microdureza Vickers de los aceros inoxidable ferríticos	157
Tabla 6.4. Resultados porcentuales en peso.....	158
Tabla 6.5. Componentes principales de textura	162
Tabla 6.6. Fracción de volumen de cada componente de textura para las distintas muestras estudiadas	162
Tabla 6.7. Valor de conductividad en cada acero inoxidable.	162
Tabla 6.8. Permeabilidad magnética relativa de cada uno de los aceros inoxidable	164
Tabla 6.9. Profundidad de penetración de cada uno de los aceros inoxidable	164
Tabla 6.10. Propiedades mecánicas de los aceros inoxidable AISI: 409, 430 y 441A.....	167
Tabla 6.11. Mediciones de microdureza Vickers para cada probeta en los diferentes porcentajes de deformación.	187
Tabla 7.1. Composición química del acero AISI 304 (Grupo ArcelorMittal Inox de Brasil).	232
Tabla 7.2. Composición química cualitativa, EDX, AISI 304.....	233
Tabla 7.3. Componentes principales de textura, AISI 304 sin deformar, fase austenita (FCC).	236
Tabla 7.4. Componentes de textura, AISI 304, probetas deformadas: 0°-1 y 0°-3 [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].	237
Tabla 7.5. Componentes de textura, AISI 304, probetas deformadas: 90°-1 y 90°-3 [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].	237
Tabla 7.6. Propiedades mecánicas	239
Tabla 7.7. Valores de velocidad media de carga, porcentaje de deformación.....	242
Tabla 7.8. Valor de conductividad del AISI 304.	242
Tabla 7.9. Porcentaje de martensita en cada posición.	244
Tabla 7.10. Valores de porcentaje de martensita y microdureza Vickers para cada probeta.	245
Tabla 7.11. Permeabilidad magnética y la profundidad de penetración en el AISI 304.	249
Tabla 7.12. Campo coercitivo de las probetas ensayadas	251
Tabla 7.13. Valores de R^2	262

Listado de símbolos

β	coeficiente de interacción
γ	austenita
σ	conductividad eléctrica; tensión de tracción (según contexto).
ε	deformación
γ	energía por unidad de área de la pared.
δ	ferrita
Φ	flujo magnético
λ	magnetoestricción de saturación
α	martensita
δ	profundidad de penetración
ΔM	cambio paso a paso en la magnetización
v_{PD}	velocidad de la Pared del Dominio
B	inducción magnética
B_r	magnetización remanente
Cr_{eq}	cromo equivalente
DM	dominios magnéticos
E	energía
$E_{\text{área}}$	energía del área
E_d	energía de desmagnetización
E_{ex}	energía de intercambio
e_k	energía de anisotropía
E_{me}	energía magnetoelástica
f	frecuencia
G	coeficiente adimensional
H	campo magnético
H_c	Campo coercitivo
H_d	campo de desmagnetización
H_e	campo medio
HV	dureza Vickers
I	corriente
K	coeficientes de anisotropía
K	Kurtosis
L	longitud
M	imanación (magnetización)
M_d	temperatura por encima de la cual no hay transformación de fase de austenita a martensita
M_s	temperatura de inicio de la transformación austenita-martensita
n	tamaño de la muestra

N	numero de vueltas
N_d	factor de desmagnetización
Ni_{eq}	níquel equivalente
P	carga aplicada
PDs	energía de las paredes de los dominios
r	radio de la inclusión
R	resistencia
S	Skewness
S	altura del pulso
t	duración
T_C	temperatura de Curie
V	tensión medida por el voltímetro
V_{RMS}	valor cuadrático medio
W	densidad superficial polo en el límite de grano
W	energía de interacción
x_i	valor del elemento i-ésimo
X_m	susceptibilidad magnetica
α	constante de campo medio
λ	Constantes de magnetoestricción
μ_o	permeabilidad en el espacio
μ_r	permeabilidad relativa

Listado de abreviaturas

ABBM	Alessandro, Beatrice, Bertotti y Montorsi
AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society of Testing Materials
BCC	Cúbico Centrado en el Cuerpo
CC	Corriente Continúa
CE	Composición Eutéctica
CZDE	Cizeau-Zapperi-Durin-Eugene
DFT	Transformada Discreta de Fourier
EA	Emisión Acústica
EB	Efecto Barkhausen
EDX	Espectroscopía de Energía Dispersiva
EFA	Energía de Falla de Apilamiento
EMA	Emisión Magneto Acústica
EN	Norma Europea
END	Ensayo No Destructivo
FCC	Cúbico Centrado en las Caras
FDP	Figuras de polos
HCP	Hexagonal Compacta
HSLA	Aceros de Alta Resistencia y Baja Aleación
MEB	Microscopía Electrónica de Barrido
ODF	Función de Distribución de las Orientaciones
PD	Pared del Dominio
PSD	Densidad de Potencia Espectral
RB	Ruido Barkhausen
RMB	Ruido Magnético Barkhausen
SB	Salto Barkhausen
TE	Temperatura Eutéctica

INDICE

INTRODUCCIÓN	25
1. ACEROS	30
1.1 ACERO	30
1.2 CLASIFICACIÓN	32
1.3 ACEROS INOXIDABLES	34
1.4 MECANISMO DE ENDURECIMIENTO DE METALES	39
1.5 FACTORES QUE AFECTAN A UN METAL DEFORMADO	40
1.6 TRANSFORMACION MARTENSÍTICA EN ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOS	41
1.7 PROCESOS DE FABRICACIÓN DE ACEROS INOXIDABLES	44
1.8 TÉCNICAS MICROESTRUCTURALES EMPLEADAS	48
1.9 ENSAYOS MECÁNICOS	52
1.10 REFERENCIAS	55
2. MAGNETISMO	57
2.1 MAGNETISMO	57
2.2 CLASIFICACIÓN	61
2.3 FORMACIÓN DE DOMINIOS EN MATERIALES MAGNÉTICOS	66
2.4 DOMINIOS MAGNÉTICOS E HISTÉRESIS	70
2.5 PAREDES DE LOS DOMINIOS MAGNÉTICOS	71
2.6 INTERACCIÓN DE PAREDES DE DOMINIOS	71
2.7 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA MAGNETIZACIÓN	75
2.8 REFERENCIAS	78
3. RUIDO MAGNÉTICO BARKHAUSEN Y EMISIÓN MAGNETO ACÚSTICA	79
3.1 RUIDO MAGNÉTICO BARKHAUSEN	79
3.2 MODELOS DE RMB	90
3.3 EMISIÓN MAGNETO ACÚSTICA	91
3.3.1 Emisión Acústica	92
3.3.2 Emisión Magneto Acústica	95
3.4 MODELOS DE EMA	102
3.5 REFERENCIAS	103
4. SISTEMA DE MEDICIÓN Y PROCESAMIENTO DE LAS SEÑALES	111
4.1 SISTEMA DE MEDICIÓN	111
4.2 PROCESAMIENTO DE SEÑALES	123
5. MATERIAL 1: ACERO DE BAJA ALEACIÓN DE RECIPIENTE DE PRESIÓN	129
5.1 MATERIAL 1: ACERO DE RECIPIENTE DE PRESIÓN DE UN REACTOR NUCLEAR	129
5.2 DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL	130
5.2.1 Caracterización metalográfica	131
5.2.2 Mediciones de dureza	131
5.2.3 Espectroscopía de energía dispersiva	132
5.2.4 Técnica de impresión Baumann	133
5.2.5 Determinación de la textura cristalográfica	134
5.2.6 Ciclo de histéresis	136
5.2.7 Conductividad eléctrica	137
5.2.8 Medición de RMB y EMA	137
5.3 RESULTADO Y DISCUSIÓN	139
5.3.1 Análisis microestructural	139
5.3.2 Estudio de la penetración del campo magnético	140
5.3.3 Análisis de señales de RMB y EMA	141
5.3.4 Efecto de la geometría de la muestra	142
5.3.5 Análisis de los parámetros estadísticos de las señales	143
5.3.6 Análisis del proceso de forja y la distribución de inclusiones	146
5.3.7 Análisis de la textura cristalográfica	146

5.4	CONCLUSIONES PARCIALES	149
5.5	REFERENCIAS	150
6.	MATERIAL 2: ACEROS INOXIDABLES FERRÍTICOS	155
6.1	DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL	155
6.1.1	Caracterización metalográfica	156
6.1.2	Mediciones de dureza	157
6.1.3	Espectroscopía de Energía Dispersiva.....	157
6.1.4	Determinación de textura cristalográfica	158
6.2	ENSAYOS MECÁNICOS, MAGNÉTICOS Y ACÚSTICOS	162
6.2.1	Mediciones de conductividad	162
6.2.2	Mediciones del ciclo de histéresis	163
6.2.3	Propiedades mecánicas	164
6.2.4	Mediciones de RMB y EMA	167
6.2.4.1	Estudio de anisotropía magnética, probetas “cuasi cuadradas”.	168
6.2.4.2	Ensayos de RMB y EMA en probetas rectangulares	169
6.2.4.3	Ensayos de tracción con varias etapas de deformación	170
6.2.4.4	Ensayos de RMB y EMA en probetas deformadas	172
6.2.4.5	Estudio de anisotropía magnética en probetas deformadas.....	173
6.3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	174
6.3.1	Caracterización, materiales en el estado original	174
6.3.1.1	Análisis microestructural.....	175
6.3.1.2	Análisis de textura cristalográfica	176
6.3.1.3	Análisis de las señales de RMB y EMA	177
6.3.2	Caracterización de los materiales deformados	184
6.3.2.1	Caracterización microestructural	185
6.3.2.2	Análisis del ciclo de histéresis	187
6.3.2.3	Análisis de las señales de RMB y EMA.....	190
6.3.2.3.1	Estudio de la anisotropía magnética en probetas “testigo”, 90°	190
6.3.2.3.2	Análisis de las señales de RMB y EMA, probeta 0° y 90°	191
6.3.2.3.2.1	Análisis de RMB	191
6.3.2.3.2.2	Análisis de EMA	210
6.4	CONCLUSIONES PARCIALES	226
6.5	REFERENCIAS	228
7.	MATERIAL 3: ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO	232
7.1	DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL	232
7.1.1	Caracterización metalográfica	233
7.1.2	Espectroscopía de Energía Dispersiva.....	233
7.1.3	Mediciones de dureza	234
7.1.4	Determinación de la textura cristalográfica.....	234
7.2	ENSAYOS MECÁNICOS Y MAGNÉTICOS.....	238
7.3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	244
7.3.1	Caracterización microestructural	244
7.3.2	Análisis de textura cristalográfica	248
7.3.3	Caracterización magnética	249
7.3.4	Análisis de señales de RMB	251
7.4	CONCLUSIONES PARCIALES	269
7.5	REFERENCIAS	271
8.	CONCLUSIONES GENERALES	273
9.	TRABAJOS FUTUROS	274

INTRODUCCIÓN

El hierro (Fe) y sus aleaciones los aceros, son uno de los materiales estructurales y de construcción mecánica más importantes. De acuerdo con las estadísticas, el acero representa el 45% de toda la producción básica de materias primas. Los aceros son ampliamente utilizados en la mayoría de los equipos de la industria, debido a ser el Fe un abundante recurso, de fácil procesamiento y buen rendimiento. Además tienen una amplia variedad de propiedades mecánicas disponibles, como protección en ambientes corrosivos, resistencia a sollicitaciones de impacto y a altas y bajas temperaturas, buena conductividad térmica y eléctrica, etc. Con el rápido desarrollo de la ciencia y la tecnología, los equipos en los hogares, empresas, vehículos e industrias, están cada vez más tiempo en servicio, y en general bajo condiciones de alta carga. Como resultado, durante su vida útil, los aceros están sujetos a procesos que cambian sus características y propiedades. Dichos cambios pueden conducir a la falla eventual de un sistema pudiendo producir grandes pérdidas de vidas humanas en primer término y después de dinero. Es por ello por lo que se debe inspeccionar los componentes regularmente para detectar signos de degradación. Las técnicas de Ensayos No Destructivo (END), ofrecen enormes beneficios, a través de la evaluación y el estudio de la integridad de los dispositivos críticos de cualquier industria, esto permite también realizar la extensión de vida de un recipiente, componente o estructura de una planta, permitiendo la posibilidad de la extensión de su vida útil. Los END colaboran en la evaluación de riesgos sobre los componentes que requieren reparación o reemplazo, reduciendo los costos para el propietario del sistema y ayudando a maximizar su disponibilidad. Las técnicas END, juegan un papel vital en la industria de componentes de alto valor agregado, ya que no requieren desmontar o dañar el sistema. Por los altos estándares de calidad y seguridad requeridos en la industria nuclear, los END han sido y son de fundamental aplicación y han debido desarrollarse constantemente en un amplio espectro de técnicas o métodos.

La industria nuclear ha estado investigando métodos de inspección para garantizar la operación segura de los reactores nucleares, más allá de su vida útil proyectada. Las técnicas magnéticas son rutinariamente utilizadas para la detección de grietas en componentes ferromagnéticos, y parecen prometedoras para la medición de los efectos de tensiones.

En la actualidad, entre muchos métodos de END para la inspección de defectos de materiales ferromagnéticos, el método de detección de Ruido Magnético Barkhausen (RMB) tiene características únicas. El RMB es muy sensible al cambio o la modificación de los materiales ferromagnético, su microestructura, impurezas y otros defectos. Si el material está magnetizado, estos defectos influirán en el movimiento de las paredes de los dominios magnéticos, también en la amplitud de las señales y en su distribución espacial y temporal. La tecnología de detección del RMB tiene una gran perspectiva de aplicación en la detección de las tensiones, corrosión, daños por fatiga, dureza y fragilización por irradiación, en los materiales ferromagnéticos.

El factor limitante del RMB es la atenuación de las señales por las corrientes parásitas, lo que lleva a una profundidad de medición máxima de alrededor de 1 mm, dependiendo de la frecuencia de excitación, y de cada material. Al mismo tiempo, el movimiento de ciertas configuraciones de dominio produce un pulso acústico, conocido como Emisión Magneto Acústica (EMA), que se propaga a través de todo el

material sin el impedimento de las corrientes parásitas, por lo tanto la profundidad de medición para EMA es mucho mayor que para RMB. En consecuencia, la EMA tiene el potencial de proporcionar una técnica de inspección complementaria al RMB, tanto en términos de profundidad de medición como en términos de diferentes sensibilidades a las configuraciones microestructurales.

El RMB se conoce desde hace más de sesenta años y muchos trabajos se han publicado, pero en diversos casos no hay una interpretación adecuada y todavía existe la necesidad de una investigación sistemática. La EMA, es por otro lado, un fenómeno mucho más recientemente descubierto y su uso muestra potencial en muchas áreas, pero aquí hay aún, una menor comprensión de los fenómenos involucrados.

Hay varios grupos internacionales de investigación que estudian el fenómeno del RMB y la EMA, tanto desde el punto de vista del fundamento físico, como de las aplicaciones como END. En Argentina existe un único Grupo que trabaja con continuidad en estos temas, el Departamento ICES y Ondas Elásticas. Este Departamento pertenece a la CNEA y viene desarrollando tecnología propia en RMB y EMA desde hace 14 años. Este desarrollo comprende tanto el equipamiento necesario, como sus aplicaciones tecnológicas. Es importante destacar la trayectoria de este Grupo: en el año 2004, obtuvo un Subsidio por el Convenio Bilateral, SECyT, ANPCyT (Argentina) y "National Office of Research and Technology, NKTH", Hungría: "Application of magnetic measurements for evaluation of structural material properties", Código: HU/PA04-EXII/011, (Directora por Argentina: María Isabel López Pumarega; Director por Hungría: Ferenc Guillemot, 2005-2006). Este Grupo es Miembro del "Committee of the Universal Network for Magnetic NDE" y participante del "Round Robin Test Project", (<http://www.ndesrc.eng.iwate-u.ac.jp/UniversalNetwork/>) desde el año 2006. En el 2008 debido a las interacciones del Grupo GOE con el Laboratorio de Dinámica e Instrumentación (LADIN) de la Universidad de San Pablo, Brasil, se acordó la presentación de un Proyecto de Investigación Bilateral, CNPq de Brasil, y ANPCyT de Argentina, PICT-CNPq 2008-00026: "Emisión Acústica y Efecto Barkhausen". Esta Tesis comenzó su desarrollo con una Beca Doctoral de este Proyecto.

Como consecuencias de las presentaciones relacionadas con esta Tesis, en Congresos Internacionales, se originó el Proyecto de Investigación: "Desarrollo de técnicas magnéticas y/o ultrasónicas para el control de cordones de soldadura en chapas durante la fabricación", con el Instituto Argentino de Siderúrgica (IAS) y la Facultad Regional Delta de la Universidad Tecnológica Nacional. También se está en conversaciones con el Dr. Juan Pardal de la Universidad Federal Fluminense, Niterói, Río de Janeiro, Brasil, para armar un Proyecto Bilateral sobre las aplicaciones del RMB y la EMA en placas de acero inoxidable AISI 321.

El estudio del acero del recipiente de presión y de los aceros inoxidables AISI, analizados en esta Tesis, formaron parte del Proyecto Bilateral con Brasil. En toda la literatura investigada, no se encontraron antecedentes de estudios con RMB del acero A 508 Clase II. En el caso de los aceros inoxidables ferríticos, se encontraron muy pocos trabajos, aplicando RMB y EMA, en uno sólo de ellos. También se encontró otro trabajo utilizando un sistema rotativo continuo de RMB, en placas de acero inoxidables ferríticos, pero en muestras sin deformar. Referidos a la transformación austenita-martensita por laminación en frío, existen varios estudios aplicando RMB. También se encontró un trabajo de tracción aplicando la técnica de RMB en línea durante ensayos de tracción uniaxial pero en probetas rectangulares y bajo diferentes condiciones a las aplicadas en este caso.

Objetivos de esta Tesis

El objetivo general de esta Tesis es aportar una contribución a la caracterización de los materiales ferromagnéticos de uso nuclear e industrial, mediante la aplicación de las técnicas RMB y EMA, proporcionando más herramientas para el conocimiento de estos materiales.

En este contexto se definieron los siguientes objetivos específicos:

1. Estudiar mediante métodos de RMB y EMA, un material sin irradiar, del recipiente de presión de la Central Nuclear Atucha I, complementando los estudios con distintos ensayos convencionales: metalografías, microscopía electrónica de barrido, análisis químicos, espectroscopia de energía dispersiva, textura cristalográfica, etc.
2. Analizar mediante RMB y EMA, placas de 5 aceros inoxidables ferríticos, comparando los resultados obtenidos con la caracterización microestructural convencional ya citada.
3. Examinar el comportamiento tenso-deformacional de dichos aceros inoxidables ferríticos mediante ensayos de tracción uniaxial, a temperatura ambiente y relacionarlos con el RMB y la EMA.
4. Estudiar la anisotropía magnética de esos aceros antes y después de cada etapa de deformación.
5. Analizar en placas de un acero austenítico, la transformación de la fase austenita-martensita, mediante ensayos de probetas en tracción uniaxial, a temperatura ambiente, aplicando la técnica de RMB en línea, a fin de detectar el inicio de la transformación y su evolución.
6. Sobre la base de todos los estudios realizados, seleccionar los parámetros de RMB y EMA que mayor claridad aporten a la caracterización no destructiva de estos materiales.

Organización de esta Tesis

Para alcanzar los objetivos propuestos, el presente manuscrito de Tesis se estructura en los siguientes 9 Capítulos.

En el Capítulo 1 y 2, se presenta una revisión teórica sobre los conceptos fundamentales relacionados con los aceros y el proceso de magnetización en materiales ferromagnéticos.

En el Capítulo 3 se explican los aspectos más importantes de las técnicas de RMB y EMA

En el Capítulo 4 se describe todo el equipamiento empleado para la realización de los ensayos de RMB y EMA, así como el procesamiento de las señales obtenidas.

En el Capítulo 5 se describe el Material 1, su caracterización microestructural, química, estudio de espectroscopia de energía dispersiva, técnica de impresión de Baumann, análisis de textura y ciclo de histéresis. Se analizan las mediciones de RMB y EMA, relacionándolas con los resultados previamente obtenidos.

En el Capítulo 6 se describe el Material 2, su caracterización microestructural, mecánica y magnética. Se realizan mediciones de RMB y EMA en probetas

ensayadas bajo tracción uniaxial con diferentes etapas de deformación, y se vinculan con los resultados ya citados.

En el Capítulo 7 se describe el Material 3, su caracterización microestructural, mecánica y magnética. Se realizan las mediciones de RMB durante ensayos de tracción uniaxial en línea, identificándose el proceso de transformación austenita-martensita.

En el Capítulo 8 se presentan las conclusiones generales de los estudios realizados en los tres materiales.

En el Capítulo 9 se plantean las sugerencias para la continuidad de la presente investigación.

1. Aceros

Resumen: En este Capítulo se presenta una breve descripción acerca de los aceros, clasificación, procesos de fabricación y una descripción más detallada de los aceros inoxidables. Además se describen los mecanismos que afectan el endurecimiento en metales y los factores que afectan la magnetización. También se hace un estudio del proceso de transformación del acero inoxidable austenítico a martensítico, las técnicas empleadas en la caracterización de los materiales y los ensayos mecánicos.

1.1 Acero

El acero es una aleación de hierro (Fe) que contiene entre 0,02 % y 2,11 % de C en peso. Sin embargo, la mayoría de los aceros contienen menos de un 0,5 % de C, contiene agregados e impurezas naturales como fósforo (P) y azufre (S). La adición de distintos elementos a las aleaciones de Fe influyen en las temperaturas en las que se producen las transformaciones alotrópicas.

En las aleaciones Fe–C pueden encontrarse hasta once constituyentes diferentes, que se denominan: ferrita, cementita, perlita, austenita, martensita, troostita, sorbita, vainita, ledeburita, steadita y grafito. A continuación mencionaremos las características de las más importantes: se encuentran diversos constituyentes [Cardelli F., 2008; Castro G., 2009]:

Ferrita: es una solución sólida de C en Fe- α , se considera como hierro puro. Es el constituyente más blando y maleable del acero, presenta una dureza Vickers de 95 HV, una resistencia a la tracción de 280 N/mm² y un alargamiento máximo del 35 % al 40 %. Cristaliza en el sistema cúbico centrado en el cuerpo (BCC) y presenta propiedades magnéticas.

Cementita: es carburo de hierro (Fe₃C). Es el constituyente más frágil y duro de los aceros con una dureza Vickers de 840 HV. Su alargamiento es prácticamente nulo, así como su resiliencia. Es magnética hasta los 210 °C, temperatura a partir de la cual pierde sus propiedades magnéticas.

Perlita: está formada por la mezcla eutectoide de dos fases: ferrita y cementita, es por ello que tiene propiedades intermedias entre ellas. Tiene una dureza Vickers de 200 HV, una resistencia a la tracción de 800 N/mm² y un alargamiento máximo de 15%.

Austenita: es una solución intersticial de C en Fe- γ , es el constituyente más denso de los aceros. Es deformable, con una dureza Vickers de 305 HV, una resistencia a la tracción que oscila entre 110 N/mm² y 800 N/mm², un alargamiento entre el 20-25 % y no es magnética.

Martensita: es una solución sobresaturada de C en Fe- α . Se obtiene por enfriamiento muy rápido de un acero austenizado. Después de la cementita es el constituyente más duro de los aceros. Se presenta en forma de agujas y cristaliza en la red tetragonal. La proporción de C en la martensita no es constante, sino que varía hasta un máximo de 0,89 % aumentando su dureza, resistencia mecánica y fragilidad con el contenido de C. Su dureza Vickers está en torno a 540 HV, su resistencia mecánica varía entre 1716 N/mm² a 2451 N/mm² y su alargamiento es del orden del 2,5 % al 0,5 %. Es magnética.

Bainita: se obtiene a partir de la austenita mediante transformación isotérmica dentro del rango de temperaturas que varían entre 250 y 550° C.

Ledeburita: es un constituyente de las fundiciones, es un eutéctico compuesto por austenita y cementita, estable a temperaturas por debajo de 723 °C.

En la Figura 1.1, se presenta la parte correspondiente a los aceros del Diagrama de Fases Fe-C y se discutirán los cambios microestructurales [Calliester W. D., 1995]

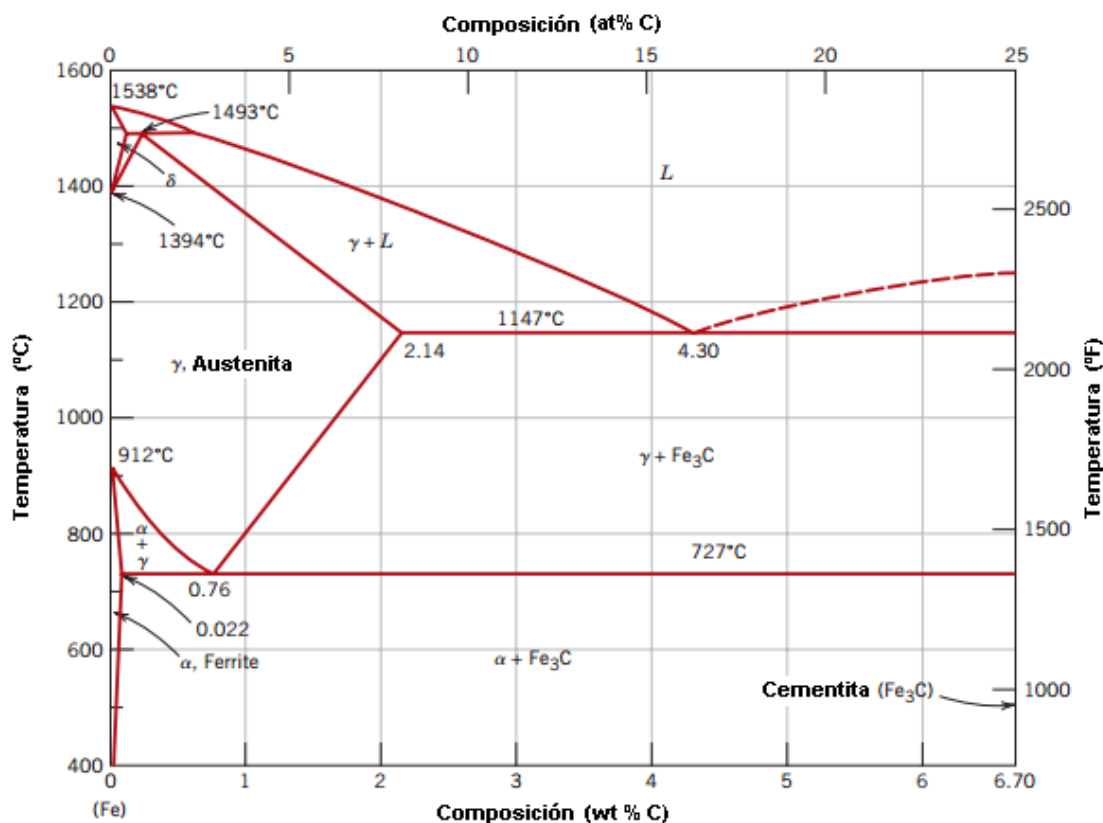


Figura 1.1. Diagrama de fases Fe-C [Calliester W. D., 2007].

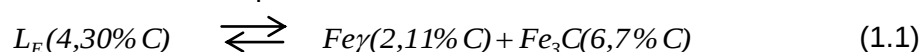
El Fe sufre cambios estructurales con la temperatura antes de fundir. A temperatura ambiente, la forma estable es la ferrita o Fe- α (BCC). A 912 °C la ferrita sufre una transformación polimórfica a austenita o Fe- γ (FCC). La austenita se transforma a otra fase BCC a 1394 °C que se conoce como ferrita- δ , la cual funde a 1538 °C. Todos estos cambios se pueden observar en el eje vertical del diagrama de fase, para el Fe puro. El otro eje de la Figura 1.1 sólo llega al 6.70 % en peso de C, concentración que coincide con el 100 % molar del compuesto intermedio Fe₃C, conocido como carburo de Fe o cementita. La parte entre el 6.70 % de C y el 100 % de C (grafito puro) no es importante desde el punto de vista tecnológico por lo cual no se va a analizar.

El C es un soluto intersticial en el Fe y forma disoluciones sólidas con la ferrita (α y δ) y con la austenita (γ). La ferrita tiene una estructura BCC y en los intersticios se puede situar muy poco C, el máximo es un 0,022 % a 727 °C. Aún en proporción muy baja, el C afecta mucho a las propiedades mecánicas de la ferrita. Esta fase es relativamente blanda, ferromagnética por debajo de 768 °C, y de densidad 7,88 g/cm³. La austenita (Fe- γ) de estructura FCC tiene una solubilidad máxima de C del

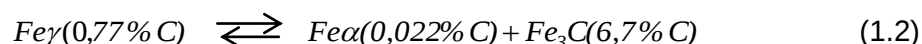
2,11 % a 1148 °C, solubilidad aproximadamente 100 veces superior a la de la ferrita. Las transformaciones de fase de la austenita son muy importantes en los tratamientos térmicos de los aceros. La ferrita- δ sólo se diferencia de la α en el tramo de temperatura donde existe, al ser sólo estable a altas temperaturas no tiene interés técnico.

La cementita desde el punto de vista mecánico es dura y frágil, y su presencia aumenta la resistencia de muchos aceros. Desde un punto de vista estricto, la cementita es meta-estable y si se calienta entre 650 °C y 700 °C se transforma en Fe- α y grafito al cabo de varios años. Por tanto, los diagramas no son realmente de equilibrio, pero al ser la velocidad de descomposición de la cementita tan extremadamente lenta estos diagramas son útiles.

En la Figura 1.1 se pueden observar regiones bifásicas y una composición eutéctica (CE) y una temperatura eutéctica (TE) (CE = 4,30 % en peso de C, y TE = 1148 °C). La reacción eutéctica se puede escribir como:



En este caso un líquido de composición eutéctica (L_E) solidifica para dar dos fases sólidas: austenita y cementita. El posterior enfriamiento de estas fases produce transformaciones de fases adicionales. En el diagrama de fases se puede observar otro punto invariante a la temperatura de 727 °C para una composición del 0,77 % de C. La reacción del eutectoide se puede representar como:



Resumiendo, los procesos en los cuales ocurre un cambio de arreglo atómico se llaman transformación. Este tipo de transformación no solamente ocurre en el Fe sino también en muchas aleaciones, las cuales tienen sus propias temperaturas de transformación. Y estas transformaciones son de vital importancia en los tratamientos térmicos. Los tratamientos térmicos han adquirido gran importancia en la industria en general, ya que con las constantes innovaciones se van requiriendo metales con mayores resistencias tanto al desgaste como a la tensión.

1.2 Clasificación

Los aceros pueden ser clasificados en una variedad de diferentes sistemas dependiendo de su: composición química; estructura metalográfica, al enfriarse al aire; aplicación; método de desoxidación; aplicaciones; dominio en el diagrama Fe-C; tamaño de grano y tecnología de obtención.

Para los fines de esta Tesis Doctoral, se clasificarán de acuerdo con su composición química, tal como se muestra en la Figura 1.2 [Anteri G., 2006; Calliester, W. D., 1995].

Los aceros más comunes se clasifican según su contenido de C: bajo, medio y alto. Además, en cada grupo existen subclases de acuerdo con la concentración de otros elementos de la aleación. Los aceros al C, solo contienen concentraciones residuales de impurezas distintas al C. En los aceros aleados, los elementos de aleación se añaden intencionalmente en concentraciones específicas.

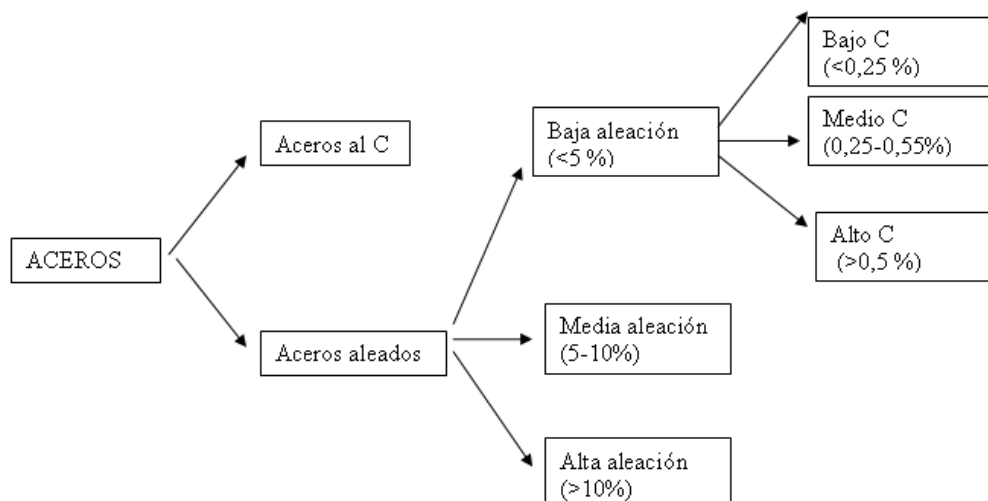


Figura 1.2. Clasificación de los aceros según su composición química [Anteri G., 2006]

A los aceros de C y de baja aleación, se los puede agrupar y estudiar en forma conjunta debido a las similitudes en su metalurgia. Por su bajo costo y sus buenas propiedades, este tipo de aceros son los más utilizados en la industria. Excepto en casos donde existan condiciones de servicios particulares (corrosión más o menos severa, alta o muy baja temperatura, muy alta resistencia al desgaste y de cargas de contacto), siempre se utiliza este tipo de aceros.

a) Aceros bajo en C (<0,25%) y baja aleación

La mayor parte de todo el acero fabricado es bajo en C. Su microestructura está compuesta por ferrita y perlita. No responden al tratamiento térmico para formar martensita y se endurecen por deformación en frío. Algunas de las propiedades de este tipo de aceros son: buena ductilidad, soldabilidad y maquinabilidad y no son buenos para resistir la fatiga. Se utilizan para fabricar carrocerías de automóviles, vigas y láminas para construir tuberías, edificios, puentes y latas estañadas.

Otro grupo de aceros de bajo C, está constituido por los aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA por sus siglas en inglés), que contiene elementos de aleación como Cu, V, Ni y Mo en concentraciones combinadas de aproximadamente el 10 % en peso y poseen mayor resistencia mecánica que los aceros bajos en C. En los ambientes atmosféricos son más resistentes a la corrosión que los aceros al C, a los que suelen reemplazar en muchas aplicaciones donde la resistencia mecánica es crítica, como en: puentes, torres, columnas de soporte de altos edificios y recipientes de presión.

b) Aceros medios en C (0,25-0,55 %) y baja aleación

Estos aceros pueden ser tratados térmicamente mediante austenización, temple y revenido para mejorar sus propiedades mecánicas. Se suelen utilizar en la condición de revenidos, con microestructura de martensita revenida. Son aceros de baja templabilidad, sólo tratables en piezas de sección delgada y con velocidades de temple muy rápidas. La soldabilidad es baja a medida que aumenta el % de C y en menor medida del % de los aleantes. La maquinabilidad es muy buena en el rango inferior de % C, pero disminuye por encima del 0,3 % C. El endurecimiento se da principalmente por temple y revenido. Estos aceros se utilizan por ejemplo en: piezas de máquinas, fabricación de piezas que conforman la cadena cinemática y la cadena de transmisión de potencia de cualquier máquina. También se usan en las herramientas manuales, agrícolas y otras aplicaciones.

c) Aceros altos en C (>0,55 %) y baja aleación

Tiene una estructura de carburos (de Fe u otros) globulares o laminares en una matriz que depende del tratamiento térmico. Son más duros, resistentes y aún menos dúctiles que los otros aceros al C. Casi siempre se utilizan en la condición templada y revenida, en la cual son especialmente resistentes al desgaste y capaces de adquirir la forma de herramienta de corte. Las herramientas y las matrices se fabrican con aceros aleados altos en C que contienen, generalmente, Cr, V, W y Mo. Estos aceros se utilizan por ejemplo en: rieles, resortes, rodamientos, herramientas de conformado en frío de bajos requerimientos.

d) Aceros de media aleación

Contienen una cantidad de elementos de aleación entre 5 % y 10 %. En estos grupos están los aceros de los sistemas Cr-Mo, Cr-Mo-V, ampliamente empleados en la industria química, petroquímica, termoenergética, en tuberías, elementos de calderas de vapor, etc., y los aceros al Ni, muy utilizados en la técnica criogénica.

e) Aceros de alta aleación

Son las aleaciones con más del 45 % de Fe y con la suma de aleantes no menor del 10 %, siendo el contenido de uno de ellos no menor del 8 %. Se clasifican de acuerdo a los elementos principales de la aleación en:

Aceros inoxidables: al Cr, al Cr-Ni, al Cr-Mn-N.

Aceros para herramientas: aceros de medio y alto C que poseen algunos o varios aleantes Cr, Mo, V, W y Co.

Aceros maraging: aceros de alta resistencia y alta tenacidad al Ni-Co-Mo.

Aceros Hadfield: aceros austeníticos resistentes al desgaste, aleados con Mn.

Dentro de este grupo se encuentran los aceros inoxidables que son objeto de estudio en esta Tesis, por esta razón en la próxima sección, se describen en forma más detallada.

1.3 Aceros inoxidables

Los aceros inoxidables son aleaciones Fe-Cr-Ni, con un contenido mínimo de Cr de 10,5 % en peso. La adición de Cr confiere al material resistencia a la corrosión superior al acero al C. Otros elementos de aleación añadidos son: Ni, Mo, Mn, Si, Cu, Al y N, principalmente. Los elementos de aleación añadidos se pueden utilizar para controlar las propiedades mecánicas, físicas y la resistencia a la corrosión [Colombier R., Hochmann J., 1968; Smith W. F., 1997].

En la Figura 1.3 se presenta un resumen de algunas características importantes de ciertos elementos aleantes que pueden presentar los aceros inoxidables.

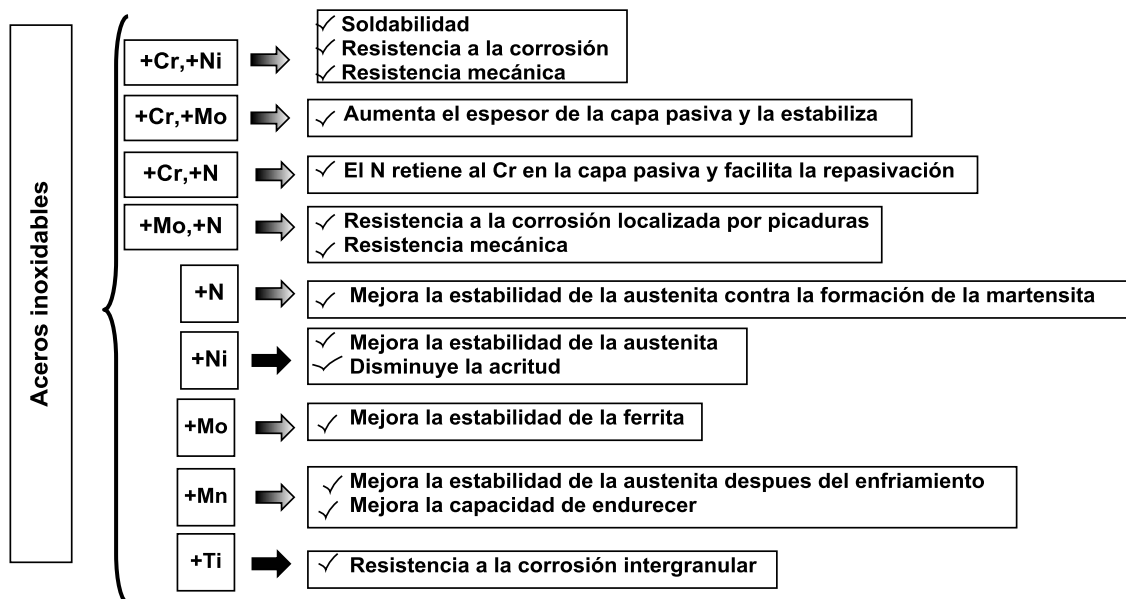


Figura 1.3. Influencia de los aleantes en algunas propiedades de los aceros inoxidables [Colombier R., Hochmann J., 1968].

Los aceros inoxidables se pueden clasificar en cinco grupos según su estructura cristalina [Seitovirta M., 2013].

- Austenítico: con 16- 25 % de Cr y 6- 20 % de Ni;
- Ferrítico: con 10,5-27 % de Cr y 0,1-1,0 % de C;
- Martensítico: con 12-17 % de Cr y 0,1-1,0 % de C;
- Duplex: con 23-30 % de Cr, 2,5-7 % de Ni y adiciones de Ti o Mo;
- Endurecido por precipitación: puede tener una matriz austenítica o una martensítica, con adiciones de Cu, Ti, Al, Mo, Nb o N.

Los aceros inoxidables se caracterizan fundamentalmente por su alta resistencia a la corrosión, alta resistencia mecánica, ductilidad y tenacidad, lo que permite su uso en un gran número de aplicaciones.

El efecto combinado de los elementos de las aleaciones, intersticiales (C, N), o sustitucionales (Mo, Mn, Ti, Nb, V, W, Cu, Al, etc) en la formación de ferrita (δ), austenita (γ) o martensita (α), a temperatura ambiente puede ser determinado aplicando el diagrama de Schaeffler, mostrado en la Figura 1.4 [Seitovirta M., 2013].

Aunque este diagrama ha sido aplicado inicialmente en materiales soldados, es muy utilizado para predecir la evaluación de la influencia de los elementos de la aleación en las características microestructurales de los aceros inoxidables. Se puede calcular en función del Cr, estabilizador de ferrita, y Ni, estabilizador de austenita, sobre una fase porcentual en peso (Cr_{eq} y Ni_{eq}). Puede calcularse de la siguiente manera [Cardelli, F., 2008; De Morais, V. L. 2010]:

$$Ni_{eq} = \% Ni + 0,3(\% Mn) + 22(\% C) + 14,2(\% N) + \% Cu \quad (1.3)$$

$$Cr_{eq} = \% Cr + 1,37(\% Mo) + 1,5(\% Si) + 2(\% Nb) + 3(\% Ti) \quad (1.4)$$

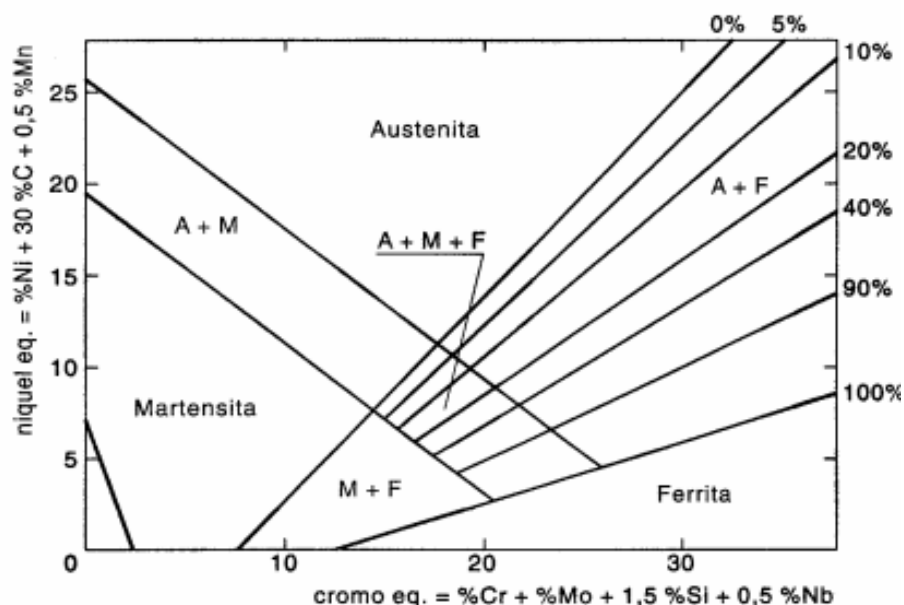


Figura 1.4. Diagrama de Schaeffler mostrando las microestructuras en función del Cr y el Ni equivalente.

Dado que en la literatura científica se usa diferentes nomenclaturas según las normas usualmente aplicable, se proporciona información sobre su designación e identificación. Entre las clasificaciones más conocidas en el sector de los aceros inoxidables se encuentran la AISI (American Iron and Steel Institute), ASTM (American Society of Testing Materials) y la EN (Norma Europea). La Norma ASTM para referirse a los distintas clases de aceros, utiliza un sistema de numeración unificado, UNS (Unified Numbering System). En la Tabla 1.1 se muestran las designaciones de los aceros inoxidables utilizados en esta Tesis.

Tabla 1.1. Nomenclaturas de aceros inoxidables en Normas Internacionales

AISI	ASTM (UNS)	EN
304	S30400	1.4301
409	S40900	1.4512
430	S43000	1.4016
439	S43940	1.4509
441	---	1.4509
444	S44400	1.4521

a) Aceros inoxidables ferríticos

Los aceros inoxidables ferríticos son esencialmente aleaciones Fe-Cr de estructura BCC y son ferromagnéticos.

El contenido de Cr se mantiene por encima de 10,5 % para asegurar la formación de la capa pasiva. Esta capa pasiva es una película adherente y estable de óxido de Cr (Cr_2O_3), es la encargada de proteger al acero en un ambiente oxidante. Algunos aceros están aleados con Mo, Si, Al, Ti o Nb, con la finalidad de obtener características específicas. Estos aceros exhiben una ductilidad aceptable y son creados con relativa facilidad, sin embargo, su resistencia a alta temperatura es pobre comparada con la de algunos tipos austeníticos. La tenacidad de los aceros ferríticos se ve limitada a bajas temperaturas y en secciones gruesas. Estos aceros no son susceptibles a ser tratados térmicamente, ni se ofrecen en condición de endurecidos.

por trabajado en frío, dada la pobre tasa de consolidación de la ferrita, y el trabajado en frío reduce la ductilidad del material. Se llama ferríticos toda vez que su estructura permanece en su mayor parte, como ferrítica en condiciones normales de tratamiento térmico. El contenido de Cr y la presencia de los estabilizadores de la fase α , hace que predomine la región de esta fase. Durante el calentamiento, los aceros ferríticos no experimentan la transformación de BCC a FCC y durante el enfriamiento pasan por soluciones sólidas de Cr en Fe- α ; por lo que se transforman en martensita y solamente pueden ser endurecidos moderadamente por trabajado en frío. Los aceros inoxidables ferríticos son relativamente de bajos en costo, ya que no contienen Ni y se usan como materiales de construcción en los que se requiere en especial resistencia al calor y a la corrosión.

La tensión de fluencia de estos aceros en su condición de recocido varía de 240 MPa a 380 MPa y su resistencia a la tensión fluctúa entre los 400 MPa y 600 MPa. La ductilidad se encuentra en el intervalo de 20 % a 35 %. También es factible alcanzar mayores valores de fluencia y resistencia mecánica de 510 MPa y 660 MPa respectivamente, mediante el incremento de aleantes. Su ventaja comparativa con los inoxidables austeníticos es su inmunidad a la corrosión bajo tensión (especialmente en presencia de cloruros a alta temperatura). Se los suele usar en tubos de pared delgada de intercambiadores de calor donde se presenta este problema, por ejemplo en las plantas de procesamiento de petróleo o gas natural. El aumento de la temperatura disminuye el problema de falta de tenacidad y ductilidad [Padilla A., 2010].

Algunas de las principales características de los aceros objeto de esta Tesis son [Carbo H. M., 2008]:

AISI 409: con 11 % de Cr, es ferrítico estabilizado, es utilizado en los silenciadores, sistemas de escape, mostradores de cocina y fregaderos, son más baratos que otros aceros inoxidables. Este tipo de acero contiene poco C o puede no contenerlo.

AISI 430: es el más popular de los aceros ferríticos, con Cr superior a 16 %, es un material con excelente resistencia a la corrosión. Su capacidad de estampado es muy buena.

AISI 439: con aproximadamente 17 % de Cr, presenta un mejor comportamiento que el 430 en estampado y una mejor resistencia a la corrosión (debido al Ti, o al precipitado de S como sulfato de titanio y no como sulfato de manganeso).

AISI 441: con semejante porcentaje de Cr del acero 439. Posee una mejor resistencia a la fluencia en altas temperaturas debido a la mayor cantidad de Nb.

AISI 444: con 18 % de Cr, posee una excelente resistencia a la corrosión gracias a la presencia del 2% de una aleación de Mo.

En la Tabla 1.2 se muestra la composición química de las aleaciones, en porcentaje en peso (% P) de los aceros inoxidables ferríticos producidas por ArcelorMittal Inox Brasil.

Tabla 1.2. Composición química de las muestras en % peso [Arcelor Mittal Inox Brasil].

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	N ₂	Otros
AISI 409	0,03	1,00	1,00	0,04	0,02	10,5 a 11,7	0,5	-	0,030	$6(C+N_2) \leq Ti \leq 0,50$
AISI 430	0,12	1,00	1,00	0,04	0,03	16,0 a 18,0	0,75	-	-	-
AISI 439	0,03	1,00	1,00	0,04	0,03	17,0 a 19,0	0,50	-	0,030	$0,20 + 4(C + N_2) \leq Ti + Nb \leq 0,75$
AISI 441A	0,03	1,00	1,00	0,04	0,015	17,5 a 18,5	0,50	-	0,030	$3C + 0,30 \leq Nb \leq 1,00$ $Ti \approx 0,10$ a 0,60
AISI 444	0,025	1,00	1,00	0,04	0,03	17,5 a 19,5	1,00	1,75 a 2,50	0,035	$0,20 + 4(C+N_2) \leq Ti + Nb \leq 0,8$

b) Acero inoxidable austenítico

Los aceros inoxidables austeníticos son los más utilizados en la industria, corresponden aproximadamente al 60 % de la producción. Más del 90% son del tipo AISI 304. Se dividen en tres grupos: Cr-Ni (Serie 300), Mn, Cr y Ni-N (Serie 200) y las aleaciones especiales. Los aceros inoxidables austeníticos tienen estructura FCC. Las aleaciones Cr-Ni, contienen generalmente desde 18 % hasta 30 % en peso de Cr, de 8 % hasta 20 % en peso de Ni y de 0,03 % a 0,1 % en peso de C. No son ferromagnéticos.

Los elementos aleantes están divididos en estabilizadores de ferrita (Cr) o austenita (Ni) y tienen un efecto específico en las propiedades de estos aceros. En la Tabla 1.3 se muestran la composición química de las aleaciones en porcentaje en peso (% P) del acero AISI 304 producido por ArcelorMittal Inox Brasil.

Tabla 1.3. Composición química del AISI 304 [Arcelor Mittal Inox Brasil].

Elemento	C	Mn	Si	P	Cr	Ni	N ₂
Peso %	$\leq 0,08$	2	0,75	0,045	18 - 20	8 - 10,5	0,10

El AISI 304, es metaestable a temperatura ambiente, se transforma en fase martensita, ya sea por enfriamiento a temperatura bajo cero o por deformación plástica. Esta nueva fase, en el último caso, se denomina martensita inducida por deformación. Existen dos tipos de martensita inducida, martensita ε con una estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) y la martensita α' con una estructura BCC. Durante la deformación, la martensita α' puede ser producida a partir de la fase de austenita y/o directamente de la martensita ε . La magnitud de la transformación depende del tamaño de grano, la composición química, la temperatura y el porcentaje de deformación. El proceso de transformación martensítica inducida por deformación plástica provoca cambios físicos en las propiedades de estos aceros. Por ejemplo, la transformación martensítica también causa un aumento sustancial en la dureza del material y por lo tanto su evolución con la deformación también puede ser evaluada por pruebas de microdureza [Lebedev A. A., Kosrchunk V. V., 2000; Solomon N., Solomon I., 2010].

El AISI 304 es una importante aleación usada en muchas aplicaciones, como en equipos para la industria química, farmacéutica, textil, papel y celulosa, refinería de petróleo, entre otros. Esta gama de aplicaciones es debida a sus propiedades mecánicas y físicas, tales como resistencia a la corrosión, ductilidad y soldabilidad [Spíndola Sales L., 2006; Das A. et al, 2011; Enríquez Berciano J. L. et al., 2010].

Como ya se dijo, una herramienta para predecir la estructura a temperatura ambiente según la composición química es el Diagrama de Schaeffler-Delong mostrado en la Figura 1.4. El diagrama especifica que es necesario que el valor de Ni_{eq} sea elevado para mantener una estructura austenítica. Además que los aceros austeníticos de baja aleación se sitúan en la parte inferior izquierda del diagrama. Encontrándose en la región de la martensita y esos tipos se llaman aceros inoxidables austeníticos metaestables, son susceptibles a la transformación martensítica inducida por deformación. Los aceros inoxidables austeníticos más aleados serán más estables y no transformarán en martensita durante la deformación.

La microestructura de los aceros inoxidables austeníticos puede ser bastante compleja. Para evitar la precipitación de fases indeseables se baja de forma rápida la temperatura desde las temperaturas de recocido. De esta forma se genera una estructura de austenita con baja densidad de dislocaciones. La formación de fallas de apilamiento es muy probable debido a la baja energía de falla de apilamiento de los aceros inoxidables austeníticos. Las fallas de apilamiento tienen un papel importante en la secuencia del proceso de deformación plástica, ya que controla la capacidad de endurecimiento de trabajo, fisuración por corrosión bajo tensión, la capacidad de estiramiento y el tipo y cantidad de martensita formada, que a su vez influye en la ductilidad del material.

Los aceros inoxidables austeníticos en estado recocido, cuando son ensayados a tracción, a temperatura ambiente, presentan un intervalo elástico es de 200 MPa a 250 MPa, la resistencia a la tracción está en el intervalo de 450 MPa a 750 MPa y el alargamiento total de 35 % a 45%. Estos valores están directamente relacionados con su buena ductilidad y tenacidad.

1.4 Mecanismo de endurecimiento de metales

Uno de los mecanismos de endurecimiento en metales es la deformación en frío (temperatura ambiente). Es el fenómeno por el que un metal dúctil llega a ser más duro y más resistente al ser deformado plásticamente. También se llama "trabajado en frío", porque la temperatura en que la deformación tiene lugar es "fría" en relación con la temperatura absoluta de fusión del metal. La mayor parte de los metales se endurece mediante deformación a temperatura ambiente. El efecto del endurecimiento por deformación en frío se puede observar en el diagrama de tensión-deformación en la Figura 1.5. Inicialmente, el metal con un límite elástico σ_{y0} , se deforma plásticamente hasta el punto D. Si se libera la tensión y más tarde se aplica otra vez, entonces se alcanza un nuevo límite elástico σ_{yi} . De esta forma, el metal ha llegado a ser más resistente durante el proceso, ya que σ_{yi} es mayor que σ_{y0} .

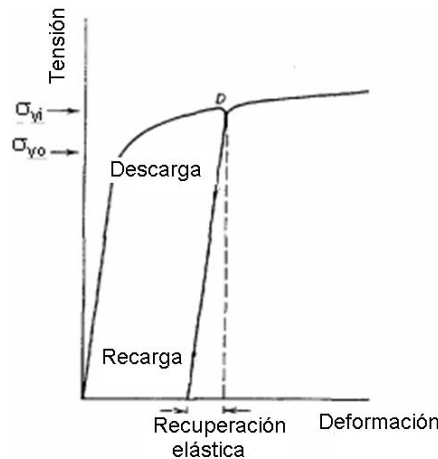


Figura 1.5. Fenómenos de recuperación de deformación elástica y endurecimiento por deformación [Acosta Iborra B., 2001].

El fenómeno del endurecimiento por deformación en frío se explica sobre la base de las fuerzas de interacción entre dislocaciones. La densidad de dislocaciones en un metal aumenta con la deformación o el trabajado en frío, por lo tanto, la distancia media de separación entre dislocaciones disminuye. En promedio, las fuerzas de interacción dislocación-dislocación son repulsivas. El resultado neto es que el movimiento de una dislocación queda impedido por la presencia de otras dislocaciones. A medida que la densidad de dislocaciones aumenta, más pronunciada será esta resistencia al movimiento de una dislocación por otras dislocaciones. Así, el esfuerzo necesario para deformar un metal aumenta cuando la deformación en frío es mayor [Acosta Iborra B., 2001].

En la industria, el endurecimiento por deformación en frío se emplea para mejorar las propiedades mecánicas de los metales durante el proceso de fabricación. Posteriormente, los efectos del endurecimiento por deformación en frío se pueden eliminar mediante el tratamiento térmico de revenido.

1.5 Factores que afectan a un metal deformado

La densidad y la distribución de los defectos generados en la deformación plástica dependen de la estructura cristalina del metal, la temperatura, la velocidad de deformación, la pureza de metal y la energía de falla de apilamiento (EFA). Por lo tanto, para una mejor comprensión del proceso de deformación, se presentará una breve reseña de estos factores:

a) Energía de falla de apilamiento

Las fallas de apilamiento se presentan en las estructuras FCC y HCP que son las que tienen planos de mayor densidad atómica. Las fallas de apilamiento son delimitadas por dislocaciones parciales. Estas dislocaciones parciales se repelen. Cuanto mayor es la energía mayor es la unidad de falla de apilamiento, más próximas estarán las dislocaciones parciales, para minimizar el área defectuosa. La EFA es uno de los más importantes parámetros indicativos de las propiedades de los materiales. Por ejemplo, un material con baja EFA, después de la deformación plástica, presenta mayor densidad de dislocaciones, distribución más uniforme de dislocaciones y mayor energía almacenada en la deformación que un material con elevada EFA y deformada en las mismas condiciones. Además los materiales con baja EFA generalmente presentan mayor tasa de endurecimiento, mayor resistencia a la fluencia y mayor susceptibilidad a la corrosión bajo tensión que los materiales de

elevada EFA. La distancia de equilibrio separación entre las dislocaciones refleja el equilibrio entre la fuerza de repulsión de las dislocaciones parciales y la EFA asociada [Miranda Da Cunha G., 2016].

La distribución de las dislocaciones en un metal o aleación depende, en gran medida de la EFA.

b) Influencia del tamaño de grano inicial

Las muestras con diferentes tamaños de grano sometidas al mismo grado de deformación tienden a tener diferentes densidades de dislocaciones. Por lo general, la densidad de dislocaciones es mayor para las muestras con menor tamaño de grano.

Para altos valores de deformación, las diferencias locales de densidad de dislocaciones entre los granos, son pequeñas comparadas con muestras de menor nivel de deformación [Da Rocha M. R., 2006; Padilha A. F.; Guedes L. C, 1996].

c) Temperatura y velocidad de deformación

La distribución de la densidad de dislocaciones y la energía almacenada, son factores que dependen de la temperatura a la cual fue deformado el metal. Al disminuir la temperatura de deformación además de disminuir la movilidad de dislocaciones puedes también causar una disminución de la EFA.

A mayores temperaturas de deformación se favorece la formación de células (subgranos) mayores y más definidos. Microestructuralmente, el efecto de aumentar la velocidad de deformación, es equivalente a disminuir la temperatura del proceso. Pequeñas variaciones en la velocidad de deformación producen grandes modificaciones en la subestructura de dislocaciones mientras que grandes variaciones en la velocidad producen poco efecto [Da Rocha M. R., 2006; Padilha A. F.; Guedes L. C, 1996].

1.6 Transformación martensítica en aceros inoxidables austeníticos

El caso más frecuente de formación de martensita a temperatura ambiente en aceros inoxidables es el de la martensita inducida por deformaciones [Padilla A. F., y Ríos P. R., 2002].

Los aceros con microestructura metaestable, por ejemplo, AISI 301, 302, 304, 304L, 316 y 316L puede formar martensita ϵ (HCP, paramagnética) y α' (BCC, ferromagnética), mientras que los aceros con microestructura estable, por ejemplo el 310, la única forma de martensita inducida es por deformación plástica [Krauss G., 1999]. En los aceros metaestables la fase martensítica induce cambios de volumen en comparación con la fase contigua austenítica. En el caso de la martensita α' se genera una expansión en volumen que oscila entre 1 % y 4 %, mientras que la martensita ϵ genera una contracción en volumen.

La transformación martensítica se produce por la distorsión de Bain, y se manifiesta en la red cristalina austenítica asociada a un deslizamiento cristalográfico. Este mecanismo conduce a orientar las placas favorablemente para equilibrar los campos de tensiones internas. Las distorsiones en la red cristalina son debidas al exceso en C heredado de la fase austenítica. La estructura cristalina pasa de un FCC a una estructura cúbica centrada, distorsionada para poder contener el exceso de C [Torres López E. A., et al., 2014]. La morfología de la martensita depende fuertemente de la composición química. A nivel de una placa este tipo de

transformación está caracterizada por una cizalladura macroscópica en el plano [El Ouali A., 2013]. En la Figura 1.6 se muestra un esquema representativo de la cizalla de la red cristalina durante la transformación martensítica por la deformación de Bain.

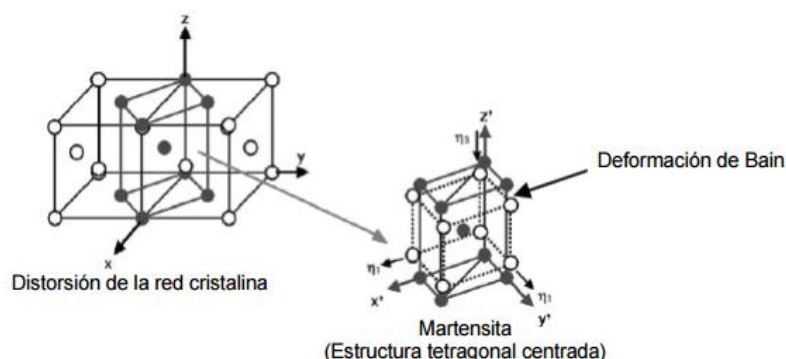


Figura 1.6. Esquema representativo de la cizalladura de la red cristalina durante la transformación martensítica por la deformación de Bain [El Ouali A., 2013].

Los mecanismos de deformación que se activan en la fase austenítica dependen críticamente de la EFA. Un aumento del valor de la EFA impide la formación de embriones de martensita debido a la formación y crecimiento de bandas de deslizamiento. En el caso de los aceros austeníticos inoxidables AISI 304, es de 21 mJ/m^2 para el AISI 310, 40 mJ/m^2 y $50,8 \text{ mJ/m}^2$ para el 316L. La transformación martensítica se presenta en valores inferiores de $\approx 18 \text{ mJ/m}^2$, en el metaestable AISI 301LN alcanza valores de $6,14 \text{ mJ/m}^2$, lo cual indica la débil estabilidad de la fase austenítica de este acero. En la formación de la martensita α' hay estudios que muestran que la cantidad de martensita ε formada, es más elevada al principio de la deformación, y disminuye a medida que la deformación aumenta, mientras que la cantidad de martensita α' formada, crece de manera progresiva. Este fenómeno puede sugerir que la fase ε no es una fase intermedia y que la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$ puede desarrollarse de dos maneras diferentes. La transformación puede ser directa $\gamma \rightarrow \alpha'$ cuando los sitios de formación de α' son las maclas y/o los defectos de apilamiento inducidos por la deformación; o indirecta a través de la martensita ε , $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$. Esta última situación, se produce en el caso de los aceros con gran porcentaje de Cr y Ni, la nucleación tiene lugar en las intersecciones de las placas de la fase ε [Cognoms Zapata Dederle A. C., 2012].

Los factores que afectan la transformación martensítica inducida, dependen de: la composición química, de su EFA, tamaño de grano y de los parámetros relacionados con el trabajado en frío, como grado de deformación, tipo de deformación, velocidad de deformación, campo magnético externo, temperatura y estado de tensión [Padilla A. F. y Rios P. R., 2002, Bredda E. H., 2012].

La transformación martensítica es una transformación sin difusión, es decir, el desplazamiento recorrido por los átomos es inferior a las distancias interatómicas y los mecanismos de difusión no intervienen. Por lo tanto, la composición química de la fase producida es la misma que la de la fase madre. La formación de una placa de martensita, produce gran cantidad de tensiones elásticas debido al cambio de la forma y a las limitaciones de la celda unitaria. Así mismo, la formación de una placa crea núcleos y una nueva intercara asociada a la energía de superficie de la fase austenítica.

La composición química de un acero en particular, tiene un fuerte efecto sobre la estabilidad de la fase austenítica, la morfología de la martensita y la diferencia entre las temperaturas M_s (temperatura de inicio de la transformación austenita-martensita) y M_d (temperatura por encima de la cual no hay transformación de fase de austenita a martensita). El problema es que no hay modelos muy precisos para definir

M_s . Esta temperatura varía también en función de la tensión aplicada. M_s aumenta en tracción y en compresión, pero disminuye con un aumento de la presión hidrostática. Esto ha sido demostrado por investigadores mediante el desarrollo de expresiones empíricas que relacionan el efecto de los aleantes con el inicio de la temperatura de transformación de la martensita (M_s) ε [Cognoms Zapata Dederle A. C., 2012].

La adición de elementos aleantes provoca una disminución de M_s (a excepción del Co y el Al). Los elementos sustitucionales como el Cr y el Ni tienen un moderado efecto sobre la M_s en comparación con el C y el N. El contenido de N residual en los aceros inoxidable austeníticos (0,03 % al 0,07 %) combinado con el C, tiene un fuerte efecto sobre la estabilización de la austenita con respecto a la formación de la martensita [Cognoms Zapata Dederle A. C., 2012]. La estabilidad de la austenita en relación a la transformación inducida por deformación, es tanto mayor cuanto menor es el valor de M_d . Tanto M_d como M_s son difíciles de determinar experimentalmente. Angel T. J. (1954) define la temperatura $M_{d30/50}$ como la temperatura a la cual el 50 % de la austenita transforma a martensita bajo una deformación del 30 %, según la expresión:

$$M_{d30/50}(^{\circ}\text{C}) = 413 - 13,7(\% \text{Cr}) - 9,5(\% \text{Ni}) - 8,1(\% \text{Mn}) - 18,5(\% \text{Mo}) - 9,2(\% \text{Si}) - 462(\% [\text{C} + \text{N}]) \quad (1.5)$$

El tamaño de grano austenítico determina el tamaño de la primera placa martensítica a formar. Una vez formada la primera placa, a continuación se forman las siguientes, sólo que éstas serán mas pequeñas y tendrán una orientación diferente. La cantidad de bordes de grano parece poner un obstáculo a la formación de la martensita por su influencia en el juego de las deformaciones elásticas y plásticas que ocurren en la energía de tipo mecánico. Cuando el grano es muy fino generalmente disminuye la temperatura M_s , y se inducen pequeñas placas de martensita [Cognoms Zapata Dederle A. C., 2012].

El efecto de un esfuerzo uniaxial plástico o elástico sobre la transformación martensítica, normalmente eleva la temperatura de inicio M_s y favorece nuevos sitios de formación de martensita. De esta manera, la transformación por deformación puede ser asistida por esfuerzos o inducida por deformación. En la primera, los esfuerzos ayudan a iniciar la transformación, incluso a temperaturas por encima de M_s . En la segunda, la formación de dislocaciones facilita la nucleación de la martensita, presentándose esta última a temperatura ambiente.

No es bueno para los aceros inoxidable metaestables que la transformación ocurra por encima de M_s , porque la estabilidad de estos aceros estaría dependiendo de la temperatura (M_d) y no de otros parámetros como la composición química o el tamaño de grano. En estas circunstancias se estabiliza la austenita y se disminuye la cantidad de la transformación $\gamma \rightarrow \alpha'$, interfiriendo con la nucleación y posterior crecimiento de las placas de martensita.

Mangonon P. L. y Thomas G. (1970) estudiaron la transformación de fase inducida por la tensión a través de ensayo de tracción en frío del acero AISI 304. La martensita ε es formada en el comienzo de la deformación, alcanzando un máximo, aproximadamente con un 5 % de deformación. Al aumentar el porcentaje de deformación, la cantidad de fase ε disminuye prácticamente a cero para deformaciones con un aproximadamente 20 %. La cantidad de martensita α' aumenta continuamente con el aumento de deformación. Para un alto grado de deformación, la martensita α' es la única fase presente, además de la matriz austenítica.

La temperatura tiene una gran influencia en la transformación de fase inducida por deformación. Tourki et al. (2005), estudiaron la evolución de la martensita inducida por deformación en el acero AISI 304 en función de la temperatura, fijando una velocidad de deformación de 10^{-3} / s. Encontraron que cuando menores son las temperaturas, mayores son las cantidades de la martensita inducida por deformación.

Lichtenfeld et al. (2006), indicaron que además de la influencia de la temperatura, hay que tener en cuenta el calor generado por la deformación plástica cuando se retiene en la muestra, en lugar de disiparse. Este hecho, contribuye a aumentar la temperatura durante la deformación plástica, favoreciendo una mayor estabilidad de la austenita y menor cantidad de martensita formada inducida por deformación.

Desde un punto de vista cristalográfico, la transformación de fases γ (FCC) $\rightarrow$ ϵ (HCP) se asocia a la superposición de fallas de apilamiento en los dos planos compactos de la fase austenítica. La mayor parte de los modelos corrientes proponen una superposición regular. A nivel morfológico la fase ϵ formada se presenta bajo la forma de plaquetas. Dentro de los aceros inoxidable del tipo 18/8 (18 % de Cr, 8 % de Ni), la EFA es muy baja y todas las dislocaciones son generalmente disociadas. La longitud de banda entre dislocaciones parciales se ven afectadas por los campos de constricción inducidos por otras dislocaciones. Cuando dos dislocaciones están próximas en planos de deslizamiento poco espaciados, la disociación se incrementa por interacciones mutuas. Estas interacciones conducen a la formación de fallas de apilamiento. Los planos de deslizamiento vecinos en los que un gran número de dislocaciones se disocian y superponen, son ahora fácilmente activados. La superposición irregular se convierte ahora en regular. Otras teorías, suponen que la secuencia de transformación martensítica cuando se induce por deformación plástica es FCC $\rightarrow$ HCP $\rightarrow$ BCC, siendo las fases $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ respectivamente. Las intersecciones de fallas de apilamiento o plaquetas de fase ϵ (HCP), constituyen sitios preferenciales para la nucleación de α' . La fase HCP no actuará como una fase intermedia si aumenta la EFA. Dependerá entonces de la composición química de la aleación [Spencer K. et al., 2004].

Los efectos de los elementos de aleación en los aceros y en aleaciones especiales, no sólo altera las fases o constituyentes presentes en equilibrio, sino también la manera y velocidad a la que se forman las fases [De Morais L. V., 2010].

La velocidad de deformación que se aplica a un material tiene una influencia directa en las tensiones. Las propiedades mecánicas de los aceros austeníticos deformados en velocidades moderadamente altas, han sido de gran interés para explicar y predecir el comportamiento material durante el proceso de deformación. Talonen J. et al. (2005) estudiaron el efecto de la velocidad de deformación en propiedades de resistencia y transformación de la austenita en martensita α' para el AISI 301 LN y 304 para bajas velocidades. Concluyeron que la transformación de fase inducida por deformación es altamente dependiente del calentamiento adiabático, que afecta directamente a la velocidad de endurecimiento y el límite de resistencia. Los aceros austeníticos mostraron una diferencia significativa en el comportamiento a altas velocidades de deformación en comparación con la prueba cuasi-estática (velocidad de deformación muy baja). Los cambios en el comportamiento de las propiedades mecánicas debido a la mayor velocidad de deformación, dependen directamente de la estabilidad de la austenita. En general, el efecto de la velocidad de deformación es difícil de evaluar aisladamente, porque al aumentar la velocidad de deformación, aumenta la temperatura de la muestra debido al calentamiento por efecto Joule [De Morais V. L., 2010].

1.7 Procesos de fabricación de aceros inoxidables

Para aceros inoxidables el proceso de fabricación es complejo y esencialmente consta de las siguientes operaciones:

Las bobinas de bandas laminadas en caliente tienen un espesor comprendido entre 2,5 mm y 8,5 mm; los espesores finales de las bobinas laminadas en frío varían entre 0,25 mm y 6 mm.

A la laminación en caliente sigue el recocido y decapado. El recocido se realiza en hornos campana en martensíticos y ferríticos y en hornos continuos en los austeníticos. El decapado se realiza con mezcla de ácidos nítrico y fluorhídrico y va precedido de granallado.

Después de laminar en frío se procede a recocido en continuo en hornos de atmósfera oxidante, seguido de un decapado con distintas soluciones de nítrico o sulfúrico y sulfato, cloruro y nitrato sódico. Hay líneas de recocido continuo en atmósfera inerte (mezclas de nitrógeno e hidrógeno exentas de humedad, procedentes de la disociación del amoníaco) con las que no es necesario proceder a decapado tras el recocido.

El temperado se realiza en cajas dúo de cilindros de gran diámetro.

Las bandas así terminadas se pueden despachar en forma de bobinas o procesarlas en las líneas de corte para su entrega en paquetes de chapa cortada. En la Figura 1.7 se tiene un diagrama esquemático del proceso de fabricación del acero inoxidable [Enríquez Berciano J. L. et al., 2010].

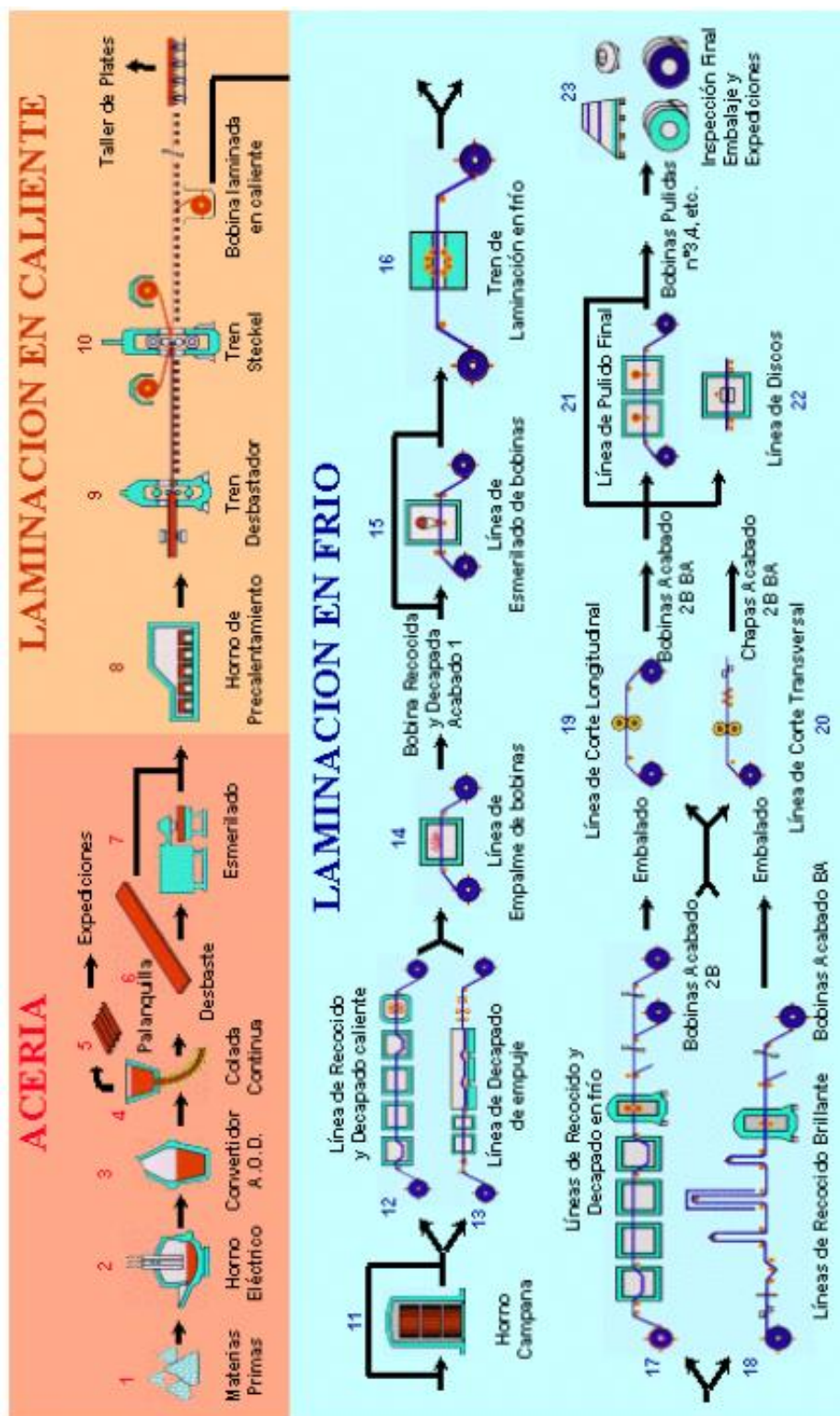


Figura 1.7. Diagrama esquemático del proceso de fabricación del acero inoxidable [Enríquez Berciano J. L. et al., 2010]

Para tener mayor conocimiento de la historia del material es necesario saber qué significa cada uno de los acabados a los que es sometido. Esto se pueden observar en la Figura 1.8. A continuación se indica los más utilizados.

Acabado N° 1: Laminado en caliente, recocido y decapado.

El resultado de estas operaciones es el de una superficie opaca y más rugosa que la que se obtiene con los laminados en frío. Es un acabado frecuente en chapas de aceros inoxidables que tienen un espesor casi siempre no inferior a 3,00 mm, destinadas a aplicaciones industriales donde el brillo no es fundamental. En aplicaciones industriales en las que una baja rugosidad sea importante, los materiales con acabado N° 1 son finalmente esmerilados o pulidos, según las necesidades.

Acabado N° 2D: Laminado en frío, recocido y decapado.

Un acabado mucho menos rugoso que el N° 1, pero aun así la superficie conseguida es opaca, mate. Este acabado no es normalmente utilizado en algunos aceros ferríticos, como por ejemplo el acero inoxidable 430, porque durante la conformación este acero y otros, con acabado 2D, dan lugar a la aparición de líneas de Lüder.

Acabado N° 2B: El material del acabado N° 2D es sometido a un ligero pase de laminación con cilindros brillantes ("skin pass").

Tiene un brillo superior al del acabado N° 2D y es el más usado entre los acabados de laminación en frío. En los materiales laminados en frío, cuanto menor es el espesor, menor es la rugosidad y mayor es el brillo. En este tipo de acabado la superficie es mucho más reflectiva en los aceros inoxidables ferríticos que en los austeníticos y en los martensíticos.

Acabado de recocido brillante: laminado en frío y recocido en horno de atmósfera inerte controlada.

Debido a la utilización de hornos de atmósfera controlada, el material no sufre oxidación durante el recocido. Para este acabado es necesaria la utilización de cilindros de laminación de muy baja rugosidad. La superficie de este acabado es lisa, brillante y reflectiva. Es más conocido como acabado BA ("Bright Annealed Finish").

Acabado N° 4: Material esmerilado (lijado) en una única dirección.

Dependiendo del fabricante los abrasivos usados pueden tener granulometría diferente, debido a esas diferencias, a los diferentes equipamientos utilizados y también los diferentes abrasivos, es común que el comprador fije el valor máximo de rugosidad para este acabado. Un valor que suele ser usado como máximo es el de 0,40 μm Ra (rugosidad media).

Acabado N° 6: Aspecto opaco, satinado.

Este acabado tiene una rugosidad menor que la del acabado N° 4 y, a veces, es fabricado a partir del acabado N° 4 tratándolo después con paños embebidos en abrasivos y aceites. El acabado "Satin Finish" de ArcelorMittal Inox Brasil es muy próximo, en su apariencia, a este acabado N° 6.

Acabado N° 7: Pulido con alto brillo.

Superficie pulida pero que aún conserva algunas líneas de pulido. Alto grado de reflexión. También conocido como "Buffing Bright". En la Figura 1.8, se muestra los esquemas para los acabados N° 1, 2D y 2B [Carbó H. M., 2008].

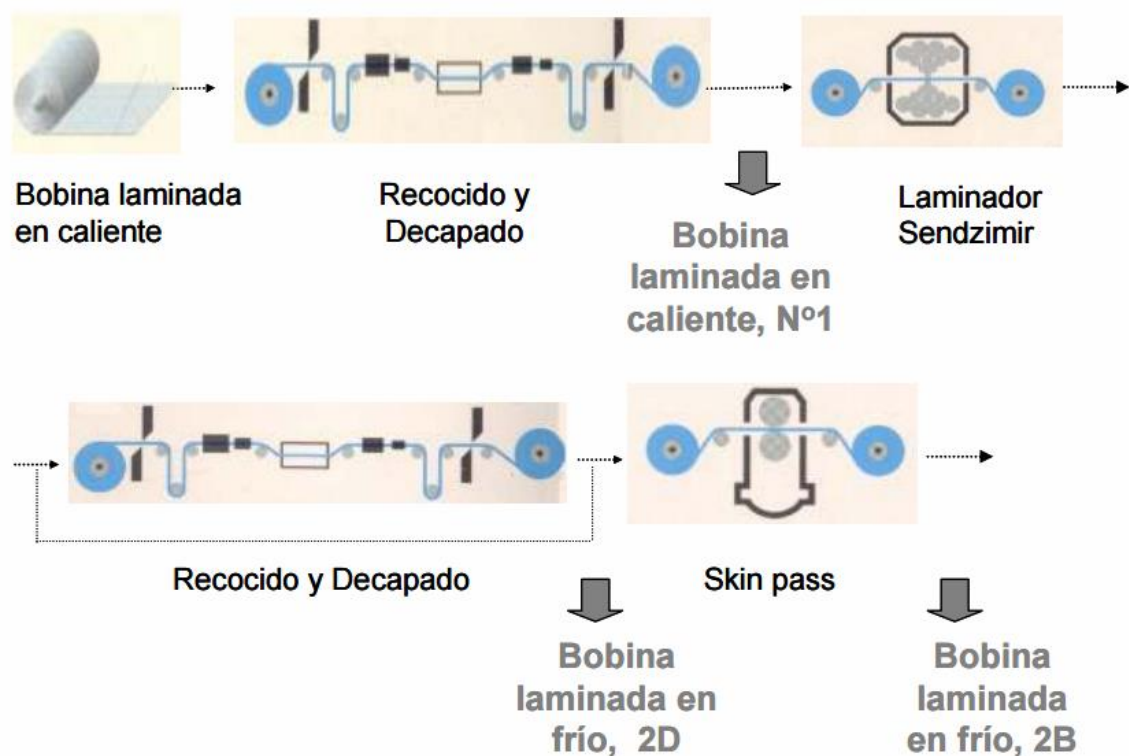


Figura 1.8. Acabados N° 1, 2D y 2B [Carbó H. M., 2008].

1.8 Técnicas microestructurales empleadas

Se describen sucintamente las distintas Técnicas que se aplicaron para la caracterización microestructural en la realización de esta Tesis.

a) Ensayos metalográficos

La metalografía es la parte de la metalurgia que estudia las características estructurales o de constitución de los metales y aleaciones, para relacionarlas con las propiedades físicas, mecánicas y químicas de los mismos. La importancia del examen metalográfico radica, en que es capaz de revelar la historia del tratamiento mecánico y térmico que ha sufrido el material. A través de este estudio se pueden determinar características como el tamaño de grano, distribución de las fases que componen la aleación, inclusiones no metálicas como sopladuras, micro cavidades de contracción, escorias, etc., que pueden modificar las propiedades mecánicas del metal.

Es de fundamental importancia la correcta preparación de la probeta para la observación microscópica. Para realizar un análisis metalográfico se debe preparar la muestra de estudio llevando a cabo los siguientes pasos:

- Corte: éste suele ser un corte por abrasión evitando la alteración de las condiciones microestructurales de la pieza.
- Inclusión: la pieza o muestra debe ser incluida en resina para un mejor tratamiento posterior y almacenamiento.
- Pulido: prepara la superficie del material, iniciando con un desbaste grueso, usando progresivamente lijas con tamaño del grano cada vez menor,

finalizando con un desbaste o pulido fino usando un paño cubierto de finas partículas abrasivas (hasta polvo de diamante de 1 μm) en una rueda giratoria.

- Ataque químico: pone en evidencia la estructura del metal o aleación, generalmente se hace por inmersión o con un método electrolítico (tampón) con una solución especialmente elegida para el material y la región a ser observada.
- Visualización microscópica: se observa la muestra revelada en lupa (microscopio óptico) y/o electrónico.

b) Ensayos de dureza

La dureza de un material es una de sus características mecánicas, se define como una medida de su resistencia a la deformación permanente. La versatilidad de esta definición surge precisamente de su propia ambigüedad, ya que las posibilidades de deformar permanentemente a un material son diversas: rayarlo, lijarlo, penetrarlo con un punzón o cortarlo, etc. Cada una de ellas puede utilizarse para desarrollar un procedimiento diferente de mediciones de dureza.

Los diferentes métodos desarrollados para medir la dureza, en general consisten en producir una deformación local en el material a través de un indentador. Los valores obtenidos son siempre dependientes del método y las condiciones en las que se ensaya, así para que un valor de dureza sea útil y permita su comparación, debe estar acompañado de la indicación del método utilizado y las condiciones del ensayo.

Los diferentes métodos utilizados para obtener los valores de dureza se pueden clasificar en dos grandes grupos según la forma de aplicación de la carga:

Ensayos estáticos: la carga se aplica en forma estática o cuasi estática. En este caso un indentador se presiona contra la superficie de ensayo, con una carga que se aplica en forma relativamente lenta. En general la medida de dureza en este tipo de ensayo resulta del cociente de la carga aplicada y el área de la huella que deja el indentador en la superficie, como es el caso de los métodos Brinell, Vickers y Knoop, o bien es una medida de la profundidad de la indentación como en el ensayo Rockwell.

Ensayos dinámicos: la carga se aplica en forma de impacto. En general el indentador es lanzado sobre la superficie a ensayar con una energía conocida, y el valor de dureza se obtiene a partir de la energía de rebote del penetrador luego de impactar en la muestra.

A continuación se describe con mayor detalle el método Vickers, ya que fue utilizado en la realización de esta Tesis.

El método Vickers permite determinar la dureza mediante la medición de las diagonales de la impresión que produce el penetrador sobre la superficie ensayada. Este ensayo es usualmente usado en materiales muy duros. Al ser muy pequeña la profundidad de impresión, se presta para determinar la dureza superficial de los materiales. La medida de la impresión se realiza mediante un microscopio. Se usa un penetrador de diamante constituido por una pirámide de base cuadrada con un ángulo al vértice de 136° . Según sea el valor de dureza, podrá hacerse actuar sobre el penetrador una de las siguientes cargas: 1, 5, 10, 20, 30, 50, 80, 100, 120, todas expresadas en kg. El número de dureza Vickers resulta del cociente entre la carga de ensayo y el área de impresión (ver Figura 1.9). Como resultado de la forma del marcador, la impresión sobre la superficie del material será un cuadrado.

La longitud de la diagonal del cuadrado es medida por medio de un microscopio equipado con un micrómetro ocular que contiene filamentos móviles. La distancia entre los filamentos se indica en un contador calibrado en milésimas de milímetro. Por lo general hay tablas para convertir la diagonal medida en el número de dureza Vickers (HV) o por medio de la fórmula:

$$HV = \frac{1.854L}{d^2} \quad (1.6)$$

donde:

P: carga aplicada en kg.

d: longitud de la diagonal del cuadrado en mm.

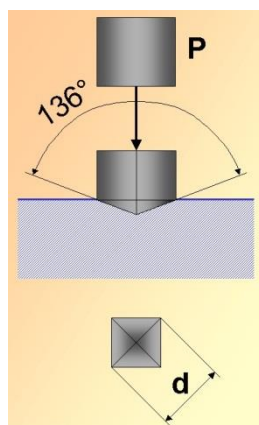


Figura 1.9. Penetrador Vickers.

c) Medición de textura

Los materiales policristalinos están formados por pequeños cristales denominados granos, que están separados uno de los otros por superficies conocidas como bordes de grano. Por lo tanto, una muestra macroscópica se compone de un gran número de granos. Cada grano está formado por un arreglo de átomos formando una red cristalina con una simetría muy precisa (BCC, FCC, HCP, etc.). La orientación de cada grano en un sistema de referencia fijo a la muestra, se refiere a cómo se encuentran los ejes principales del cristal respecto de este sistema. La textura cristalográfica refleja la probabilidad de encontrar granos que tienen una dada orientación en el sistema fijo a la muestra. Si una muestra tiene todos los granos orientados al azar se tiene la misma probabilidad de encontrar cristales con una dada orientación. Se dice que en ese caso la textura es isotrópica. En el otro extremo, cuando hablamos de un monocristal se trata de un material con una textura cristalográfica de tipo deltiforme, donde la probabilidad de encontrar un grano con una dada orientación es 1 si corresponde con la orientación del monocristal y es cero en todo otro caso. En los materiales que comúnmente encontramos, la distribución de probabilidad varía entre 0 y 1 como función de la orientación de los cristales. La existencia de orientación preferencial de los granos dentro del material se conoce como textura cristalográfica.

La forma habitual de representar la orientación preferencial de los granos en un policristal es empleando figuras de polos. Una figura de polo es una proyección estereográfica que muestra la distribución de las normales a los planos cristalinicos específicos, usando los ejes de la muestra como ejes de referencia.

El método comúnmente empleado para la medición de figuras de polos utiliza la difracción de rayos X y se conoce como el "método de reflexión de Schulz". El

método consiste en fijar la fuente de rayos X y el detector en un valor particular de 2θ (ver Figura 1.10. a)), de forma de seleccionar una familia de planos para que cumplan con la condición de difracción de Bragg, y luego rotar la muestra utilizando una cuna de Euler de dos ejes, barriendo en forma sistemática (ángulos ϕ y χ) en ambos ejes. En esa configuración, el detector registrará una dada intensidad de la radiación reflejada, la que es proporcional al volumen de los cristales que se encuentran en condición de difracción. Al rotar la muestra, cristales con otras orientaciones entran en condición de difracción, lo que permite construir mapas que reflejan los cambios en el número de cristales que tienen distintas orientaciones. De allí que áreas de alta y baja intensidad indicadas con diferentes colores, sugieren una orientación preferencial, mientras que la intensidad constante en todos los ángulos sugiere que el material está formado por un agregado policristalino al azar (Figura 1.10.b)). Los cristales que se encuentran en condición de difracción, son aquellos cuya normal al plano de difracción seleccionado, coincide con el vector de dispersión (bisectriz entre la dirección de incidencia y de detección) [Moya Riffo A., et al. 2015].

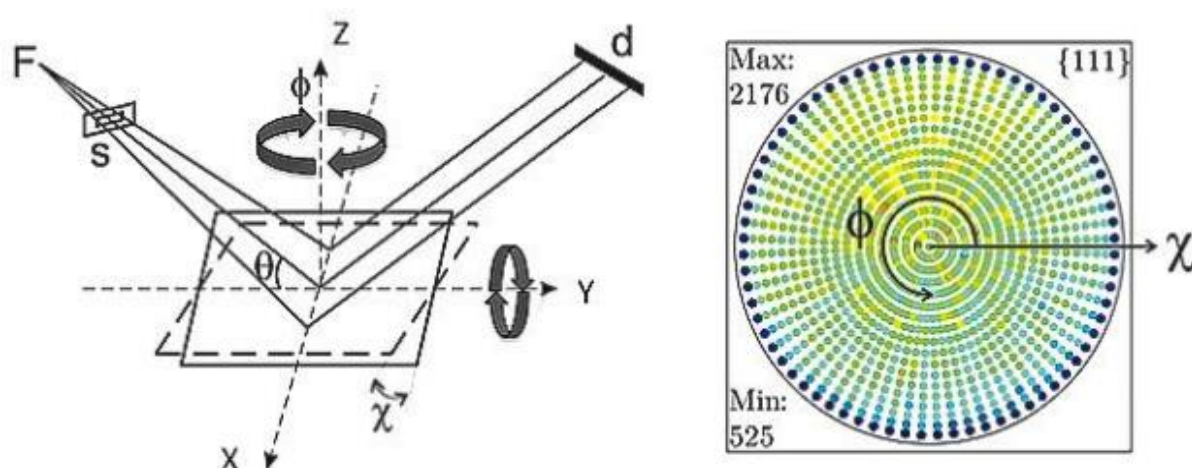


Figura 1.10: a) esquema de la configuración de Schulz para medir figuras polares usando los ángulos ϕ y χ . b) figura de polos medida con una grilla circular de espaciado 5° entre ϕ y χ para la reflexión (111) de una muestra isotrópica [Moya Riffo A., et al. 2015].

d) Conductividad

Para medir la resistividad o conductividad de los materiales estudiados en esta Tesis, se utilizó la técnica de cuatro puntas o método de Kelvin [Heidenreich A., et al. 2013]. El esquema del método se muestra en la Figura 1.11. Se hace uso de dos circuitos vinculados (exterior e interior). Por el circuito exterior se hace circular la corriente mientras que por el circuito interior la corriente prácticamente no circula, debido a la alta resistencia que aporta el voltímetro. La tensión medida por el voltímetro será entonces:

$$V^+ = E1 - i^+ R - E2 \quad (1.7)$$

donde: E representa la tensión de cada potencial de contacto en las uniones. El supra índice + indica que la corriente circula en sentido horario (el – indica que sigue el sentido opuesto). Cuando se invierte la dirección de la corriente (cambiando la polaridad de la fuente de tensión), la tensión resultante es:

$$-V^- = E1 - i^- R - E2 \quad (1.8)$$

Restando las ecuaciones anteriores se obtiene:

$$V^+ + V^- = (i^+ + i^-)R \quad (1.9)$$

Los valores de tensión y corriente indicados en las ecuaciones anteriores son los valores absolutos de lo que se indica en los instrumentos de medición. Entonces tomando la diferencia de los potenciales medidos, se puede anular el efecto que producen los potenciales de contacto:

$$\frac{V^+ + V^-}{i^+ + i^-} = R \quad (1.10)$$

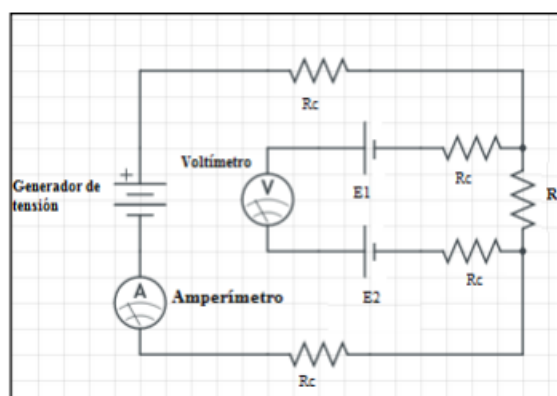


Figura 1.11. Determinación de la resistencia de una muestra usando el método de las cuatro puntas [Heidenreich A., et al. 2013].

1.9 Ensayos mecánicos

Los ensayos mecánicos de materiales, nos permiten conocer sus propiedades mecánicas: resistencia, ductilidad, dureza, tenacidad, fluencia, etc. y por tanto podemos clasificarlos atendiendo a las especificaciones normativas de cada uno.

Los ensayos más comunes son: tracción, compresión, torsión, choque, desgaste, fatiga y dureza.

El caso que nos ocupa en este trabajo, se relaciona con los materiales cuando son solicitados en ensayos de tracción. A través de este ensayo se pueden determinar las propiedades mecánicas importantes para el diseño de materiales como: límite de fluencia o tensión de fluencia, coeficiente de Poisson, límite elástico, resistencia a la tracción, ductilidad y tenacidad (ver Figura 1.12).

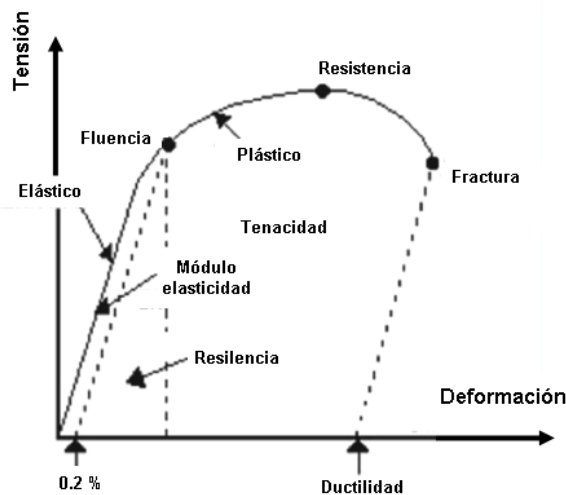


Figura 1.12. Curva ingenieril típica de un ensayo de tracción para metales y propiedades mecánicas que pueden ser determinadas [Campos M. A., 2012].

El ensayo de tracción, así como la mayoría de los procedimientos usado en mecánica de los materiales, esta detallado en los procedimientos ASTM (“American Society for Testing and Materials”).

En la Figura 1.13 se muestran las curvas de tensión–deformación típicas para un acero inoxidable y un acero al C en la condición de recocido. El comportamiento tensión-deformación del acero inoxidable difiere del comportamiento del acero al C en varios aspectos. La diferencia más importante reside en la forma de la curva tensión-deformación. Mientras el acero al C exhibe un comportamiento elástico lineal hasta su límite elástico y una zona plana antes del endurecimiento por deformación, el acero inoxidable presenta una curva tensión-deformación con forma más redondeada sin límite elástico definido. Por ello, el “límite elástico” del acero inoxidable se expresa, en general, en términos de una resistencia de prueba definida para un determinado valor de deformación remanente (convencionalmente la deformación del 0,2%) [Upcommons].

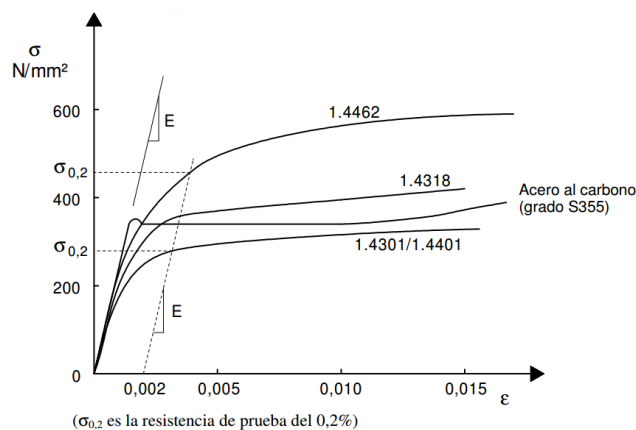


Figura 1.13. Curvas tensión–deformación típica para aceros inoxidables y un acero al C en la condición de recocido (para tensión longitudinal) [Internet, 2017].

En la primera parte de las curvas del ensayo de tracción muchos materiales obedecen la ley de Hooke. Esto significa que la tensión de tracción (σ) es proporcional a la deformación (ϵ) por una constante llamada módulo de elasticidad o de Young (E):

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1.11)$$

Al aumentar la deformación se produce una desviación de la relación lineal, y el punto de inicio es llamado límite de proporcionalidad. Esta no linealidad es asociada con los mecanismos de movimiento de las dislocaciones y sus interacciones con otros defectos. De todos los defectos presentes en la microestructura, el tamaño de grano es uno de los parámetros más significativo. En las aleaciones metálicas policristalinas los cambios en el tamaño de grano influyen fuertemente en el límite elástico. Ellos presentan discontinuidades de su microestructura en los bordes de grano, siendo allí donde se producen los principales mecanismos de deformación plástica. A temperatura ambiente, el deslizamiento cristalográfico en granos vecinos lleva a incompatibilidades de deformación en las proximidades de los bordes de grano, generando tensiones internas que sólo pueden ser parcialmente liberadas. Dado que la densidad de dislocaciones aumenta con la disminución del tamaño de grano, se deduce que cuanto menor es el tamaño de grano más grande será la tensión de fluencia, tal como revela la ley de Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k l^{-1/2} \quad (1.12)$$

donde σ_y es la tensión de fluencia, σ_0 es una constante del material relacionada con la tensión necesaria para iniciar el movimiento de las dislocaciones, k es el coeficiente de endurecimiento y l es el tamaño de grano [Monti A. M., 1997; Campos M. A., 2012].

1.10 Referencias

AcerlorMittal Inox Brasil, *Aço inoxidável: a solução perfeita para o desenvolvimento sustentável* www.arcelormittalinoxbrasil.com.br

Acosta Iborra B., *Desarrollo y Validación de una Nueva Técnica de Ensayo No Destructivo, Basada en el Potencial Termoeléctrico, para el Conocimiento del Envejecimiento de los Aceros de Vasija de Reactores Nucleares*, Tesis Doctoral, Ingeniera Industrial por la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Madrid, Universidad Politécnica De Madrid, 2001.

Angel, T. J., *Formation of martensite in austenitic stainless steels*, Journal of Iron and Steels Institute, V. 177, pp.165-174, 1954.

Anteri G., *Manual del curso de aceros*, Maestría del Instituto Sabato, 2006.

Bredda Eduardo Henrique, *Efeito da martensita induzida por deformação nas propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 304*, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, 2012.

Calliester W. D., *Introducción a la Ciencia de los materiales*, Editorial Reverte, pp. 524, 1995.

Callister, Jr. W. D., *Materials Science and Engineering*, An Introduction, John Wiley & Sons, Inc, 2007.

Campos M. A., *Metodos magneticos nao destrutivos para caracterizacao elasto-plastica em chapas de aços C*, Teses apresentada a Escola Politecnica da Universidade de Sao Paulo, para obtencao do titulo de Doctor em Engenharia, 2012.

Carbó H. M., *Boletín Técnico N°4*, ArcelorMittal Inox Brasil, octubre 2008.

Cardelli, F., *Materials Handbook*, 2nd Edition, Springer, London, pp. 1277, 2008.

Castro G., *Aceros*, Departamento de Ingenieria Mecanica FIUBA, 2009.

Cognoms Zapata Dederle A. C., *Mecanismos de deformación en aceros inoxidables austeníticos metaestables*, Memòria justificativa de recerca de les beques predoctorals per a la formació de personal investigador (FI), Agencia de Gestió d'Ajust Universitaris i de Recerca AGAUR, 2012.

Colombier R., Hochmann J., *Aceros inoxidables aceros refractarios*, Ediciones URMO, Bilbao, 1968.

Das A., Tarafder S., Chandra Chakraborti P., *Estimation of deformation induced martensite in austenitic stainless steels*, Materials Science and Engineering A, V. 529, pp. 9-20, 2011.

Internet, 2017, disponible:
[upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/3319/55868-4.pdf?](http://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/3319/55868-4.pdf?sequence=4)
acceso el 15 de abril 2017.

De Moraes V. L., *Estudo Comparativo da Deformação a Frio e da Resistência à Corrosão Nos Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI 201 e AISI 304*, Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia, São Paulo 2010.

El Quali, A., *Influencia del contenido de martensita en la vida a fatiga de aceros inoxidables austeníticos metaestables*, Escola Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona - Ingeniería de Materiales, pp. 98, 2013

Enríquez Berciano J. L., Tremps Guerra E., Elío de Bengy S., Fernández Segovia D., *Laminación*, pp. 1-107, Madrid, 2010.

Heidenreich A., Dalinger M., Nava S., *Medición de resistencias a cuatro puntas o método de Kelvin*, UNSAM, 2013.

Krauss G., *Martensite in steel: strength and structure*, V. 273–275, pp. 40–57, 1999.

Lebedev A. A., Kosrchuck V. V., *Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels*, International Journal of Plasticity, V. 16, pp 749-767, 2000.

Lichtenfeld, J. A., Mataya, M. C., Van Tyne, C.J., *Effect of strain on the stress-strain behavior of alloy 309 and 304L austenitic stainless steel*, Metallurgical and Materials Transactions A, V. 37, pp.147-161, 2006.

Mangonon P. L., Thomas G., *The martensite phases in 304 stainless steel*, Metallurgical Transactions, V. 1, pp.1578-1586, 1970.

Da Rocha Marcio Roberto, Estudo da conformabilidade dos aços inoxidáveis austeníticos 304N e 304H e suas correlações com as microestruturas obtidas, Tese para obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

Miranda Da Cunha G., *Modelagem da transformação martensítica induzida por laminação a frio em aços inoxidáveis austeníticos*, Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminense, 2016.

Monti A. M., *Manual del curso de defectos en cristales*, Maestría del Instituto Sabato, 1997.

Moya Riffo A., Wilberger D., Malamud F., Vicente Álvarez M. V., *Procedimiento para la medición de figuras de polos en el difractómetro Empréan usando, el Método de Shulz*, Gerencia de Área Energía Nuclear, Unidad De Actividad de Ingeniería Nuclear.

Padilha A. F. y Rios P. R., *Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels*, ISIJ International, V. 42, Nº 4, pp. 325–337, 2002.

Padilha, A. F.; Guedes, L. C., *Aços Inoxidáveis Austeníticos: microestruturas e Propriedades*, Ed. Hemus, São Paulo, pp. 170, 1996.

Padilla Angelo Fernando, *Materials de engenharia*, Brazil, 2010.

Seitovirta M., *The Atlas Steels Technical Handbook of Stainless Steels*, 2013.

Smith, W. F., *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*, 4ta Edición, Editorial Mexicana, México, 2004.

Solomon, N and Solomon I., *Deformation induced martensite in AISI 316 stainless steel*, Revista de Metalurgia, V. 46, pp. 121-128, 2010.

Spencer K., Embury J. D., Conlon K.T., Véron M., Bréchet Y., *Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steel*, Materials Science and Engineering, pp. 387-389, 873-881, 2004.

Spíndola Sales L., *Envelhecimento na martensita induzida por deformação em aços tipo AISI 304*, Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, 2006.

Talonen, J. Neononen P., Pape G., Hänninenet H., *Effect of strain rate on the strain-induced γ' - α martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steel*, Metallurgical and Materials Transactions A., V. 36, pp. 421-432, 2005.

Tourki Z., Barqui H., Sidhom H., *The kinetic of induced martensitic formation and its effect on forming limit curves in the AISI 304 stainless steels*, Journal of Materials Processing Technology, V. 166, pp. 330-336, 2005.

2. Magnetismo

Resumen: En este Capítulo se presenta una breve introducción al magnetismo y los principales temas relacionados con la dinámica de las paredes de los dominios. Como temas relevantes, se revisan los conceptos físicos del magnetismo, clasificación de los materiales magnéticos, formación de los dominios magnéticos, la interacción de las paredes de los dominios y los factores que afectan al proceso de magnetización.

2.1 Magnetismo

La palabra magnetismo tiene origen en la Grecia antigua, en una ciudad llamada Magnesia donde fue observado un mineral con propiedades de atraer objetos de Fe. A este material le fue dado el nombre de magnetita. La magnetita (Fe_3O_4) es un material sólido natural, no metálico, que puede atraer al Fe. Esta propiedad fue registrada por primera vez en la historia en escritos griegos conocidos alrededor del año 800 a. C. Su significado científico y tecnológico fue apreciado y usado tiempo después. La magnetita fue el primer material magnético usado tecnológicamente porque formó parte de la primera brújula, instrumento de navegación y orientación fundamental para el hombre.

El término magnetismo se usa para designar el conjunto de propiedades y efectos de los imanes, en virtud del nombre de la ciudad donde fueron descubiertos. El Fe, Ni, Co, y sus aleaciones son ejemplos de materiales que exhiben propiedades magnéticas.

En este Capítulo de la presente Tesis Doctoral se describirán los principales conceptos magnéticos aplicados.

a) Campo magnético

Un imán atraerá una pieza de Fe a pesar de que los dos no estén en contacto, y esta acción a distancia se dice que es causada por el campo magnético o campo de fuerza. Este campo puede ser visualizado mediante la dispersión de limaduras de Fe en un papel colocado sobre el imán. Las limaduras se ordenan en líneas que convergen en los polos. Estas líneas también indican la dirección de la aguja de una brújula colocada en cada punto.

La Figura 2.1 muestra que hay más limaduras concentradas en los extremos de cada barra de imán, y que existen unas cadenas de limaduras formando unas líneas que van de un polo a otro. A estas cadenas se les conoce por el nombre de líneas de fuerza del campo magnético. En general el magnetismo presenta una naturaleza dipolar; siempre hay dos polos magnéticos ó centros del campo magnético, separados por una distancia determinada [Bozorth R., 1951].

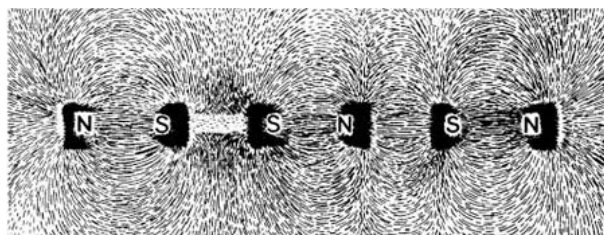


Figura 2.1. Líneas de fuerza magnéticas, visualizadas mediante limaduras de Fe colocadas sobre un papel [Bozorth R., 1951].

Los campos magnéticos también se producen por efecto de una corriente eléctrica que circula por un material conductor. La Figura 2.2 muestra la formación de un campo magnético alrededor de una bobina de alambre de Cu llamado un solenoide, cuya longitud es mayor que su radio. Para un solenoide de N vueltas y una longitud L , la intensidad del campo magnético (H) es:

$$H = \frac{Ni}{L} [A/m] \quad (2.1)$$

donde:

N : numero de vueltas.

I : corriente [A]

L : longitud del solenoide [m]

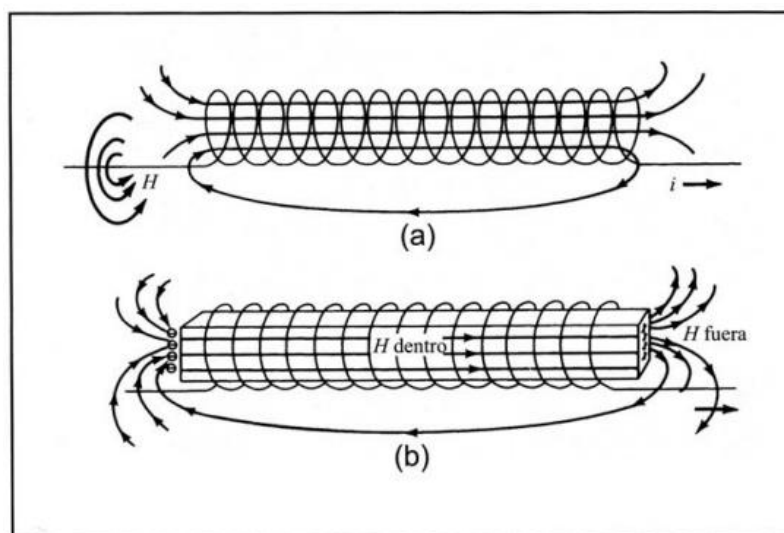


Figura 2.2. a) Campo magnético de un solenoide, debido al paso de una corriente eléctrica por el conductor; b) Campo magnético cuando se introduce una barra de Fe dentro del solenoide.

b) Inducción magnética

Si se coloca una barra de Fe desimantada, dentro del solenoide, se obtiene que el campo magnético producido por la corriente, es mayor que en el caso del solenoide vacío (ver Figura 2.2 b). El aumento del campo magnético fuera del solenoide se debe a la suma del campo generado por el solenoide y el campo magnético externo a la barra imantada. El nuevo campo magnético resultante se denomina inducción magnética ó densidad del flujo ó simplemente inducción y se denota como B .

La inducción B es la suma del campo aplicado H y el campo externo proveniente de la imanación de la barra dentro del solenoide. El momento magnético inducido, por unidad de volumen, debido a la barra se denomina intensidad de imanación o simplemente imanación y se indica como M . En el Sistema Métrico Legal Argentino (SIMELA):

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M = \mu_0 (H + M) \quad (2.2)$$

donde:

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ [Tm/A] es la permeabilidad en el espacio vacío.

En la Tabla 3.1 se muestran las unidades de cada magnitud y sus equivalencias.

Tabla 2.1. Magnitudes magnéticas y sus unidades

Magnitud	Unidades, SI	Unidades, cgs
B, inducción magnética	Weber/metro ² (Wb/m ²) o tesla (T)	Gauss (G)
H, campo aplicado	Amperio / metro (A/m)	Oersted (Oe)
M, magnetización	Amperio / metro (A/m)	
Factores de conversión: 1 Oe = 79.58 A / m 1 Wb / m ² = 1T= 10000 G Constante de permeabilidad: $\mu_0=4\pi \times 10^{-7}$ Tm/A		

c) Permeabilidad magnética

Cuando colocamos un material ferromagnético dentro de un campo magnético, aumenta la intensidad del campo. Este incremento en la imanación se mide mediante una cantidad llamada permeabilidad magnética (μ), definida como:

$$\mu = B/H \quad (2.3)$$

Si el campo magnético se aplica en el vacío:

$$\mu_0 = B/H \quad (2.4)$$

Algunas veces es conveniente describir el comportamiento magnético de un sólido en términos de su permeabilidad relativa μ_r , dada por:

$$\mu_r = \mu/\mu_0 \quad (2.5)$$

$$B = \mu_r \mu_0 H \quad (2.6)$$

Los materiales magnéticos que son fácilmente imantados tienen alta permeabilidad magnética.

d) Susceptibilidad Magnética

Dado que la imanación de un material magnético es proporcional al campo aplicado, el factor de proporcionalidad, llamado susceptibilidad magnética (X_m), se define como:

$$X_m = M / H \quad (2.7)$$

e) Efecto pelicular

El efecto pelicular o efecto “piel” es la tendencia de una corriente alterna a ser distribuida en el conductor de tal forma que su densidad es más mayor cerca de la superficie del conductor y disminuye al aumentar la profundidad. El efecto piel es debido a la oposición de las corrientes de Foucault inducidas por el cambio del campo magnético resultante de la corriente alterna. Considerando el caso más sencillo de una excitación senoidal, la permeabilidad es independiente del campo magnético y la profundidad de penetración del campo puede ser expresada por la ecuación:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{f \sigma \mu_0 \mu_r}} \quad (2.8)$$

donde μ_0 es la permeabilidad del vacío; f la frecuencia analizada en la bobina del sensor; μ_r la permeabilidad relativa del material; σ la conductividad. Para un material tal como el Fe, $\mu_r \approx 50-5000$ y $\sigma = (5-10) \times 10^5 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$. En la Tabla 2.2, se muestra la profundidad de penetración de una onda plana para diferentes frecuencias.

Tabla 2.2. Rango de valores de la profundidad de penetración en materiales a base de Fe, asumiendo la permeabilidad relativa de 50 a 5000 y conductividad de $5 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ hasta $10 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ [Jiles D. C, 2000].

Frecuencia de excitación (Hz)	Rango de los valores δ (mm)
10	0.71-10
50	0.301-4.5
100	0.22-3.2
500	0.10-1.4
1000	0.07-1.0
5000	0.03-0.45
10000	0.022-0.32
50000	0.010-0.14
100000	0.007-0.10
500000	0.003-0.045

e) Momentos magnéticos

Los momentos magnéticos son el origen de magnetismo en los materiales. Para la explicación del concepto, se adopta el modelo atómico simplificado en el que el átomo es simbolizado por un núcleo positivo, orbitado por electrones de carga negativa (Figura 2.3). El momento magnético atómico es la suma de las contribuciones de los dos momentos de los electrones: el momento magnético del orbital y el momento magnético del spin.

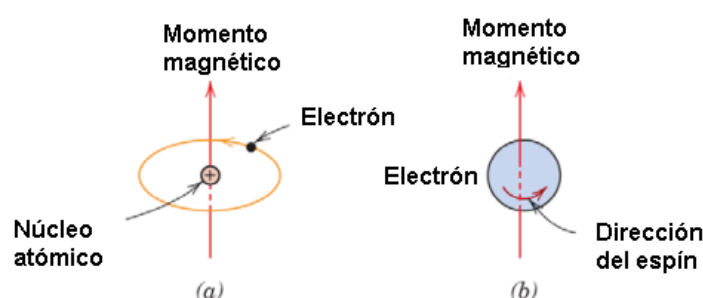


Figura 2.3. Momentos magnéticos del electrón: a) momentos de translación. b) momentos de rotación [Callister W. D., 2007].

Dado el carácter direccional del momento magnético, los momentos magnéticos del orbital y del spin se suman cuando están en el mismo sentido, pero se restan cuando están en sentido contrario. Finalmente, los tipos de respuesta magnética incluyen distintos comportamientos: diamagnetismo, paramagnetismo y ferromagnetismo. Adicionalmente, el antiferromagnetismo y el ferrimagnetismo son considerados subclases del ferromagnetismo. En general todos los materiales muestran alguna de las anteriores clases de magnetismo. El comportamiento depende de la respuesta del electrón y de los dipolos magnéticos formados a nivel atómico bajo la aplicación de un campo magnético externo.

2.2 Clasificación

Los materiales magnéticos se caracterizan por su permeabilidad μ , que es la relación entre el campo de inducción magnética y el campo magnético dentro del material:

$$B = \mu H, \quad \mu = \mu_r \mu_0 = \mu_0 (1 + \chi_m) \quad (2.9)$$

donde: μ_r es la permeabilidad relativa y χ_m la susceptibilidad magnética del material.

En la Figura 2.4 se muestra un esquema de la densidad de flujo en función del campo magnético aplicado, para un material paramagnético y uno diamagnético. A continuación se presentan con más detalle los distintos comportamientos magnéticos.

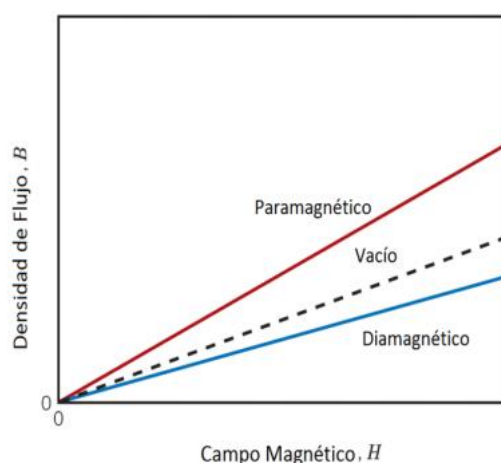


Figura 2.4. Esquema de la densidad de flujo en función del campo magnético aplicado para un paramagnético y un diamagnético [Callister W. D., 2007].

a) Materiales Diamagnéticos

En el caso del diamagnetismo atómico, se considera que los momentos magnéticos de espín se anulan entre sí, quedando solamente la contribución del momento magnético orbital. En presencia de un campo magnético, la contribución a la magnetización del momento magnético orbital es extremadamente pequeña y en dirección opuesta al campo (ver Figura 2.5). La permeabilidad relativa μ_r es menor que la unidad y la susceptibilidad magnética χ_m es negativa, es decir, la magnitud del campo magnético $\vec{H}$ dentro de un sólido diamagnético, es menor que en el vacío. El diamagnetismo produce una susceptibilidad magnética negativa muy débil, del orden de $\chi_m \approx 10^{-6}$.

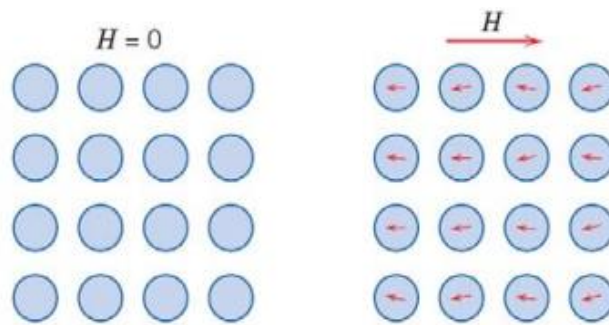


Figura 2.5. Esquema de los dipolos de un material diamagnético, con y sin campo aplicado [Callister W. D., 2007].

b) Materiales Paramagnéticos

Los materiales paramagnéticos se caracterizan por tener una distribución de momentos magnéticos atómicos nulos, la suma de todos los momentos magnéticos es cero, y tienden a alinearse paralelos al campo aplicado, es decir se magnetizan débilmente en el mismo sentido que el campo magnético aplicado (ver Figura 2.6). Los efectos son prácticamente imposibles de detectar, excepto a temperaturas extremadamente bajas o con campos aplicados muy intensos. Su susceptibilidad magnética (χ_m) es positiva y pequeña, lo que genera una permeabilidad ligeramente mayor que 1.

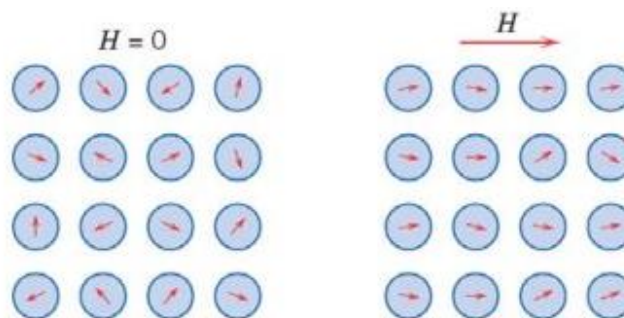


Figura 2.6. Esquema de los dipolos de un material paramagnético, con y sin campo aplicado [Callister W. D., 2007].

c) Materiales Ferromagnéticos

El término “materiales magnéticos” se aplica generalmente a las sustancias que presentan ferromagnetismo. Su fuerte magnetismo comparado con los materiales no magnéticos (diamagnéticos y paramagnéticos), es lo que los hace útiles en la tecnología y las aplicaciones magnéticas. Los materiales ferromagnéticos están formados por los elementos químicos Fe, Ni, Co, y sus aleaciones, ciertos compuestos de Mn, y ciertos elementos de tierras raras. Estos presentan una imanación tan grande, que a su vez producen grandes campos magnéticos internos y externos. Las razones son fundamentalmente debidas al campo molecular interno que actúa sobre los espines de los electrones individuales de las moléculas y los orienta paralelos entre sí, en pequeños volúmenes llamados dominios. Estos grupos se denominan dominios magnéticos, y actúan como un pequeño imán permanente en cuyo interior la imanación local está saturada. Los dominios tienen tamaños entre 10^{-12} m^3 y 10^{-8} m^3 y contienen entre 10^{21} átomos y 10^{27} átomos. Como resultado del fuerte campo molecular, hay una completa orientación de los espines dentro de cada

dominio. La orientación dentro del dominio es espontánea; es decir, no se necesita aplicar campos externos.

Cada dominio tiene una magnetización de saturación, M_s , que es función de la temperatura. La temperatura de Curie (T_C) está definida como la temperatura por encima de la cual las excitaciones térmicas son suficientes para eliminar la alineación magnética espontánea. Si no hay campo de magnetización residual o auxiliar, los dominios están orientados de tal manera que la suma de todos sus momentos magnéticos es cero (ver Figura 2.7). Entre los dominios opuestos existen regiones de transición llamadas PDs, donde los momentos varían entre las dos orientaciones de los dominios vecinos.

La susceptibilidad magnética (χ_m) es positiva y grande, y la permeabilidad relativa (μ_r) es entonces mucho mayor que 1.

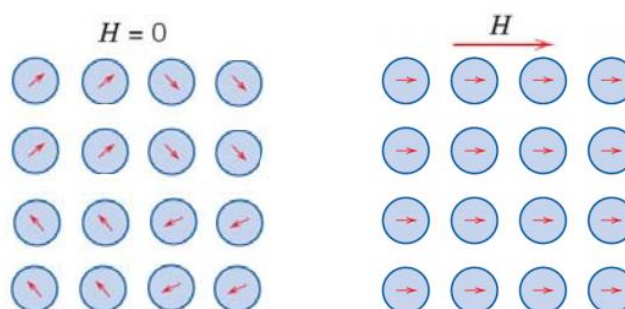


Figura 2.7. Esquema de los dipolos de un material ferromagnético con y sin campo aplicado [Callister W. D., 2007].

La forma clásica de representar las propiedades magnéticas macroscópicas de un material ferromagnético, es a través del gráfico de la inducción magnética B en función del campo aplicado H . En este caso la curva no es lineal como en el caso de los paramagnéticos y no es reversible; la falta de irreversibilidad es llamada histéresis magnética. En la Figura 2.8 se muestra el incremento de la magnetización hasta alcanzar un máximo y, al disminuir desde el punto de saturación el campo aplicado a cero, se puede ver la generación de una curva diferente que toma un valor de magnetización distinto de cero (punto R) cuando el campo H se anula. El valor de la magnetización en este punto se llama magnetización remanente B_R que incluso puede llegar a depender del procedimiento de preparación del material. Los materiales con una alta magnetización remanente son llamados ferromagnéticos fuertes. La magnetización del ferromagnético no vuelve a ser cero reduciendo el campo H hasta cero, sin embargo al aplicar un campo magnético suficientemente grande en dirección opuesta, el valor de la magnetización puede volver a ser cero. El campo magnético requerido para lograr lo anterior es llamado campo coercitivo y se denomina H_c (punto C), el cual no constituye una propiedad intrínseca del material ya que tiene una dependencia con la velocidad de cambio del campo magnético aplicado [Callister W. D., 2002]. El área interior de la curva de histéresis está relacionada con la energía, de modo tal que un material magnéticamente duro necesita mayor energía para magnetizarse comparado con uno magnéticamente blando, como se muestra en la Figura 2.9.

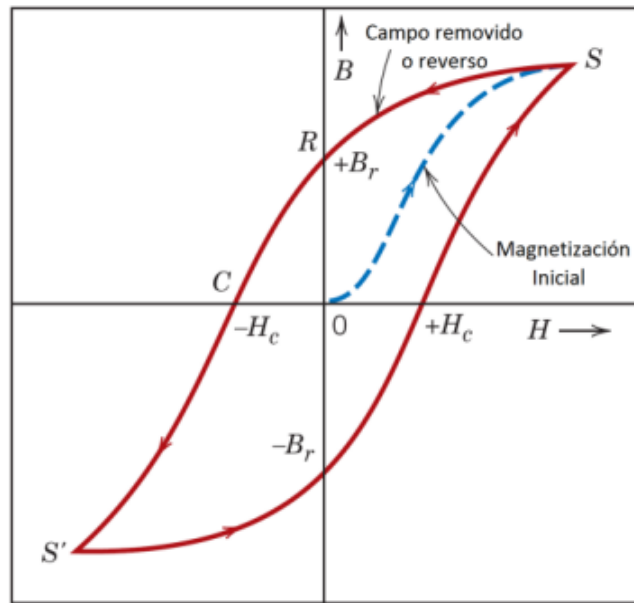


Figura 2.8. La inducción magnética B vs. H , el campo aplicado para un material ferromagnético para la saturación en ambas direcciones (S , S') [Callister W. D., 2007].

Un material magnéticamente blando tiene una alta permeabilidad y una baja coercitividad. Un material que posee estas propiedades puede alcanzar la saturación con un campo aplicado relativamente pequeño (fácilmente magnetizable y desmagnetizable), teniendo pérdidas de energías pequeñas.

Un material magnéticamente duro tiene remanencia, coercitividad y densidad de flujo de saturación alta, así como también una permeabilidad inicial baja y altas pérdidas de energías de histéresis.

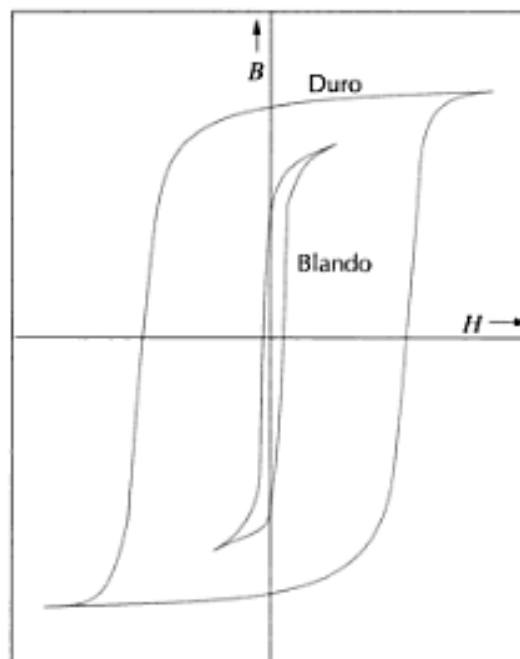


Figura 2.9. Curvas esquemáticas de magnetización para materiales magnéticamente blandos y duros [Callister W. D., 2007].

d) Materiales antiferromagnéticos

El fenómeno de acoplamiento entre momentos magnéticos adyacentes ocurre en materiales que son ferromagnéticos. En ocasiones este acoplamiento resulta en un alineamiento antiparalelo, es decir, el alineamiento de los momentos de espín de los átomos vecinos se encuentra en dirección opuesta, este fenómeno se denomina antiferromagnetismo. Un ejemplo de este comportamiento es el óxido de manganeso (MnO). En la Figura 2.10, se muestra la estructura de organización del MnO , donde los momentos de los iones adyacentes están organizados de forma antiparalela y se cancelan, en consecuencia el sólido no posee momento magnético neto [Callister W. D., 2007].

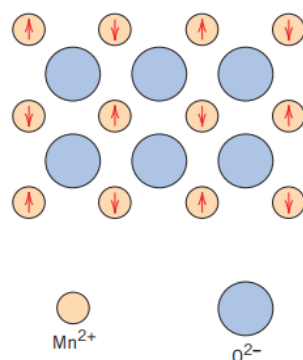


Figura 2.10. Representación esquemática del alineamiento antiparalelo de los momentos de espín para el MnO , antiferromagnético [Callister W. D., 2007].

a) Materiales ferrimagnéticos

Algunos cerámicos exhiben una magnetización permanente denominada ferrimagnetismo. Las características magnéticas macroscópicas para los materiales ferromagnéticos y ferrimagnéticos son similares, la distinción radica en la fuente del momento magnético total. Un ejemplo de ferrimagnetismo es el mostrado por las ferritas cúbicas, en donde todos los momentos magnéticos de los iones Fe^{3+} en posición octaédrica, se cancelan con los momentos magnéticos de los iones Fe^{3+} en posición tetraédrica, el resultado neto es una cancelación del momento magnético en virtud del acople antiparalelo, como se muestra en la Figura 2.11 y el momento magnético neto es atribuido a los iones Fe^{2+} que están alineados en la misma dirección.

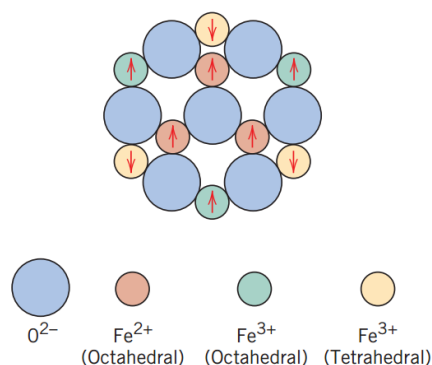


Figura 2.11. Esquema mostrando la configuración de momentos magnéticos para los iones Fe^{2+} y Fe^{3+} en el Fe_3O_4 [Callister W. D., 2007].

2.3 Formación de dominios en materiales magnéticos

Según Landau y Lifschitz, la existencia de dominios es una derivación de la minimización energética. La formación de dominios es consecuencia de un balance energético de minimización de la energía total (E), en la cual interviene las siguientes contribuciones [Stefanita C. G., 2008]:

$$E = E_{\text{intercambio}} + E_{\text{magnetostática}} + E_{\text{magnetocristalina}} + E_{\text{magnetoelástica}} + E_{\text{pared}} \quad (2.10)$$

donde:

- a) $E_{\text{intercambio}}$ es la energía de intercambio que se minimiza cuando todos los momentos magnéticos son paralelos.
- b) $E_{\text{magnetostática}}$ es la energía magnetoestática, está relacionada con el campo externo producido por el material magnético. Es mínima cuando la magnetización de un dominio magnético es paralelo al campo magnético externo.
- c) $E_{\text{magnetocristalina}}$ es la energía magnetocristalina o energía anisotrópica magnetocristalina. Para un cristal ferromagnético es mínima, cuando la imanación es a lo largo de ciertas direcciones preferenciales del cristal, llamadas ejes de “fácil” imanación.
- d) $E_{\text{magnetoelástica}}$ es la energía magnetoelástica. Esta energía es mínima, cuando el material esta orientado de manera que los cambios en sus dimensiones sean a lo largo del eje de fácil imanación.
- e) E_{pared} esta relacionada con el hecho de las PDs tienen cierta energía por unidad de superficie y unidad de espesor de la pared porque los momentos atomicos no son paralelos unos a otros o al eje de fácil magnetización.

Considerando el principio de que todo sistema tiende hacia su estado de mínima energía, se puede demostrar que la formación de los dominios magnéticos es consecuencia de una competencia de minimización de energías entre estas cinco contribuciones, como se detalla a continuación.

a) Energía de intercambio

Weiss extendió una teoría existente para los materiales paramagnéticos, para describir el alineamiento de los momentos magnéticos atómicos dentro de los dominios. En la teoría original de Weiss el “campo medio” H_e , es proporcional a la magnetización macroscópica M :

$$H_e = \alpha M \quad (2.11)$$

donde M es la magnetización, y α es la constante de campo medio. La aproximación del campo medio requiere que todos los momentos magnéticos actúen igualmente con todos los otros. Evidentemente ésta es una simplificación de la situación real, sin embargo es un concepto útil para considerar los átomos dentro de un dominio, que usualmente se extienden sobre 10^{12} átomos a 10^{18} átomos. El origen de la interacción fue posteriormente identificado por Heisenberg en 1928 en la mecánica cuántica, explicando que el efecto de intercambio es debido a las funciones de onda superpuestas para los átomos vecinos. Si sólo se consideran los vecinos más cercanos, la energía de intercambio E_{ex} por unidad volumen asociado con esta interacción es:

$$E_{ex} = -2\beta \sum_i \sum_j m_i \cdot m_j \quad (2.12)$$

donde β es un coeficiente de interacción de vecinos cercanos y es la suma de todos los pares vecinos más cercanos i y j por unidad de volumen. En materiales ferromagnéticos, β es positivo y negativo si es antiferromagnético. Si consideramos un solo dominio, y todos los momentos magnéticos están paralelos y alineados entre sí por ser un ferromagnético, el estado se denomina de saturación, y podemos observar que para los materiales ferromagnéticos donde $\beta > 0$, E_{ex} para esta condición es mínima.

b) Energía magnetostática.

Un cuerpo de magnetización M en un campo magnético H tiene una energía de magnetoestática $E_{magnetostática}$ que surge de la interacción de M con H :

$$E_{magnetostática} = -\mu_0 \int H \cdot dM \quad (2.13)$$

donde μ_0 es la permeabilidad del espacio vacío. En cualquier superficie externa o interna de un cuerpo uniformemente magnetizado, hay un cambio discontinuo en la componente M normal a la superficie, el cual puede ser considerado como una fuente de "polos libres". Estos son polos magnéticos (norte o sur) que no son compensados por polos del tipo opuesto en la vecindad inmediata. Ellos producen un campo de desmagnetización, lo que favorece un cambio en la disposición de los momentos magnéticos tales que los polos desaparecen. Un cuerpo finito tiene polos libres en sus superficies externas, resultando en un campo de desmagnetización H_d antiparalelo a la magnetización M ; esto tiende a girar a M de modo que apunte paralelo a las superficies. Este campo está dado por:

$$H_d = N_d M \quad (2.14)$$

donde N_d es el factor de desmagnetización, que depende sólo de la geometría de la muestra. Para una muestra con magnetización M , pero sin campo aplicado, la energía magnetostática depende sólo de M y N_d , y puede ser obtenida sustituyendo la ecuación 2.14 en la ecuación 2.13 para obtener la energía de desmagnetización E_d :

$$E_d = \frac{\mu_0}{2} N_d M^2 \quad (2.15)$$

En ausencia de un campo aplicado, la energía magnetostática es por lo tanto un mínimo cuando la magnetización es cero, y la subdivisión en dominios es favorecida [Jiles D., 1991; Yadley V. A., 2003]. En la Figura 2.12 se muestran diferentes configuraciones de dominios y su energía magnetostática asociada.

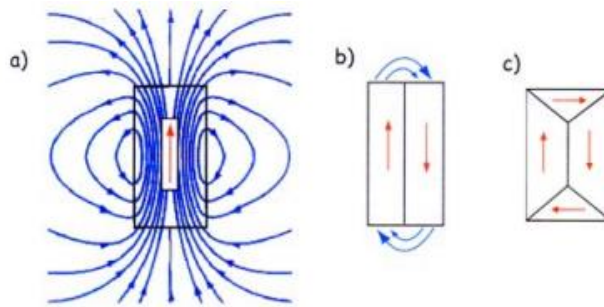


Figura 2.12. Ilustración del campo magnético y la minimización a través de la formación de dominios. (a) un único dominio, (b) dos dominios opuestos, y (c) cuatro dominios.

En a) se observa la existencia de un único dominio que implica la aparición de polos magnéticos sobre la superficie del cristal, dando lugar a un valor elevado de la energía magnética almacenada en el campo exterior de la muestra. En b) con esta configuración, la energía de intercambio ha aumentado ligeramente al aparecer dos dominios con los espines antiparalelos, pero la energía magnetostática ha disminuido al reducirse el número de líneas de campo en el exterior. En c) la energía magnética es igual a 0, debido a la aparición de los dominios de cierre con paredes de ángulos a 45°. No hay campo magnético externo asociado a la magnetización.

c) Energía magnetocristalina

La anisotropía magnetocristalina es la alineación preferencial de los momentos magnéticos atómicos a lo largo de ciertas direcciones "fáciles" del cristal, y otras "difíciles" que son particularmente desfavorables. Los espines de un material ferromagnético prefieren alinearse paralelamente a una arista del cubo del cristal. En una dirección difícil se necesita considerablemente mayor energía para magnetizar un cristal hasta la saturación. El exceso de energía requerida en la dirección difícil, comparada con la fácil, es la energía de anisotropía. La energía de anisotropía tiende a hacer disminuir las PDs.

En general, el término de la energía de anisotropía tiene la misma simetría que estructura cristalina del material. Para un material desordenado o amorfo, la energía de anisotropía tiene simetría triclinica y la expresión general para la densidad de energía de anisotropía e_k es:

$$e_k = k_0 + \sum_{i \neq j} k_{ij} \alpha_i \alpha_j + \sum_{i \neq j, k, l} k_{ijkl} \alpha_i \alpha_j \alpha_k \alpha_l \quad (2.16)$$

donde los tensores k describen las propiedades de cada material y los vectores α la dirección de la magnetización.

Para las redes cúbicas, los tensores k se transforman en los escalares K debido a la simetría de la red.

$$E_{\text{magnetocristalina}} = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots \quad (2.17)$$

donde K_0 , K_1 y K_2 son constantes para un determinado material a una determinada temperatura. En general no son necesarias potencias mayores y algunas veces K_2 es tan pequeño que el término que lo involucra puede ser despreciado. El primer término K_0 , es independiente del ángulo y usualmente se lo ignora porque en general interesa el cambio en la energía, cuando la magnetización de saturación de cada dominio rota de una dirección a otra. En el caso de las redes cúbicas, α_1 , α_2 , α_3 son los cosenos directores de la magnetización de saturación de cada dominio con relación a los ejes del cubo.

Los valores de los coeficientes K_1 y K_2 , a temperatura ambiente, para el Fe están presentados en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3. Coeficientes de anisotropía K_1 y K_2 para el Fe [Gonzales Chávez D. E].

Coeficiente	$K_1 [\text{J/m}^3]$	$K_2 [\text{J/m}^3]$
Fe (BCC)	$4,8 \times 10^4$	$-1,0 \times 10^4$

El Fe con estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), presenta tres ejes de magnetización. La Figura 2.13, muestra un cristal cúbico de Fe con las direcciones de magnetización “fácil”, “media” y “difícil”. El eje de fácil magnetización es la dirección <100> que corresponde a la arista del cubo. 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 intermedio [Cullity B. D., 1972].

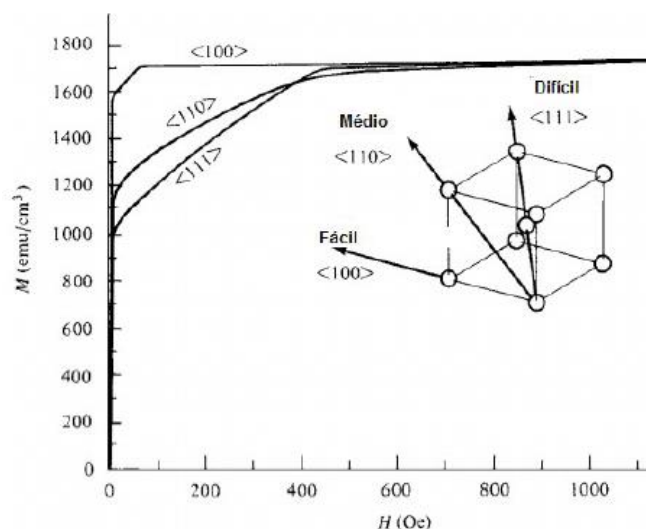


Figura 2.13. Direcciones de magnetización para un cristal cúbico de Fe: fácil, media y difícil [Cullity, 2009].

d) 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 de la red 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. La magnitud de la energía magnetoelástica, $E_{\text{magnetoelástica}}$, para un cristal cúbico bajo una tensión uniforme (σ) se puede expresar como:

$$E_{\text{magnetoelástica}} = \frac{3}{2} \lambda_{100} \sigma (\alpha_1^2 \gamma_1^2 + \alpha_2^2 \gamma_2^2 + \alpha_3^2 \gamma_3^2) + 3 \lambda_{111} \sigma (\alpha_1 \alpha_2 \gamma_3 \gamma_3 + \alpha_2 \alpha_3 \gamma_2 \gamma_3 + \alpha_3 \alpha_1 \gamma_3 \gamma_1) \quad (2.18)$$

donde λ_{100} y λ_{111} son las constantes de magnetostricción con tensiones medidas bajo el campo magnético a lo largo de las direcciones <100> y <111> respectivamente. γ_1 , γ_2 y γ_3 son los cosenos de los ángulos entre la dirección de las componentes de tensión y los ejes de cristal [Becker R., 1939]. Los valores de las constantes de magnetostricción están presentados en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4. Constantes de magnetostricción para el Fe [Gonzales Chávez D. E.]

Constante	λ_{100}	λ_{111}
Fe (BCC)	$20,7 \times 10^{-6}$	$-21,2 \times 10^{-6}$

e) Energía de las paredes de dominios

Los dominios magnéticos (DM) vecinos, que tienen momentos magnéticos en diferentes direcciones, presentan una zona de frontera características donde los vectores de magnetización perteneciente a un dominio, pasan de una posición a la otra, de tal manera que el último de la zona, tenga la dirección del dominio vecino, a esta zona de transición se le denomina Pared de Dominio (PD). Ésta es la zona de transición entre dominios contiguos.

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 a las paredes más anchas, porque la energía de intercambio es menor en materiales ferromagnéticos con momentos alineados entre sí (teoría de Weiss), y la segunda, es la energía de anisotropía que tiende a hacer a las PDs lo más delgadas posible, porque la energía de anisotropía es menor cuando los momentos están alineados en las direcciones de los ejes cristalográficos de fácil magnetización.

2.4 Dominios magnéticos e histéresis

Los conceptos introducidos en las secciones precedentes, pueden usarse ahora para explicar las características de la curva de histéresis, en función del movimiento de las paredes y de la rotación de los dominios. Cuando se aplica un campo magnético a una muestra que contiene dominios, el balance que hacen las cinco energías fundamentales se modifica, debido a que el vector de magnetización de muchos dominios no es paralelo inicialmente al campo aplicado, la energía magnetostática de muchos dominios se eleva. Para disminuir la energía total, los vectores de magnetización tienden a alinearse con el campo aplicado. Esto a su vez eleva la energía magnetostática externa, disminuye la energía intercambio, etc. Evidentemente, en la magnetización de la muestra ferromagnética debido al campo externo, todas las energías se reajustan para minimizar la energía total. En la Figura 2.14 se muestra cómo los dominios se van alineando y al final se obtiene un gran dominio con una única magnetización [Lopera Ronda J. M., 1993].

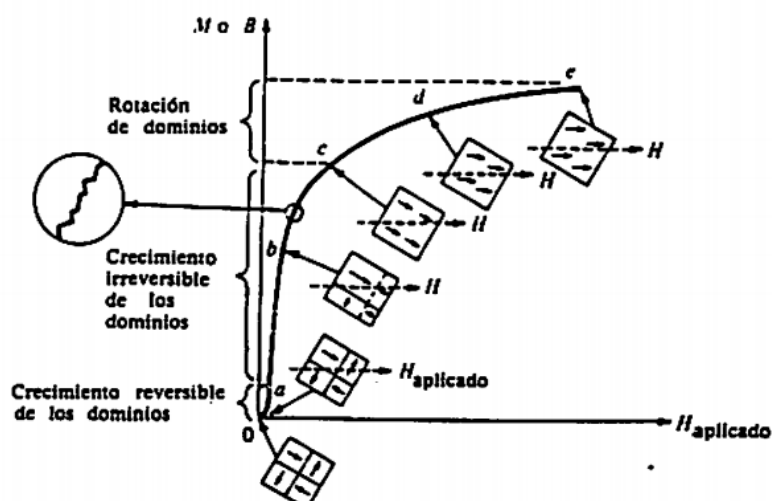


Figura 2.14. Comportamiento de B en función de H para un material ferromagnético. La configuración de los dominios en las diferentes etapas es presentada [Lopera Ronda J. M., 1993].

2.5 Paredes de los dominios magnéticos

Como ya se estableció, el término PD denota la zona de transición, que separa los DM adyacentes magnetizados en direcciones diferentes.

En los materiales ferromagnéticos cristalinos, los DM no están orientados al azar, sino que tienen la alineación preferencial a lo largo de los ejes cristalográficos específicos. Las PDs se clasifican de acuerdo con la orientación relativa de la magnetización en los dominios vecinos. En el caso Fe, cúbico centrado en el cuerpo (BCC), los dominios están orientados principalmente a lo largo de la dirección $\langle 100 \rangle$, por lo tanto las PDs son por lo general de 90° ó 180° .

Además de ser clasificadas por el ángulo entre los vectores de magnetización de los dominios vecinos, las paredes pueden ser clasificadas en cuanto a la dirección de rotación de los espines dentro de las paredes, llamándose paredes Néel o paredes de Bloch.

Las paredes de Néel son aquellas en las que la rotación de los momentos magnéticos ocurre en el mismo plano de los dominios. Estas paredes se producen principalmente cuando las muestras son películas delgadas.

La pared de Bloch, llamada así porque F. Bloch en 1932, fue el primero quien estudió la naturaleza de las zonas de transición, corresponde a la pared en que la rotación de los momentos magnéticos ocurre fuera del plano de los dominios adyacentes [Bohn F., 2005].

Como en esta Tesis, no se trabaja con películas delgadas, se dará énfasis al estudio de las paredes de Bloch. La idea esencial de la pared de Bloch es que cualquier cambio en la dirección de los momentos magnéticos entre los dominios magnetizados en direcciones diferentes, no ocurre en un solo paso sobre un simple plano atómico, por el contrario, el cambio en la dirección se da de modo gradual sobre muchos planos atómicos, como se muestra en la Figura 2.15.

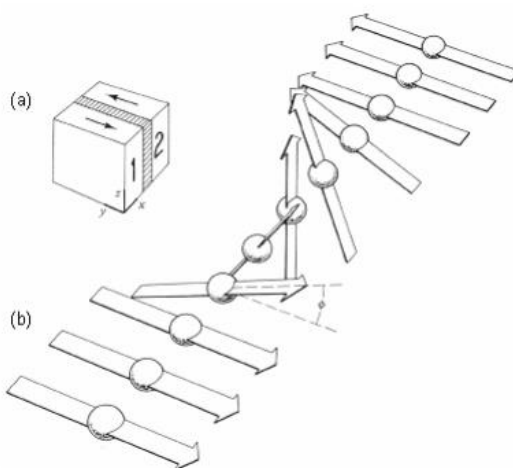


Figura 2.15. Estructura de la pared de dominio de 180° [Cullity, 2009].

2.6 Interacción de paredes de dominios

Las PDs interactúan con los obstáculos que se oponen a su movimiento, por ejemplo las inclusiones, las tensiones inhomogéneas y los bordes de grano. A continuación se detallan brevemente algunas teorías del comportamiento de las paredes en cada caso.

a) Teoría de inclusiones de Kersten

Se conoce como inclusión a una región aislada de un material de segunda fase, con propiedades diferentes a las de la matriz. Las inclusiones reducen la energía de las PDs cuando las mismas interceptan a las inclusiones, entonces las PDs son atraídas por las inclusiones, las cuales ciertamente le impiden su movimiento.

La primera teoría sobre este proceso fue realizada por Kersten, suponiendo que las PDs se mueven en forma plana, de tal manera que al interceptar una inclusión esférica (ver Figura 2.16), la reducción de energía por unidad de área de la PD es:

$$E_{area} = \pi r^2 \gamma \quad (2.19)$$

donde:

r = radio de la inclusión.

γ = energía por unidad de área de la pared.

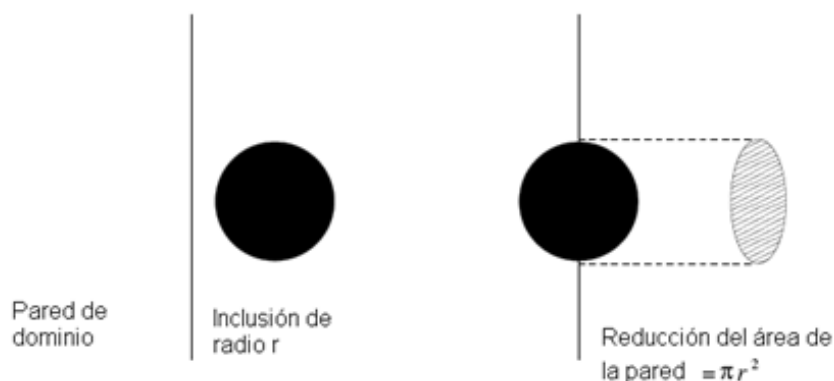


Figura 2.16. Reducción de la energía de la pared de dominio por la intersección de con una inclusión [Yardley V. A., 2003].

b) Teoría de inclusiones de Néel

Néel demostró que la energía de interacción entre las PDs y las inclusiones, se ve afectada por los polos libres producidos debido a la presencia de segundas fases (campo de desmagnetización propio). En general las inclusiones tienen propiedades magnéticas diferentes a la de la matriz. Si la componente de magnetización es discontinua a través de la interface matriz-inclusión, se produce una distribución de polos libres provocando un campo de desmagnetización (ver Figura 2.17). Cuando la PD intercepta la inclusión, los polos libres de la matriz se redistribuyen y la energía de magnetización se divide. Esto produce una disminución de la energía magnetoestática.

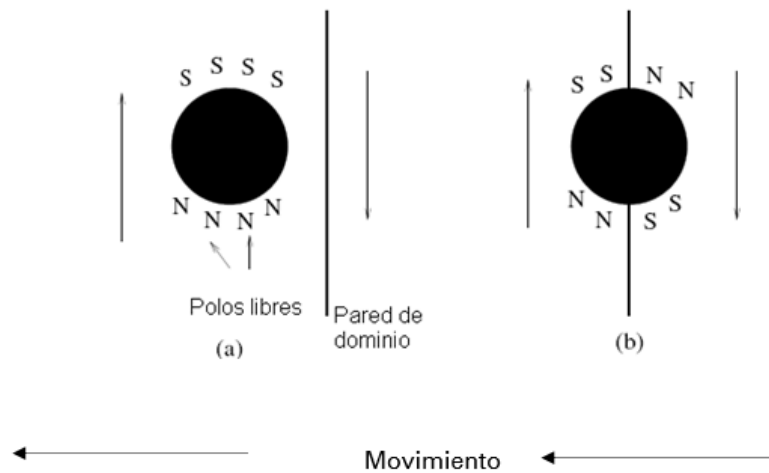


Figura 2.17. Distribución de los polos magnéticos libres alrededor de una inclusión (a) dentro de un dominio y (b) en la intersección con la pared [Yardley V. A., 2003].

Otra forma de comportamiento de las PDs es la aparición de los dominios de cierre en los alrededores de la inclusión, esto fue predicho por Néel y observado por Williams en 1947.

Si una inclusión es bisectada por una PD, se pueden formar dominios de cierre, reduciendo la energía magnetostática a cero (ver Figura 2.18 a). Cuando la PD principal se aleja de la inclusión bajo la acción de un campo aplicado, la estructura del dominio subsidiario es arrastrada (ver Figura 2.18 (b)), antes de despegarse irreversiblemente y formar los dominios triangulares, ver Figura 2.18 (c) [Yardley V. A., 2003].

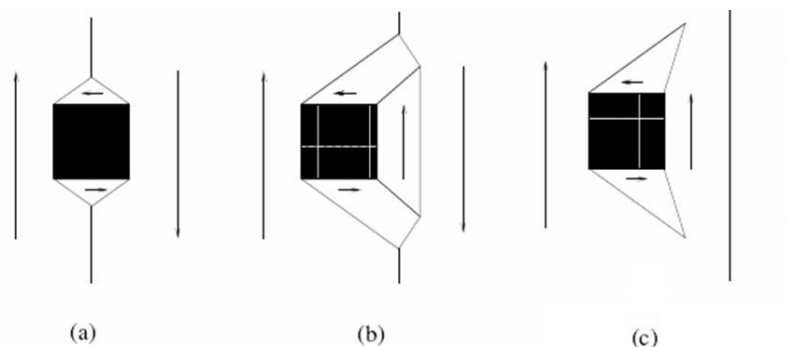


Figura 2.18. Interacciones entre la pared de dominios e inclusiones cúbicas, con puntas (a) pared de dominio en un mínimo local, (b) movimiento de la PD principal y (c) separación de la pared de la inclusión [Yardley V. A., 2003].

c) Zonas de tensiones inhomogéneas

Las tensiones afectan las propiedades magnéticas mediante la variación de la energía magnetoelástica. Los campos de tensiones asociados con vacancias, solutos y dislocaciones se extienden sobre unos pocos planos atómicos, sin embargo si las dislocaciones son suficientemente numerosas, interactúan unas con otras formando redes y entrecruzamientos, creando así una compleja distribución de microtensiones. La interacción entre las PDs y el campo de tensiones depende del tipo de pared. Como ya se mencionó, las paredes del tipo 180° separan los dominios cuyas

direcciones de magnetización son antiparalelas entre sí. En este caso la tensión magnetostrictiva es independiente del sentido de la magnetización, no existe una tensión entre los dominios. Para otros ángulos, el movimiento de las PDs modificara la energía local de tensión. Las PDs de este último tipo se conocen como paredes de no 180°, llamadas de aquí en adelante: PDs de 90°.

Por lo tanto, es probable que las paredes de 90° interactúen más fuertemente con los campos de tensiones que las paredes de 180°. El estado de tensiones locales determinaría la posición y la energía de las paredes de 90°, pero la posición de las de 180°, permanece inalterada. Una interacción de largo alcance entre las paredes de 90° con los campos de tensiones las haría menos móviles, requiriéndose aplicar grandes valores de campos antes que éstas se movieran. Por ello para bajos campos aplicados es esperable que ocurra predominante el movimiento de paredes de 180° [Yardley V. A., 2003].

Con respecto a las tensiones aplicadas en un material ferromagnético, consideremos una muestra de Fe libre de tensiones, donde los momentos magnéticos están orientados a lo largo de las direcciones [100] (ejes de fácil magnetización), formando globalmente las disposiciones de los dominios como se muestra en la Figura. 2.19(a). Cuando una muestra policristalina se somete a una tensión de tracción, debido al valor positivo de la magnetostricción unida a estos dominios [100], los dominios magnéticos que tienen sus momentos paralelos al eje de la tensión aplicada se vuelven energéticamente favorables. Por lo tanto, crecen a expensas de los otros para alcanzar la configuración límite mostrada en la Figura 2.19 (b). En contraste, bajo una tensión de compresión, los dominios que tienen sus momentos perpendiculares al eje de la tensión aplicada se vuelven energéticamente favorables (ver Figura 2.19 (c)) [Kleber X., Vincent A., 2004].

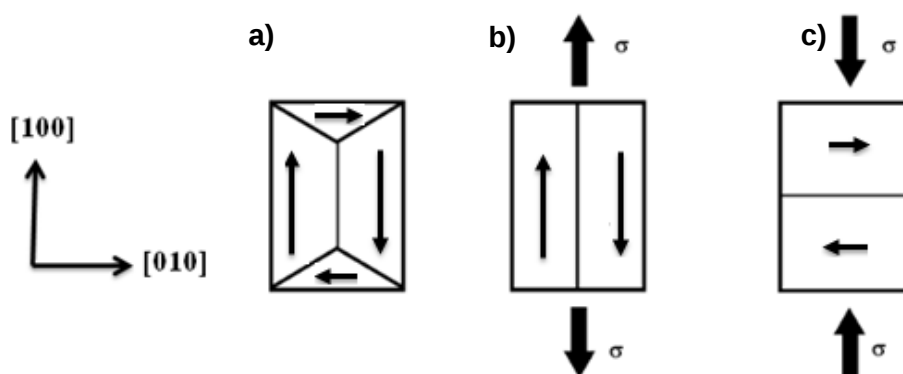


Figura 2.19. Esquema de la microestructura de dominios magnéticos y el movimiento de PD, según sea la tensión aplicada de tracción o compresión [Kleber X., Vincent A., 2004].

d) Bordes de grano

En general dos granos adyacentes a un borde de grano, están orientados arbitrariamente el uno respecto del otro, y sus direcciones de fácil magnetización no son paralelas. Si el campo aplicado no es suficiente como para hacer rotar el vector de magnetización del grano fuera de su dirección fácil, hay una discontinuidad en la componente de magnetización normal al borde de grano, y aparecen polos libres. Si los ángulos formados por la magnetización M_s de los dos granos con el estándar para el límite de grano son θ_1 y θ_2 , la densidad superficial polo en el límite de grano es:

$$\omega^* = \mu_0 M_s (\cos \theta_1 - \cos \theta_2) \quad (2.20)$$

Se puede llegar a formar dominios subsidiarios en el borde si la reducción de energía magneto estática alcanzada por este es mayor que la energía requerida para el movimiento de la PD.

Todo esto produce con la deformación local en el borde de grano, impedimentos para el movimiento de las PDs.

2.7 Factores que influyen en la magnetización

Las propiedades de los materiales magnéticos dependen de la composición química, el proceso de fabricación y el tratamiento térmico. Algunas propiedades, tales como la magnetización de saturación, cambian sólo lentamente con la composición química, generalmente no es afectada por el proceso de fabricación o el tratamiento térmico. Por el contrario, la permeabilidad, la fuerza coercitiva y la pérdida de histéresis son altamente sensibles y muestran cambios que son extremos entre todas las propiedades físicas. De esta manera, se clasifica las propiedades en estructuralmente sensibles y estructuralmente insensibles. En la Tabla 2.5 se presentan algunas de estas propiedades y los factores que las afectan [Bozorth, 1959].

Tabla 2.5. Propiedades magnéticas estructuralmente sensibles e insensibles y algunos factores que las alteran [Bozorth, 1959].

Estructuralmente insensibles	Estructuralmente Sensibles	Factores que las afectan
Magnetización de saturación. Temperatura de Curie. Magnetostricción en saturación. Constante de anisotropía cristalina.	Permeabilidad. Fuerza coercitiva. Pérdida de histéresis.	Composición química. Impurezas. Deformaciones. Temperatura. Estructura cristalina. Orientación cristalográfica.

Por ejemplo para una aleación de 70 Permaloy (70 % Ni, 30 % Fe) sometida a diferentes tratamientos térmicos, la máxima permeabilidad magnética varía con el tratamiento térmico en un rango de hasta veinte veces, mientras que la inducción de saturación es la misma dentro de un pequeño porcentaje.

Algunos de los cambios más drásticos en las propiedades de los materiales se producen en el proceso de fabricación o durante los tratamientos térmicos, provocando un cambio en la estructura del material. Por esta razón el Diagrama de Fases es de suma importancia en relación con la preparación y propiedades de los materiales magnéticos.

Además de los cambios estructurales, los factores físicos tienen notable influencia en las propiedades magnéticas. Entre ellos podemos mencionar: el efecto de la deformación homogénea, las tensiones internas resultantes de la deformación plástica del material, la temperatura, la presencia de impurezas y la variación en la dirección de la medición magnética.

El efecto de la tensión en algunos materiales aumenta la permeabilidad y en otros materiales la disminuye. Por lo general, la compresión provoca un cambio en el sentido opuesto al de una tensión.

Las tensiones internas resultantes de la deformación plástica del material, provocados por el laminado más allá del límite elástico, casi siempre reducen la permeabilidad. En general las tensiones de este tipo se pueden aliviar mediante recocido. Así el metal que ha sido fabricado por deformación plástica es luego recocido para aumentar su permeabilidad. En la Figura 2.20 a) se muestra el efecto de recocido de una cinta de 70 Permalloy que ha sido laminada en frío al 15% de su espesor original.

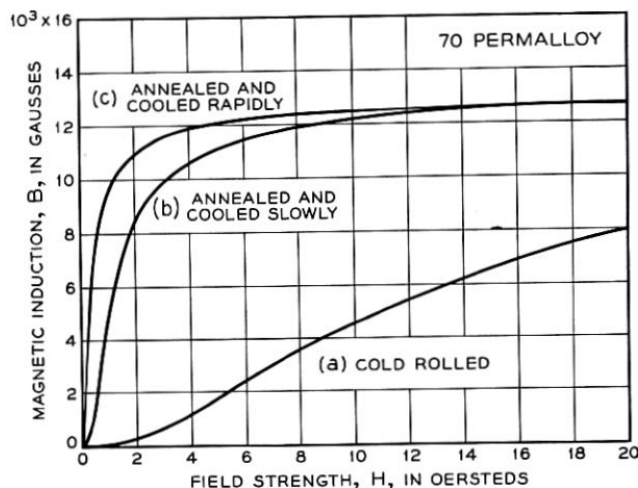


Figura 2.20. Efecto del tratamiento mecánico y térmico del 70 Permalloy (70 %, 30 % Fe) en la curva de magnetización [Bozorth, 1959].

La temperatura también produce un cambio en la permeabilidad y en otras propiedades, incluso cuando no hay cambio en la fase.

Por otro lado, la presencia de impurezas en los materiales ferromagnéticos tiene una notable influencia en sus propiedades magnéticas. En la Figura 2.21 se muestran las curvas de inducción magnética para las diferentes cantidades de C. La curva (a) es un Fe blando con 0,2 % de C; (b) para Fe comúnmente usado en equipos electromagnéticos, conteniendo aproximadamente 0,02 % de C y recocido a 900 °C. Cuando el mismo Fe se somete a calentamiento a 1400 °C bajo atmósfera de H, el contenido de C se reduce por debajo de 0,001%, se remueven otras impurezas y se obtiene la curva (c).

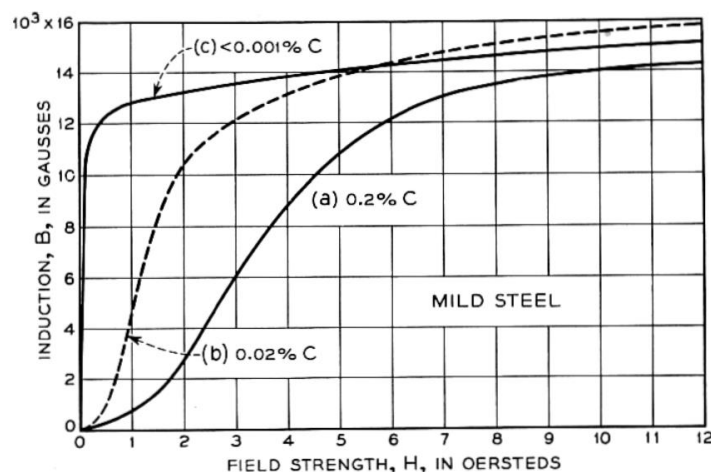


Figura 2.21. Efecto de las impurezas sobre las propiedades magnéticas de Fe [Bozorth, 1959].

También la dirección de la medición magnética es otro parámetro muy importante que se debe tener en cuenta. En la Figura 2.22 se muestran que se obtienen grandes diferencias en la permeabilidad simplemente variando la dirección cristalográfica, en un monocristal de Fe que contiene aproximadamente 4% de Si.

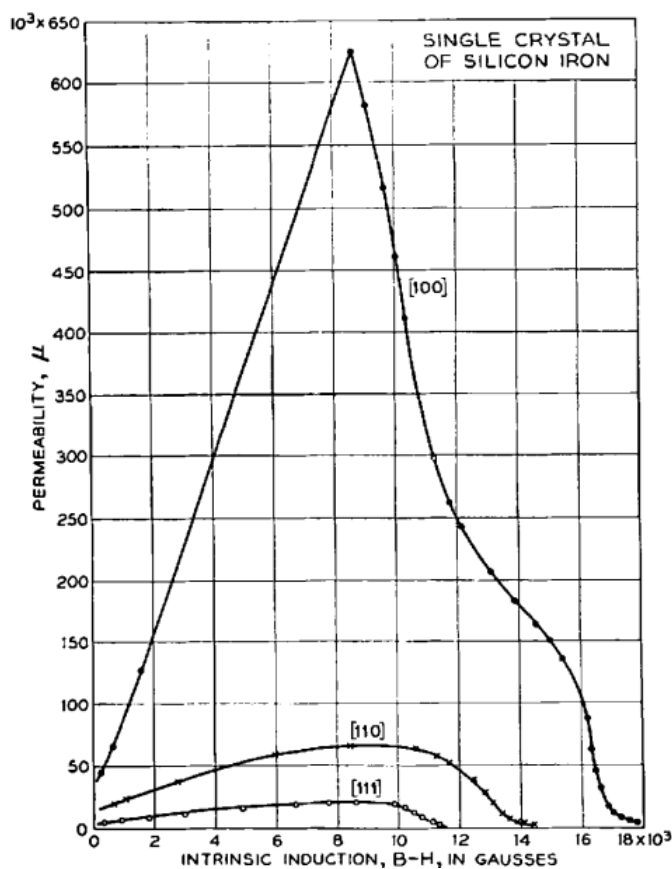


Figura 2.22. Dependencia de la permeabilidad con las direcciones cristalográficas en Fe conteniendo 3,8 % de Si [Bozorth, 1959].

Además de la magnetización, al aplicar directamente un campo magnético se pueden variar otras propiedades. Seguidamente se indican algunas de ellas y los rangos de variación que pueden ser obtenidos:

Longitud y volumen: magnetostricción, 0,01 %.

Resistividad eléctrica: 5 %.

Temperatura (efecto magnetocalórico, calor de histéresis): 1°C

Constantes eléctricas: 20 %.

Rotación del plano de polarización de la luz (efectos Kerr y Faraday): 1°

2.8 Referencias

- Becker R., Doring W., *Ferromagnetismus*, Springer, 1939.
- Bohn F., *Magnetostrição e ruído Barkhausen em aços eléctricos de grau não-orientado*, Disertação para do título de Mestre em física, Universidade Federal de Santa Maria, Brasil, 2005.
- Bozorth R., *Ferromagnetism*, D. Van Nostrand Company, Inc., Ed. 1951.
- Bozorth R., *Ferromagnetism*, D. Van Nostrand Company, Inc., Ed. 1959.
- Callister W. D., *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los materiales*, Editorial Reverte. S. A. 2002.
- Callister W. D., *Materials Science and Engineering, An Introduction*, seventh edition, 2007.
- Cullity B. D., *Introduction to Magnetic Materials*, Universidad of Notre Dame, 1972.
- Goldman A., *Handbook of Modern Ferromagnetic*, ENic Materials, Springer Science & Business Media, May 31, 1999.
- González Chávez D. E., *Estudo do ruído Barkhausen como técnica de ensaio não destrutivo*, Dissertação de Mestrado, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, 2009.
- Graham C. D., *Introduction to Magnetic Materials*, 2nd Edition, Wiley-IEEE Press, 2011.
- Jiles D. C., *Dynamic of Domain Magnetization and the Barkhausen Efect*, Chzechoslovak Journal of Physics, Nº 8, pp. 893-988, 2000.
- Jiles D., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman and Hall, 1991.
- Kleber X., Vincent A., *On the role of residual internal stresses and dislocations on Barkhausen noise in plastically*, NDT&E International, V. 37, pp. 439–445, 2004.
- Ruiz A. A., *Ruido Barkhausen y Emisión Magneto Acústica: Desarrollo de un Sistema de Medición y Aplicación a la Caracterización Microestructural y al Estado de Tensiones*, Máster Tesis, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, abril 2005.
- Stefanita C. G., *From Bulk to Nano, The Many Sides of Magnetism*, Springer Series in Materials Science, 2008.
- Yardley V. A., *Magnetic Detection of Microstructural Change in Power Plant Steels*, This dissertation is submitted for the degree of Doctor of Philosophy at the University of Cambridge, 2003.
- Lopera Ronda J. M., *Elementos Magnéticos en Alta Frecuencia: Estudio, Modelado y Criterios de Diseño*, Tesis para optar el Grado de Doctor Ingeniero Industrial, Universidad de Oviedo, España, 1993.

3. Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica

Resumen: en este Capítulo se presenta una revisión del "Estado del Arte" de los resultados más relevantes encontrados en la literatura, sobre las técnicas del Ruido Magnético Barkhausen (RMB) y la Emisión Magneto Acústica (EMA). Además se describe una breve introducción sobre el método de Emisión Acústica (EA) y los principales modelos que tuvieron éxito en la explicación cualitativa del RMB y la EMA.

3.1 Ruido Magnético Barkhausen

El Efecto Barkhausen (EB) fue descubierto por el físico alemán Heinrich Barkhausen en 1919. El descubrimiento se produjo a través de un experimento que medía las variaciones en la magnetización en una bobina, conforme variaba discretamente el campo magnético [Braga Maria G. G, 2015]. El científico finlandés Dr. Seppo Tiitto comenzó a usar este método en aplicaciones industriales (1970). Hoy en día, es una técnica no destructiva ampliamente reconocida para la caracterización de materiales ferromagnéticos [Deveci M., 2016].

El EB es el resultado del movimiento de las PDs magnéticos de un material ferromagnético, como consecuencia de la aplicación de un campo magnético variable. La mecánica de cómo estas paredes se forman y cómo se ajustan, se basa en el hecho de que todas tienden a su estado de mínima energía. Un campo magnético aplicado alterará el equilibrio de mínima energía produciendo el EB durante el proceso de restauración al equilibrio [Stefanita C. G., 2008].

Durante el proceso de magnetización, las PDs magnéticos son forzadas a moverse bajo la influencia del campo magnético. Para que las paredes se puedan mover deben superar la resistencia producida por los puntos de anclaje, tales como: borde de grano, dislocaciones, inclusiones, etc. Así se ocasionan saltos discretos en la curva de magnetización. La sumatoria de todos los saltos, que ocurre durante la magnetización, da origen al EB, cuyos pulsos de tensión son detectados por una bobina sensora colocada en la superficie del material [Cullity B. D., 1972].

El EB establece que el ciclo de histéresis de un material ferromagnético no es una curva suave, existen discontinuidades, o saltos, que se producen a lo largo de su trayectoria en un nivel microscópico (ver Figura 3.1). La histéresis se debe a que los límites de los dominios, no se mueven totalmente de nuevo a sus posiciones iniciales cuando se retira el campo externo [Strand D. J., 1989].

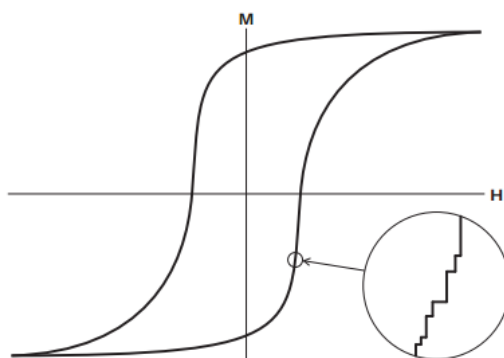


Figura 3.1. Saltos discretos en el lazo de histéresis, curva B-H de histéresis [Volkers R., 2008].

En la literatura, este método se conoce con diferentes nombres y abreviaturas, como Efecto Barkhausen (EB), Ruido Barkhausen (RB), Ruido Magnético Barkhausen (RMB) y los saltos de Barkhausen (SB). Dentro de este texto, se utilizará como Ruido Magnético Barkhausen (RMB).

En materiales policristalinos, cada punto de anclaje tiene un corto radio de acción, su efecto sobre la restricción de las PDs están muy localizado. Una vez que las paredes se han separado del punto de anclaje, se someterán a un movimiento rápido e irreversible, que produce una discontinuidad en la velocidad de cambio de la magnetización [Jiles D. C., 2000]. Por lo tanto el RMB depende de la interacción de las PDs con los puntos de anclaje, y ésta es la base de su aplicación a los ensayos no destructivos en materiales ferromagnéticos. El RMB es muy sensible a la densidad y al tipo de puntos de anclaje, por lo tanto a la estructura y a las tensiones en el material. También es causado por la nucleación de los dominios que se produce en los puntos de anclaje, ya que su presencia reduce la energía de las paredes del dominio inicial.

Para determinar el RMB, se miden los pulsos de tensión que surgen en una bobina colocada sobre la superficie del material. Cada pulso de tensión representa un cambio paso a paso en la magnetización (ΔM) y la altura del pulso S depende de la naturaleza del cambio:

$$S \propto \frac{|\Delta M|}{t} \quad (3.1)$$

donde t es la duración de cada paso. Con respecto al movimiento de la PD, este tamaño del pulso se puede escribir como:

$$S \propto |\Delta M| |v_{PD}| A \quad (3.2)$$

donde A es el área de la PD y v_{PD} la velocidad de la PD. La distancia recorrida por este movimiento de la PD determina la longitud del pulso [Volkers R., 2008].

Los principales procesos que se producen debido a la actividad del RMB son según Chengay Kai (1997):

- Movimiento discontinuo irreversible de la PD.
- Rotación discontinua de los momentos magnéticos dentro del dominio.
- Aparición y desaparición de las PDs (Bloch o Neel).
- La inversión de la magnetización de los átomos en un solo dominio.
- Desplazamiento de las líneas de Bloch o Neel en 180° con dos paredes de magnetización en direcciones opuestas.

De acuerdo con Jiles D. C. (2000), la actividad de RMB tienen lugar principalmente en la zona del punto coercitivo (H_c) de la curva de histéresis y es repetible en promedio a cada lado (ver Figura 3.2). La frecuencia de la actividad del EB es mucho más alta ($\sim$ kHz) respecto a las componentes de frecuencia del ciclo de histéresis ($\sim$ Hz). La pendiente de la histéresis, determina la intensidad y la forma de las señales de de Barkhausen ("bursts"). La forma y amplitud del RMB depende de la microestructura, esto lo hace un método importante para investigar propiedades tales como tamaño de grano, tratamiento térmico, deformación y propiedades mecánicas tales como dureza de los materiales, tensiones residuales [Da Silva Junior et al. 2005,

Siwik D., 2011]. En la Figura 3.2 a) se observa un perfil típico de la señal de RMB que se adquiere como una señal de tensión, su valor máximo se produce en la región de H_c , punto de mayor pendiente en la curva de histéresis En la Figura 3.2 b) se observa cómo las ondas electromagnéticas se mueven hacia afuera del material y son recogidas como una fuerza electromotriz inducida (fem) en la bobina sensora colocada sobre su superficie.

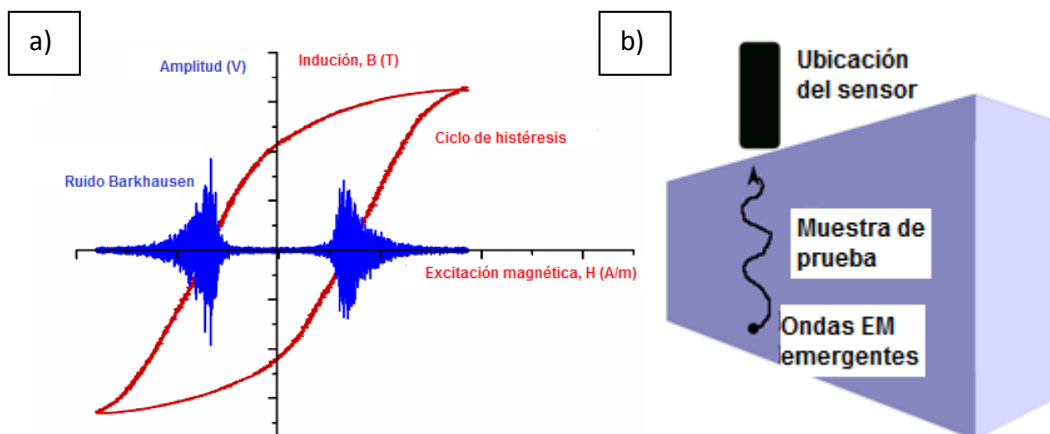


Figura 3.2. a) Perfil típico del RMB; b) ondas electromagnéticas recogidas como una fem inducida en la bobina [Prabhu Gaunkar N., 2014].

Matemáticamente, este voltaje inducido puede ser descrito por la ley de inducción de Faraday, que establece que el cambio en el flujo magnético corresponde al cambio de la fem inducida. El espectro de potencia de las señales del RMB puede extenderse hasta de 2 MHz y su amplitud puede decaer exponencialmente como función de la profundidad de penetración debajo de la superficie. Esta disminución se puede atribuir al denominado “efecto de piel” o pelicular, debido a la oposición de las corrientes de Foucault. Como ya se dijo anteriormente, a mayor frecuencia de excitación magnética se produce una menor profundidad de penetración del campo en el material. Por lo tanto, en general no se prefiere un aumento en la frecuencia de magnetización [Prabhu Gaunkar N., 2014].

Desde su descubrimiento, el RMB ha sido ampliamente utilizado como una herramienta importante para caracterizar los materiales magnéticos blandos, el proceso complejo de la magnetización y, en particular, para investigar la dinámica de las PDs. El principal obstáculo a este logro es la inherente complejidad del fenómeno del RMB y el carácter intrínsecamente estocástico de las señales. Un punto crucial es que el RMB como función de la Magnetización (M) a lo largo de cada semi-lazo de histéresis, es altamente no estacionario, por el hecho de que varios procesos bastante diferentes tienen lugar a diferentes niveles de magnetización: movimiento de las PDs, cuando M es baja; creación y aniquilación de dominios magnéticos cerca de la saturación magnética. Cualquier resultado obtenido de promediar las propiedades del RMB sobre el lazo de histéresis, mezcla en forma intrincada todos estos procesos y no se logrará una interpretación física clara [Alessandro B. et al., 1988]. Las principales razones de las diferencias entre los resultados experimentales y teóricos pueden ser citadas por el carácter fenomenológico de los modelos, la falta de normas para los sistemas experimentales y para la adquisición de series temporales de RMB. En este sentido, en particular, Bertotti G. et al. (1981) observaron que las propiedades estadísticas del RMB varían típicamente a lo largo de la curva de magnetización. Sólo teniendo en cuenta el movimiento de las PDs es dominante el proceso de magnetización, como alrededor del campo coercitivo, se puede obtener una señal estable y correctamente al realizar el análisis estadístico del ruido. Esta observación

dio lugar a una nueva serie de experimentos detallados, que fueron bien descritos por un nuevo modelo, conocido como ABBM [Alessandro B. et al., 1990]. A pesar de que el modelo sigue siendo fenomenológico, tuvo el mérito de describir las propiedades estadísticas del RMB, basándose en sólo pocas consideraciones verificadas experimentalmente, y es manejable analíticamente.

Se cree que el RMB es principalmente debido al movimiento de las PDs de 180° . Las paredes de 90° tienen campos de tensiones asociados ya que sus magnetizaciones están a ángulos rectos a cada lado de la pared, causando espaciamientos de la red ligeramente mayores en la dirección de magnetización. La deformación resultante dificulta el movimiento de las paredes de 90° , haciéndolas menos competitivas que las paredes de 180° que tiene mayores velocidades.

Debido a que el RMB depende de tantas variables, es forzoso todavía recurrir a estudios comparativos y tener en cuenta que sus resultados no son absolutos, siendo por lo tanto necesario emplear una probeta “testigo” (no deformada o de caracterización microestructural conocida), que actúe como “patrón” para cada tipo de aleación. Para minimizar los errores en las mediciones se debe tener en cuenta los factores que afectan la calidad del método, como por ejemplo: el operador que está fuertemente influenciado, el tamaño de la bobina sensora, la rugosidad de la pieza, la orientación de los granos con el campo magnético aplicado, entre otros [De Paula Dias A. R., 2011].

Hay muchas investigaciones sobre los cambios de la señal de RMB bajo diversas condiciones, como fatiga [Titto 2007, de los Reyes-Rodríguez F. et al., 2013], irradiación [Fan M. L. et al. (2014), Kikuchi H. et al. (2012)], tensiones residuales [Augustyniak B. et al. (2012), Schajer G. S., Buttle D. J. (2013)], condiciones de fluencia [Sablík M. J et al. (2004)], etc. Se ha demostrado que también es sensible al tamaño de grano [Ishihara M. (1991), Torres Pupo C. y Pérez Benítez J. A., 2009, Jan Bydžovský J., (2013)], dureza [Franco F. (2013), Zerovnik P. et al. (2010)], etc.

En los siguientes ítems se presentan los resultados más relevantes encontrados en la literatura, sobre el comportamiento del RMB relacionado con los temas estudiados en esta Tesis.

- RMB y microestructura

La microestructura del material tiene gran influencia sobre el aspecto físico y magnético de las propiedades de los materiales. El número, la distribución, la fracción volumétrica, la forma y el tamaño de las diferentes fases presentes, el tamaño de grano, la textura, etc., definen la microestructura del material [Sorsa A., 2013]. En la literatura, muchas propiedades microestructurales de los materiales en distintos tipos de aceros, han sido estudiadas y comparadas con las mediciones del RMB [Pérez Benítez J. A. et al., 2005; Zergoug M. et al., 2005]. Tales propiedades incluyen el tamaño de grano [Kameda J. y Ranjan R., 1987; Moorthy V. et al., 1997; Gaterier-Rothea C. et al., 1998; Yamaura S. et al., 2001; Torres Pupo C. y Pérez Benítez J. A., 2009]; el contenido de C [Gaterier-Rothea C. et al., 1998; Ng D. H. L. et al., 2001; Koo K. M. et al., 2003; Capo Sánchez J. et al., 2002, 2004; Pérez Benítez J. A. et al., 2005] y las fases ferrita, perlita y martensita [Saquet O. et al., 1999; Moorthy V. et al., 2000; D'Amato C. et al., 2003; Koo K. M. et al., 2003; Kaplan M. et al., 2007; Kleber X. et al., 2008].

El fundamento físico para la influencia del tamaño de grano en el RMB es que, el borde de grano, los volúmenes de material de segunda fase y las dislocaciones interfieren con el movimiento de las PDs. Cuanto mayor sea la cantidad de impedimentos, mayor será el número de saltos en el EB, pero de menor amplitud. Consecuentemente, para las mismas condiciones del campo magnético aplicado, el

tamaño de grano más pequeño conducirá a una mayor emisión del EB pero de menor amplitud [Jiles D. C., 2000].

En el estudio de tamaño de grano, se encontraron dos tendencias en conflicto. Ranjan R. et al. (1987) en muestras de Ni, encontraron que el RMB disminuye con el aumento de tamaño de grano. Al aumentar el tamaño de grano, el recorrido libre medio del movimiento de las PDs aumenta y en consecuencia aumentan el campo requerido para el “combado” de las PDs antes de ser desprendidas. Por lo tanto el RMB disminuye al aumentar el tamaño de grano. Otros estudios han encontrado que el RMB aumenta a medida que el tamaño de grano es más pequeño. En una muestra de Fe puro Gatelier-Rothea C. et al. (1998), evaluaron el efecto del tamaño de grano en el RMB, encontrando que para granos pequeños, el número de dominios y de paredes que se pueden mover es mucho más grande que para granos más grandes, por lo tanto, se incrementa el RMB. Yamahura S. et al. (2001) encontraron los mismos resultados con el tamaño de grano más pequeño, tanto el valor de RMS como la amplitud del RMB aumentaban. Los bordes de grano son sitios preferenciales para la nucleación de los dominios y para la fijación del movimiento de las PDs. Por lo tanto, es lógico que los saltos Barkhausen aumenten al disminuir el tamaño de grano. Ellos confirmaron que el RMB seguía una dependencia de tipo Hall Petch con el tamaño de grano (el RMB se comportaba linealmente con la raíz cuadrada del tamaño de grano). Capo Sánchez J. et al. (2002) encontraron la misma dependencia del RMB en función del tamaño del grano. El valor de la tensión máxima de la señal aumentaba a medida que el tamaño de grano es más pequeño. Los mismos resultados encontraron Torres Pupo C. y Perez Benítez J. A. (2009). En el caso de la envolvente de un solo pico, observaron que la amplitud de la envolvente de RMB decrecía y el máximo de ésta se desplazaba hacia un campo igual a cero con el crecimiento del tamaño de grano. En el caso de la envolvente de doble pico, la envolvente tiende a transformarse en una de un solo pico con el incremento del tamaño de grano.

En cuanto a la influencia del contenido de C en el acero, en la literatura se presentan resultados bastante controvertidos entre sí. Según Ng D. H. L. et al. (2001) y Capó Sánchez et al. (2004), el aumento del contenido de C conduce a un aumento de la actividad de Barkhausen. Ranjan R. et al. (1987), explicaron este hecho, ya que al aumentar el contenido de C se produce una disminución del tamaño del grano, lo que produce una mayor actividad de Barkhausen. Ng D. H. L. et al. (2001), encontraron que varios parámetros de las señales de RMB dependían en gran medida del contenido de C: tanto la pendiente ascendente de la envolvente, el valor RMS, y el ancho a mitad de la altura máxima de la envolvente, aumentaban al crecer el contenido de C. Capo Sánchez J. et al. (2004) obtuvo un resultado similar al de Kameda y Ranjan (1987), encontraron que el valor máximo del pico de RMB se produce cuando el contenido de C es de 0,46 %, a partir del cual, la curva empieza a disminuir.

Koo K. M. et al. (2003) estudiaron diferentes materiales con variados porcentajes de C: composiciones hipoeutectoides (ferrita-perlita, $C < 0,76$ % en peso), hipereutectoides (cementita-perlita, $C > 0,76$ % en peso) y eutectoide (mayor fracción de volumen de perlita, 0,76 % C en peso). Encontraron que el RMB aumentaba con el contenido de C para las muestras de aceros hipoeutectoides pero disminuía para las muestras hipereutectoides. La señal máxima fue detectada en las muestras con contenido de C más cercano a la composición eutectoide. Así mismo encontraron que se incrementaba monótonamente la señal de RMB con el contenido de perlita para ambas muestras hipoeutectoides y hipereutectoides.

Debido a la alteración drástica de la magnetización durante la transformación en las aleaciones metaestables, se pueden usar métodos magnéticos para medir la tasa de crecimiento de la interfaz en movimiento. Varios autores han estudiado con

RMB las fases ferrita, perlita y martensita: Meszaros I., Szabo P. J. (2005), Kaplan et al. (2007) y Kleber et al. (2008), utilizaron con eficacia el RMB para el estudio de los cambios microestructurales en aceros duplex.

Magnéticamente, la transformación martensítica por lo general tiene dos configuraciones ferromagnéticas: la formación de martensita α' (tetragonal) y paramagnética en la formación de martensita ϵ (hexagonal). La transformación se puede producir por enfriamiento a temperatura bajo cero o por deformación plástica.

A continuación sólo se analiza la revisión bibliográfica en el caso del AISI 304, para la formación de martensita trabajada en frío, correspondiente a los ensayos experimentales de esta Tesis.

Meszaros I. et al. (1996, 2005), Ahmadzade Beiraki E. et al (2016) estudiaron el cambio de la magnetización durante la transformación martensítica en muestras que fueron deformadas en frío, midiendo el RMB después de ser deformadas las probetas.

Meszaros et al. (1996), investigaron la aparición de la transformación por deformación de la fase de martensita α' debido al laminado en frío y por los tratamientos térmicos de recocidos usando diferentes técnicas: RMB, polarización de saturación, fuerza coercitiva, dureza y medidas de espectros de Mössbauer de electrones de conversión. Se compararon los resultados obtenidos por espectroscopia de Mössbauer, encontrándose que la energía de RMB era linealmente proporcional a la cantidad de martensita α' y que se formaba continuamente durante el trabajado en frío, contribuyendo significativamente a la dureza.

Meszaros I. (2005), en la continuación de su trabajo, demostró que el tipo y la tasa de deformación influyen fuertemente en la cantidad de fase martensita α' . La cantidad de martensita α' , debido a la deformación plástica, puede ser significativa. Con un 61,5 % de laminación en frío se alcanzó un volumen de 69 % de martensita. Además encontraron que la coercitividad de la martensita es una función de la velocidad de deformación. El método de medición del RMB empleado, demostró ser una herramienta eficaz para estudiar los mecanismos de transformación de la austenita a la martensita α' durante la deformación y el proceso inverso durante el tratamiento térmico.

Ahmadzade Beiraki E. et al (2016), investigaron la transformación martensítica utilizando diferentes parámetros del RMB: el valor RMS, la altura del pico máximo y el ancho de la envolvente. El valor RMS y la altura del pico máximo aumentaba con la deformación, esto se atribuyó a la fracción de volumen de DM y al incremento de sitios de anclaje con el aumento del contenido de martensita. Se sugirió que el crecimiento de las agujas de martensita, producía áreas más amplias para el movimiento de las PDs y su interacción con los obstáculos dentro de la martensita, resultando en un incremento de la velocidad de cambio en los valores RMS y en el ancho de la envolvente del RMB, con el contenido de martensita. Sin embargo, la coalescencia de las agrupaciones de martensita disminuía el número de señales de RMB siendo emitidas a partir de las áreas de interface austenita-martensita, lo que resultaba en una disminución de la pendiente de la curva de la altura de pico con el aumento del contenido de martensita.

Rao B. P. C. et al. (2001) investigaron la transformación de fase martensítica mediante dos métodos: dispositivo superconductor de interferencia cuántica (SQUIDS, por su sigla en inglés) y el RMB. Utilizaron muestras de 10 mm³, con diferente grado de laminado en frío a temperatura ambiente en el rango de 0 – 50 %. Para las mediciones de RMB en línea utilizaron un campo magnético senoidal variando entre ± 50 A/cm con una frecuencia de 15 Hz. La bobina sensora tenía un núcleo de ferrita de 2 mm con 3500 vueltas de alambre de 220 μ m y un sensor Hall

integrado para medir el campo magnético aplicado. Los resultados del SQUIDS y el RMB se incrementaban con el trabajado en frío, fracción de volumen de martensita. La martensita en especímenes trabajados en frío al 10 % ha sido detectada si ambigüedad por estos métodos. Esta sensibilidad de detección demostró ser superior a otros métodos de END, como difracción de rayos X, ferrita- δ equivalente, ciclo de histéresis magnética y corrientes de Eddy.

Mitra A., et al. (2004), estudiaron el cambio de la magnetización durante la transformación martensítica. Utilizaron muestras rectangulares de AISI 304ss (AISI 304) que fueron laminadas en frío a diferentes porcentajes y cortadas en sentido de laminación. Midieron el RMB en línea, con una frecuencia de magnetización de 63 Hz, un ancho de banda del filtro de 10 kHz a 300 kHz. Encontraron que la coercitividad aumentaba con la deformación y tenía una tendencia hacia el valor de saturación. Se observaba un aumento lineal en la remanencia con la deformación. También registraron numerosas emisiones de RMB de pequeña amplitud con un bajo porcentaje de martensita, indicando que la rotación de la magnetización tuvo lugar dentro de una región pequeña. Sin embargo al aumentar la deformación observaron emisiones de RMB de gran amplitud. Hubo variación angular de las señales de RMB indicando la formación de textura dentro de los materiales.

O'Sullivan D. et al. (2004), investigaron la transformación de fase martensítica. Utilizaron muestras de acero SS304 con dimensiones de 100 mm x 10 mm x 3 mm. Midieron el RMB en línea, con una frecuencia de magnetización de 10 Hz. El cabezal de medición aplicado contenía una bobina de magnetización en forma de U y una bobina de captación. La señal de la bobina sensora fue procesada por un filtro pasa banda de (0,3 – 38) kHz, amplificada con una ganancia de 50. Determinaron el valor RMS del RMB y lo utilizaron para caracterizar los cambios microestructurales en el material. Concluyeron que el RMB es una herramienta efectiva para estudiar la transformación de austenita-martensita, pero no resultó un medio eficaz para caracterizar el endurecimiento del acero inoxidable austenítico.

Es de destacar que a diferencia del trabajo anterior que empleó probetas rectangulares, en esta Tesis se trabajó con probetas cortadas bajo Norma en sentido de laminación y transversal, durante ensayos de tracción uniaxial. En este caso se utilizó como bobina de magnetización un solenoide.

- RMB y tensiones mecánicas

La señal de RMB se ve afectada por muchas características microestructurales y también por la tensión aplicada o las tensiones residuales. Los materiales ferromagnéticos experimentan el fenómeno de magnetostricción dependiendo del campo magnético y del estado de tensiones. Para los materiales ferromagnéticos, como los aceros y el Co, que tienen un coeficiente de magnetostricción positiva, la señal de RMB muestra una tendencia creciente en la dirección de la tensión de tracción aplicada. Para materiales con esfuerzo de compresión aplicada disminuirá la magnetización. Los materiales con coeficiente de magnetostricción negativo como el Ni muestran el efecto inverso. En la Figura 3.3, se muestra los fundamentos de la relación entre el RMB y las tensiones aplicadas [Santa Aho S., 2012].

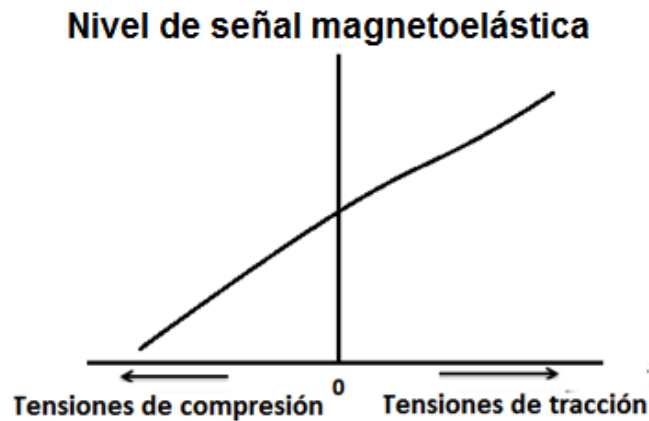


Figura 3.3. Respuesta de RMB a los esfuerzos de tracción y compresión [Santa aho S., 2012].

Un material con magnetostricción positiva tiende a estirarse cuando se somete a los efectos de un campo magnético. El efecto recíproco o efecto Villari, un material que se expande ante la magnetización muestra la magnetostricción positiva, su susceptibilidad magnética aumenta bajo tracción mecánica. Por otro lado, la susceptibilidad de los materiales con la magnetostricción negativa disminuye bajo tracción mecánica [Branco da Silva Jorge P. M., 2015]. Una vez que se elimina el equilibrio de las energías que componen la energía magnética total, la disposición y el comportamiento de los DM están influenciados por el estado de tensiones presentes en el material. Cuando el material se somete a la aplicación de la tensión, la energía magnética total se reorganiza a fin de presentar la mínima suma en cada una de sus partes. Las energías magnetocristalina y magnetoelásticas compiten para determinar la dirección de magnetización de los dominios [Stefanita, 2008; Blaow M., et al., 2007].

Se han hecho diversos estudios analizando el efecto de la tensión mecánica uniaxial en el RMB [Jiles D. C., 1989; Anglada Rivera J.; et al., 2001; Perez Benítez J. A., et al. (2007); Capo Sanchez J., et al., 2007)], mostrando que los esfuerzos de tracción alinean los DM en el sentido de la tensión, favoreciendo el aumento de las señales de RMB, mientras que los esfuerzos de compresión alinean los DM en la dirección perpendicular a tensión aplicada, generando niveles más bajos de RMB. Este proceso se conoce como el efecto magnetoelástico La Figura 3.4 muestra esquemáticamente la rotación de los dominios por el efecto de la tensión de tracción aplicada.

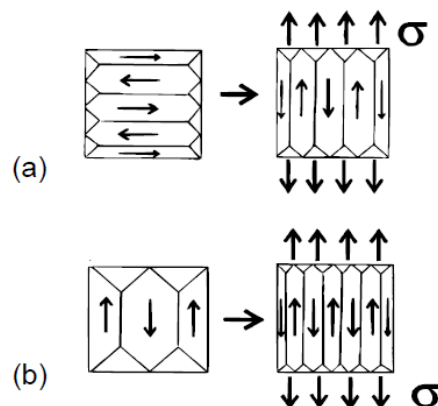


Figura 3.4. Posibles transiciones de la configuración de los dominios de 180° producidas por la tensión mecánica. a) Reorientación de los dominios en la dirección

de tracción, rotando perpendicularmente (b) incremento del número de PD 180° en la dirección de tracción [Krause T. W., et al. 1996].

Jagadish C. et al. (1990) encontraron que el voltaje de RMS del RMB aumentaba con el aumento del esfuerzo de tracción y disminuía con el aumento de la tensión de compresión. Además Mierczak et al. (2011) informaron una relación lineal entre el recíproco de la altura del pico y de la tensión mecánica aplicada. El mismo comportamiento lineal también se informa en Santa-Aho et al., (2012), pero además se observó que la pendiente de la relación lineal dependía de la dureza. Sin embargo, en muchos casos el RMB en función del esfuerzo aplicado, muestra una relación sigmoideal donde el nivel de RMB satura a ciertos niveles de tracción y compresión [Lordache V. E., et al. (2003), Hyde et al. (2000)]. También se ha reportado que el aumento la tensión de tracción después de la saturación alcanza la máxima actividad de RMB, después comienza a disminuir [Anglada Rivera J. et al., 2001; Stewart D. W. et al., 2004; Pérez Benitez J. A., et al., 2005; Blaow M., et al., 2007].

Por lo general, los cambios en el estado de tensión se han explicado por el uso de características correspondiente a la actividad del RMB. Estas características son el valor RMS [Gatelier-Rothea C. et al., 1998, Lindgren M. y Lepistö T., 2002], la energía de ruido de Barkhausen [Gauthier J. et al., 1998; Lordache V. E. et al., 2003] y la altura del pico [Stewart et al., 2004, Moorthy et al., 2004; Blaow M. et al., 2007, Mierczak et al. 2011]. Se informan que otras características que se correlaciona con el estado de tensión son la posición del pico, su anchura [Stewart D. M., et al., 2004; Blaow M. et al., 2007] y su asimetría [Stewart D. M., et al., 2004] y la deformación plástica.

- RMB y deformación plástica

Referente al RMB con la deformación plástica se encontraron dos tendencias diferentes. Algunos estudios reportan una disminución del RMB con el aumento de la deformación plástica [Nishihara H., et al., 2006; O'Sullivan D., et al., 2004; Rodriguez J. L., et al., 2008; de C. Antonio P. P. et al., 2014]; otros reportan que aumentan las amplitudes conforme aumenta la deformación plástica, alcanzando un valor máximo para cierto nivel de deformación. Después, aumentando los niveles de deformación las amplitudes comienzan a disminuir y finalmente saturan en niveles bajos [Jiles D. C., 1989; Dhar A. J. et al., 2001; Campos M. A., 2012; Baiot to R. et al., 2010; Augustyniak B. et al., 2010; Kikuchi H. et al., 2011, Piotrowski L. et al., 2010]. Este fenómeno se justifica de la siguiente manera: a pesar del aumento de las dislocaciones en niveles bajos de deformación, los cuales actúan como puntos de anclaje para el movimiento de las PDs, estas consiguen pasarlas produciendo RMB. En la medida que la deformación aumenta, las dislocaciones se enriendan produciendo puntos de anclajes muy fuertes que las PDs no consiguen vencer, por eso disminuye el RMB.

En el trabajo de O'Sullivan D., et al. (2004) emplearon el RMB para la caracterización en línea, de las muestras de acero inoxidable ferrítico AISI 430 deformadas plásticamente y tratadas térmicamente. Compararon los resultados con la dureza, la coercitividad y la tensión residual, demostrando que el RMB disminuía con el incremento de la deformación plástica. Encontraron que el inverso del valor RMS es linealmente proporcional a la dureza. Al aumentar la deformación, comprobaron que la variación de la densidad de dislocación afectaba a la coercitividad del material. Ellos demostraron que la inversa de la energía absoluta del RMB tiene una relación exponencial con el cambio en la coercitividad del material. Si bien se trata del mismo material estudiado en esta Tesis, en la CNEA, el RMB fue

medido para cada deformación pero retirando la probeta de la máquina de tracción en cada etapa.

d) RMB y anisotropía magnética

En un material ferromagnético el RMB es una técnica adecuada para la detección de la anisotropía magnética, sin tener en cuenta su origen. Así se detectan diferentes señales de RMB en ángulos particulares con respecto a un determinado eje de la probeta. Generalmente estos resultados se representan en un gráfico polar. La forma de la gráfica revela la dirección del eje fácil de magnetización o anisotropía magnética, ya que la señal RMB es mayor en esa dirección en particular [Stefanita C. G., 2008].

Kwun H. (1985) llevó a cabo experimentos en placas de varios tipos de estructuras de acero, laminados en caliente y recocidos para minimizar los efectos de la tensión residual. Midió la amplitud de la RMB a 0°, 30°, 45°, 60° y 90° con respecto a la dirección de tensión para varios niveles de carga, desde la compresión a la tracción, dentro del límite elástico de cada material. Observó que en condiciones de carga nula, el RMB tiene una tendencia muy homogénea, casi isotrópica. Sin embargo, esta tendencia desaparece con el aumento de la carga, lo que refleja de manera macroscópica tanto la tendencia de crecimiento de los dominios orientados favorablemente a la tracción, como su disminución en la dirección perpendicular a la carga de compresión.

Jagadish C. et al. (1990) estudiaron el efecto de la tensión y la orientación angular del campo magnético aplicado con el RMB en tuberías de acero (2% Mn) sometidas a diferentes niveles de tensión aplicada e igual esfuerzo de compresión. La dirección del campo magnético se varió a través de un total de 360°. Encontraron que el RMB dependía tanto del nivel de tensión como de la dirección del campo magnético. Los resultados fueron analizados en términos de la reorientación de los momentos magnéticos desde las direcciones axiales a la circunferencial con el incremento de tensión. Hallaron que la compresión realineaba los momentos magnéticos en la dirección axial.

Krause T. et al. (1994, 1996) observaron en muestras de tuberías de acero que al aumentar la energía de señal angular del RMB, la dirección del eje fácil magnetización se desplaza hacia la dirección de la tensión de tracción. En el caso de un esfuerzo de compresión, se observó una disminución de la señal angular de la energía del RMB y un desplazamiento del eje de fácil magnetización respecto de la dirección de tensión. La variación de la energía del RMB y el ángulo de desplazamiento del eje de fácil magnetización dependían de la orientación relativa con respecto al eje para la tensión nula.

Gauthier J. et al. (1998) evaluaron la influencia de la anisotropía magnética con el RMB en una viga de acero estructural (con forma de L) laminada en frío. Realizaron la caracterización de las mediciones angulares, utilizando el RMB en ocho posiciones en la superficie interior y exterior de la muestra. Cuando la viga fue sometida a la tensión uniaxial de tracción y de compresión, observaron la existencia de diferencias en la anisotropía magnética. Estas diferencias se atribuyeron a las tensiones residuales resultantes de procesos como la laminación y el corte. Mostraron que la anisotropía medida en la superficie interior era perpendicular a la correspondiente en la superficie exterior, y tenía un área más pequeña, reflejando un estado de tensión residual de compresión. Estos resultados ponían en evidencia la importancia de conocer la distribución de la anisotropía magnética antes de la realización de un ensayo de tracción uniaxial. Los resultados utilizando la magnetización unidireccional paralela a la dirección de laminación no tenían el

comportamiento aproximadamente lineal que se esperaba, siendo afectados por la reorientación de la anisotropía magnética inicial.

En tubos de acero Clapham L. et al. (1999), confirmaron que el eje de fácil magnetización tenía una relación más estrecha con el estado de tensiones, de textura y la microestructura. Estos tubos se fabricaban con chapas de aceros laminadas en caliente, recocidas, deformadas plásticamente en una forma cilíndrica y luego soldadas. El análisis de la textura fue realizado mediante difracción de rayos X, que indicaba que la dirección $\langle 100 \rangle$ no era responsable de eje de fácil magnetización en esa muestra. Las mediciones angulares del RMB se hicieron antes y después de realizar los tratamientos térmicos a una temperatura insuficiente para cambiar la textura, las fases o iniciar la recristalización. Sin embargo, la temperatura era suficiente para reducir la energía de deformación de la celda unitaria. Los resultados, mostraron que después del tratamiento térmico la distribución angular del RMB era isotrópica. La presencia inicial del eje de fácil magnetización fue atribuida al estado de tensiones residuales, inducidas durante la deformación en frío para dar forma a la tubería

Dhar A. et al. (2001), estudiaron la dependencia de la actividad RMB con deformaciones plásticas, sobre muestras de acero laminadas en caliente con un espesor de 2,8 mm y deformadas plásticamente en forma uniaxial con diferentes porcentajes de deformación. Observaron que la dependencia del RMB con la deformación plástica era anisotrópica. La dependencia angular del RMB con la deformación plástica mostraba variaciones más fuertes en la dirección del esfuerzo aplicado comparado con otras direcciones. Cualitativamente, en ambas direcciones (transversal y paralela a la tensión aplicada), la energía del RMB aumentaba inicialmente con la deformación plástica y después de alcanzar un pico máximo, comenzaba a disminuir y finalmente alcanzaba la saturación en mayores deformaciones plásticas. En bajas deformaciones, el aumento y la disminución en la energía del RMB con la tensión plástica era más acentuada, cuando se medía en la dirección de la tensión aplicada. A mayores deformaciones plásticas, la energía del RMB era más pronunciada cuando se medía en la dirección de la tensión aplicada. A mayores deformaciones plásticas, la energía del RMB a lo largo de la dirección de la tensión se satura a menores valores, en comparación con la dirección transversal.

Capo Sanchez J. et al. (2007) detallaron la evolución de la distribución angular del RMB en relación con la tensión de tracción uniaxial aplicada para una muestra de acero laminado en frío. El análisis de la energía con la dependencia angular del RMB revelaba el continuo aumento de la anisotropía en la actividad del RMB. Este proceso era una consecuencia de la reorientación de los dominios de 180° . El análisis del comportamiento angular de la distribución de tamaño de saltos revelaba que la reorientación de los dominios de 180° no era un proceso continuo, por el contrario, tenía máximos y mínimos. La presencia de estos máximos y mínimos sugería la existencia de estados críticos, en particular, los estados de tensiones críticas. En la presencia de estas tensiones críticas hay un fuerte incremento de reorientaciones de los dominios de 180° .

Caldas Morgan M. A. et al. (2012) estudiaron la dependencia angular del RMB en placas de los aceros inoxidables ferríticos AISI: 430, 439 y 444, mediante un dispositivo rotacional, que medía señales de RMB continuas, relacionadas con el ángulo de magnetización. El objetivo era determinar la dirección del eje fácil magnetización. Obtuvieron parámetros en tiempo real que cuantificaron la anisotropía magnética de la muestra.

En esta Tesis, se estudió la dependencia angular del RMB en placas de los aceros anteriores y otros, pero midiendo cada 15° , moviendo el yugo hasta completar la circunferencia.

3.2 Modelos de RMB

Como ya se dijo el RMB es un fenómeno complejo que involucra muchos elementos, por lo tanto elaborar un modelo único que tenga en cuenta todos los factores es prácticamente imposible. No obstante algunos autores construyeron modelos que tuvieron éxito en la explicación cualitativa de algunos fenómenos y otros realizaron buenas predicciones teóricas. A continuación solo se comentarán los modelos más difundidos en la literatura.

El modelo de Cizeau-Zapperi-Durin-Eugene (CZDE) (1998), se basa en la obtención de una ecuación que describe el movimiento de traslación de las diferentes partes de una sola PD, a través de un medio que interactúa con esta pared. Para este estudio se considera una sola PD que separa dos regiones de magnetización de magnitud constante M y en direcciones opuestas. Este modelo ha sido exitoso en la descripción de los exponentes críticos medios de las avalanchas de RMB. Sin embargo, no incluye los parámetros microestructurales en las ecuaciones, y por lo tanto es difícil de usar este modelo para explicar la dependencia de RMB con los parámetros microestructurales específicas de los materiales.

En el modelo conocido como ABBM, Alessandro et al. (1990) se basaron en el movimiento estocástico de la PD en un medio perturbado al azar, a través de la teoría de los procesos estacionarios de Markov. Consideraron inicialmente una pared plana de dominio de 180° , que se movía a través de una placa metálica de espesor d y área de la sección transversal S . En este modelo la tasa de cambio del flujo magnético Φ , se formuló como:

$$\sigma G \Phi = H - H_c \quad (3.3)$$

donde σ es la conductividad eléctrica, G es un coeficiente adimensional, H el campo magnético y H_c el campo coercitivo. La longitud de correlación ξ caracteriza el rango sobre el cual la PD interactúa con la perturbación. Las fluctuaciones del H_c fueron modelados teniendo en cuenta a H_c como una función aleatoria de la posición de la PD, y por tanto se obtiene:

$$\frac{dH_c}{d\Phi} + \frac{H_c - \langle H_c \rangle}{\xi} = \frac{dW}{d\Phi} \quad (3.4)$$

donde

$$\langle dW \rangle = 0, \quad \langle |dW|^2 \rangle = 2 A d\Phi \quad (3.5)$$

siendo A una constante desconocida. El término W representa el ruido, que conduce a fluctuaciones estocásticas en H_c , y A caracteriza la amplitud de estas fluctuaciones.

El campo magnético H experimentado por la PD depende tanto del campo aplicado y del campo de desmagnetización H_d , debido a la dificultad de determinar exactamente H_d , se restringió el modelo a las regiones en el cual la permeabilidad diferencial era constante. Utilizando esta base, se obtuvieron modelos para la distribución de amplitud de los impulsos y el espectro de potencia del RMB, aplicando la teoría desarrollada para una pared de un solo dominio con el movimiento de un conjunto de paredes. Estos modelos coincidieron razonablemente bien con las mediciones experimentales del RMB para aceros no orientados (Fe-3 % en peso de Si). Sin embargo, en este modelo es también difícil incluir los parámetros de la microestructura.

Mc Michael R. D. et al. (1993), utilizaron conceptos del ABBM en un modelo del RMB para todo el ciclo de histéresis, asumiendo las PDs como rígidas y planas.

Sakamoto H. et al. (1987), modeló el efecto del tamaño de grano y las distribuciones de partículas en el valor RMS del RMB. Se asumió que todos los pulsos del RMB tenían la misma duración 2σ y que el intervalo de tiempo entre pulsos sucesivos t era constante. El ruido RMS fue modelado como:

$$RMS = C_R \frac{\tau^2}{\sigma^2} \quad (3.6)$$

$$C_R = \frac{1}{8\sqrt{2}\pi H_{max}} \left(\frac{dH}{dt} \right) (N \cdot \Delta\Phi) \quad (3.7)$$

donde H_{max} , dH/dt , N y $\Delta\Phi$ son el máximo campo aplicado, la velocidad de cambio del campo, el número de pulsos por unidad de área de la sección transversal y el cambio de flujo magnético respectivamente.

Las expresiones para el valor RMS en términos de la microestructura fueron derivados al asumir que la mayor parte del ruido se originaba por la nucleación del dominio y su crecimiento.

Al combinar los resultados anteriores de Döring (1938), Williams (1950), Nagashima (1959), Bloor y Martin (1959) y Carey (1960), se dedujo una expresión para el voltaje RMS en términos de tamaño de grano d_g y término independiente del tamaño de grano C_g : [Yardley V. A., 2003]

$$RMS = C_g d_g^{-1/2} \quad (3.8)$$

En el caso de una microestructura ferrítica conteniendo partículas de cementita, después de la nucleación de los bordes de grano, las PDs encontrarían las partículas y se trabarían, obteniéndose así el siguiente voltaje RMS:

$$RMS = C_P d_P^2 \quad (3.9)$$

donde el termino C_P es independiente del diámetro de la partícula d_P .

Este modelo permite incluir parámetros microestructurales tales como el tamaño de grano y tiene buena concordancia con los valores medios de RMB. Sin embargo, no analiza la dependencia de la distribución de la amplitud de los saltos, la dependencia espectral y la dependencia temporal del RMB con la microestructura.

Pérez Benítez J. A et al (2005), presentaron un modelo para el RMB en placas de acero de bajo C. Los resultados del modelo evidenciaron que la altura de los saltos del RMB depende del campo coercitivo de los sitios de anclaje y del camino libre medio de las PDs entre esos sitios. Estos resultados fueron usados para deducir la influencia de los aspectos microestructurales y los parámetros de magnetización en la amplitud y duración de los saltos de RMB, obteniendo buen acuerdo con los parámetros experimentales. En particular el modelo describe muy bien el comportamiento de la altura media de los saltos de RMB con el contenido de C en el rango 0 %-0,45 % en peso.

3.3 Emisión Magneto Acústica

Antes de explicar lo que es la Emisión Magneto Acústica (EMA) es necesario entender qué es la Emisión Acústica (EA). Para ello a continuación se explica brevemente el fenómeno de EA, sus características, análisis y aplicaciones.

3.3.1 Emisión Acústica

La Emisión Acústica (EA) es un proceso dinámico de generación y propagación de ondas elásticas en sólidos, dentro del rango de frecuencias ultrasónicas (20 kHz- 1 MHz). Las ondas son originadas por una rápida liberación de energía en zonas localizadas del sólido, involucrando un movimiento colectivo de átomos. Los mecanismos que producen la EA tienden a minimizar la energía del sistema luego de haberse producido algún desbalance. Es necesario que exista alguna perturbación que active las fuentes internas del material, la EA es un fenómeno dinámico. Por este motivo se diferencia a la EA de otras técnicas en donde se introducen externamente las ondas elásticas. Una vez liberada la energía elástica, la onda generada se propaga de acuerdo con la geometría, las condiciones de contorno y las características físicas del material.

La EA puede generarse en principio por cualquier mecanismo que convierte alguna forma de energía en energía elástica que se propagara por un medio. La energía involucrada en las fuentes de las ondas puede ser: mecánica, electromagnética, química, térmica, etc.

En los metales, se pueden citar entre los mecanismos de ondas elásticas a aquellos procesos que involucran a la degradación de los mismos, tales como: la deformación plástica o el movimiento en forma de avalanchas de dislocaciones, el crecimiento de fisuras, deslizamiento de borde de grano, fractura y separación de inclusiones, corrosión bajo tensión, rotura de recubrimientos e inicio y propagación de fisuras. Otros mecanismos posibles, menos estudiados hasta el presente, son las transformaciones de fases sólidas, los procesos de solidificación o licuefacción y el movimiento de los DM [Ruiz A. A., 2005].

La técnica de EA se basa en la detección de las ondas elásticas producidas por la aparición o crecimiento de un defecto en un material, y su conversión en señales eléctricas. Esta conversión se produce por medio de un transductor (sensor) que habitualmente está constituido por un cristal piezoeléctrico. Los sensores son colocados sobre la superficie de la estructura, interponiendo un acoplante (grasa, vaselina, etc.), que mejora la impedancia acústica entre ambos. La salida de cada sensor piezoeléctrico es amplificada por un preamplificador de bajo ruido, y luego filtrada para mejorar la relación señal-ruido. En la Figura 3.5 se muestra un esquema general de todo el sistema de EA. La EA presenta frente a otras técnicas, la ventaja que la información sobre la existencia de un posible defecto se recoge en tiempo real.

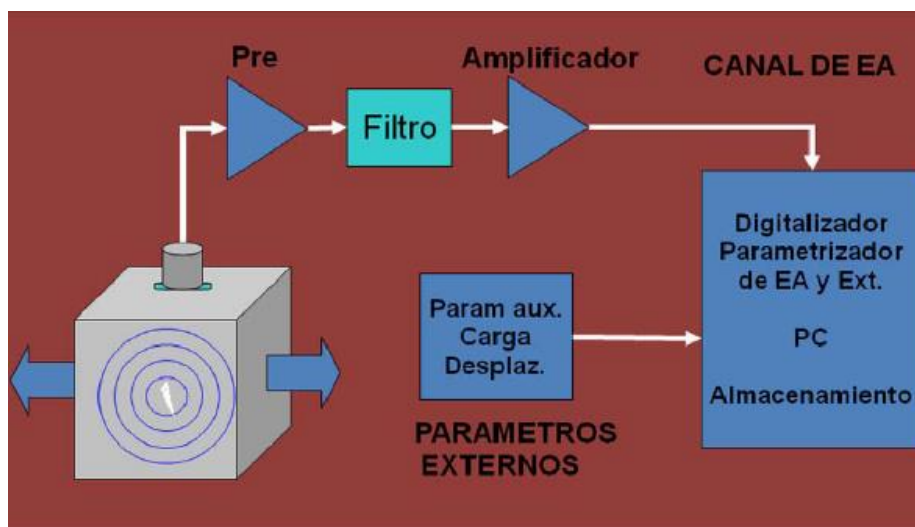


Figura 3.5. Sistema de medición de emisión acústica [Gómez M. P., 2011].

Los transductores más usados en la EA, son los piezoeléctricos ya que son los que ofrecen mayor sensibilidad y a su vez mucha robustez que permite su utilización en aplicaciones industriales. Los piezoeléctricos de cerámica más comunes en los sensores de EA están hechos de pequeños cristales de titanatos y zirconatos (Ti y Zr). Estos se pueden dividir en resonantes y sensores de banda ancha.

- Los sensores resonantes presentan una curva de sensibilidad, con una o más frecuencias preferenciales, donde la sensibilidad aumenta, se las denomina frecuencias de resonancia del sensor. Estas frecuencias de oscilación del cristal están marcadas por las propiedades y características del elemento piezoeléctrico principalmente por su forma y tamaño.
- Los sensores de banda ancha tienen una respuesta en frecuencia, suave y plana en un rango determinado. Algunos cubren una banda plana muy ancha y otros una banda más reducida. A diferencia de los sensores resonantes, tienen alta fidelidad, es decir, reproducen muy bien el movimiento de la onda original, aunque a costa de una menor sensibilidad. Son usados sobre todo en investigación, en aplicaciones donde se requiere un adecuado análisis en frecuencia de las señales de EA registradas, proporcionando una mayor información sobre las fuentes de EA, gracias al análisis modal, a la determinación de bandas de emisión predominantes, o a la facilidad para discriminar el ruido [Gallego Molina, A. y Martinez Gonzales, E; 2015].

Durante un ensayo de EA, se pueden general dos tipos de señales: transitorias de tipo “burst” o explosión y de tipo continuo. Las primeras tienen un comienzo y un final, y por lo tanto una duración definida, dependiente de la fuente y del medio. Las otras durarán mientras el proceso que las genere esté activo, y en general estarán constituidas por un número muy grande de señales transitorias, en las que no se pueden identificar un comienzo y un final. En los procesos que generan la EA pueden superponerse ambos tipos de señales. El tipo de señal dependerá del tipo de fuente emisora. [Gómez M. P. 2011]. En la Figura 3.6, se muestra los tipos de señales a) tipo explosión “burst”, b) tipo continúa.

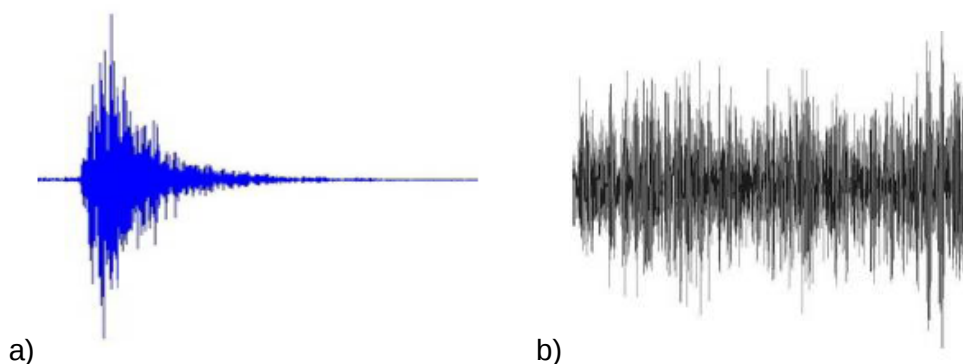


Figura 3.6. Señales de EA. a. Tipo explosión (“burst”). b. Tipo continúa [Gómez M. P., 2015].

En muchos casos no es necesario estudiar las señales de EA en su versión completa, y solo basta con parametrizarlas, perdiendo información, pero ganando tiempo de procesamiento de los datos. Los parámetros característicos de la EA están típicamente definidos para señales tipo explosión y algunos pueden extenderse a las señales continuas, los más comunes de ellos se indican a continuación [Gómez M. P. 2011]:

Umbral de detección: es el nivel de tensión que debe sobrepasarse para que una señal de EA sea detectada y procesada.

Tiempo de ocurrencia (“hit time”): también llamado “tiempo de llegada” o de “ocurrencia” o de “arribo” de la señal, es el tiempo en el cual se considera que comienza el hit. Esto ocurre cuando la señal supera el umbral, por lo cual dependerá de este valor.

Amplitud máxima o “amplitud”: es el valor máximo de la amplitud de la señal de EA. Este valor está relacionado con la magnitud de la fuente y las propiedades del material. Es independiente del umbral.

Duración: es el tiempo transcurrido desde que la señal cruza por primera vez el umbral hasta que lo hace por última vez. Depende de la magnitud de la fuente, del tipo y forma del espécimen, de las características del sensor utilizado y del valor del umbral. También depende de la reverberancia del material.

Tiempo de subida (“rise time”): es el tiempo desde que la señal cruza el umbral hasta que alcanza su amplitud máxima. Está condicionado por la dispersión de la onda en su viaje entre la fuente y el sensor. Depende del umbral. Da una idea del tiempo de actividad de la fuente. Puede ser útil para filtrar el ruido y tiene estrecha relación con el período de actividad de la fuente.

Número de Cuentas (“ring down counting”): es la cantidad de veces que la señal cruza el umbral. Depende del umbral y está relacionado con la amplitud.

Energía MARSE: Es el área medida bajo la envolvente de la señal rectificada (“Measured Area under Rectified Signal Envelope”). Esta parametrización no depende del umbral pero sí de la amplitud y de la duración de la señal.

En la Figura 3.7 se muestran los parámetros que caracterizan a un evento de EA tipo explosión.

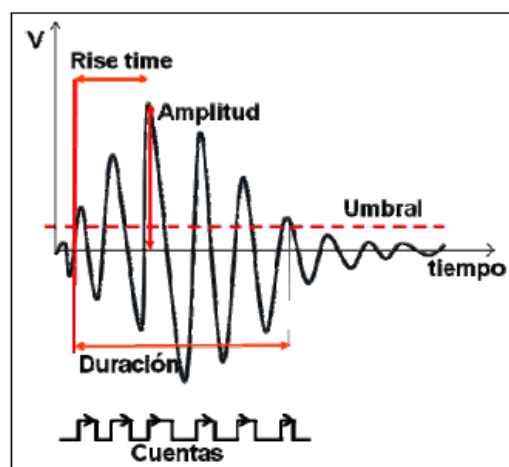


Figura 3.7. Parámetros que caracterizan a un evento de EA tipo explosión [Gómez M. P. 2011].

La EA tiene diversas aplicaciones en una amplia variedad de campos, tanto en investigación como en ámbitos civiles e industriales.

En el campo de la investigación, se ha aplicado para ensayos y caracterización de diversos materiales: metales, compuestos avanzados, plásticos, madera, hormigón, material biológico, etc. En la Argentina inclusive, se han publicado algunas Tesis de Doctorado empleando la EA para el estudio de materiales y/o procesos (López Pumarega, M. I., 1999; Mieza, I. J., 2008; Gómez, M. P. 2011; Filipussi, D. 2012)

A nivel industrial, los principales usos de la EA se centran en el control de equipos a presión, tuberías, válvulas y tanques de almacenamiento, así como

estructuras aeronáuticas y civiles (aviones, helicópteros, puentes, etc.). Se aplica principalmente en las industrias químicas, petroquímica, aeronáutica, alimenticia, cerámica y de construcción.

3.3.2 Emisión Magneto Acústica

En el caso de los materiales ferromagnéticos, los efectos sobre las propiedades magnéticas de la tensión, la deformación plástica y la microestructura han sido ampliamente estudiados. La magnetostricción ha sido ampliamente utilizada en la medición de la deformación elástica y la tensión residual. Cuando se varía el nivel del campo aplicado, el cambio en las estructuras de los DM produce ondas ultrasónicas, cuya intensidad varía con la tensión. Tales ondas ultrasónicas se denominan generalmente EA, y en los casos que surgen de la magnetostricción, se denomina Emisión Acústica Magnetomecánica [K. Ono and M. Shibata, 1979] o comúnmente llamada Emisión Magneto Acústica (EMA). La EMA es el análogo mecánico del efecto Barkhausen. Las investigaciones muestran que la intensidad de la señal de EMA es proporcional al volumen, en el cual se producen las deformaciones inelásticas. Cuando el campo magnético externo local se mantiene constante, la intensidad de la señal de la EMA varía a partir de la producción de la tensión, independientemente de cómo se produjo la tensión por la carga externamente aplicada o sus tensiones residuales [Xiong E., et al., 2016].

Como ya se indicó la EMA se produce, al magnetizar en forma continua un material ferromagnético, con un campo externo lentamente variable. La EMA es producida por los cambios microscópicos en la deformación debido a la magnetostricción, cuando se produce el movimiento irreversible de las PDs cuyas magnetizaciones forman ángulos de 90°. Estos cambios microscópicos en la deformación producen ondas elásticas que pueden ser detectadas mediante un transductor piezoeléctrico acoplado a la superficie de un material ferromagnético durante el proceso de magnetización. Esto se origina de la siguiente manera: si la distancia entre los momentos magnéticos en los materiales ferromagnéticos es variable, la energía de interacción (w) puede ser expresada como:

$$w(r, \cos \varphi) = g(r) + l(r)(\cos^2 \varphi - \frac{1}{3}) + q(r)(\cos^4 \varphi - \frac{6}{7}\cos^2 \varphi + \frac{3}{35}) + \dots, \quad (3.10)$$

donde r es la distancia interatómica y φ es el ángulo entre el espín y la dirección que une los átomos (ver Figura 3.8). Si la energía de interacción es una función de r , la red cristalina se deformará cuando surja un momento magnético, porque tal interacción tiende a cambiar la longitud del enlace de una manera diferente dependiendo de la dirección de unión.

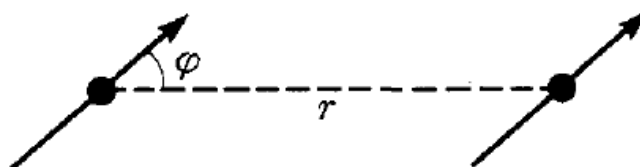


Figura 3.8. Un par de spines con una longitud variable de enlace, r , y el ángulo, φ , entre espines paralelos y el enlace Buttle [D.J. et al. 1987].

El primer término $g(r)$ es el término de interacción de intercambio, es independiente de la dirección de la magnetización y por lo tanto no contribuye a la magnetostricción. Sin embargo, el segundo término, conocido como el término de interacción dipolo-dipolo, no depende de la dirección de magnetización y causará la

deformación de la red cristalina en la dirección de la magnetización, dando lugar al efecto conocido como magnetostricción. Los siguientes términos también contribuyen a la magnetostricción, pero normalmente sus contribuciones son pequeñas comparadas con las del segundo término. Por lo tanto cada dominio en una muestra multidominio, se tensiona en su dirección de magnetización, la tensión es positiva o negativa en función del signo de la fuerza de interacción. En consecuencia, cuando una PD se mueve de manera que el material cambia su dirección de magnetización, la tensión magnetoestrictiva en esa región va a cambiar, dando lugar a la emisión de ondas de tensión elástica (EMA) [Chikazumi S., 1997]. La EMA se presentó por primera vez en un trabajo de Lord en 1975, y desde entonces se ha observado en una serie de materiales. Por ejemplo, acero blando y Ni (Kusanagi et al., 1979), aceros al C (Ono y Shibata, 1980), metales amorfos (Lord y Tyagi, 1982), y aleaciones de Fe-Si, Fe-Ni (Kwan et al., 1985).

Aunque la naturaleza de este fenómeno no ha sido claramente definida aún, los principios básicos de la EMA en general han sido acordados por los investigadores. Se cree que la EMA refleja la dinámica de las PDs de 90° para los materiales a base de Fe, mientras que la dinámica de las PDs de 180° (magnetizaciones antiparalelas) al parecer no podría contribuir a la generación de ondas elásticas ya que la inversión de la magnetización no afecta a la magnetoestricción [Jiles D.C., Atherton D. L.; 1984; Augustyniak B. et al., 2008]. También, se sugirió que en fuertes campos magnéticos la EMA podrían contribuir por la rotación irreversible de los vectores de magnetización de los dominios a través de otros ángulos distintos de 180°, o reflejar la dinámica de dominios aislados estabilizados por inclusiones y dominios de cierre [Skalsky V. et al.; 2011]. No se descarta la idea de que las PDs de 180° puedan ser fuentes de EMA, aunque todavía no han sido corroborados experimentalmente [Altshuler T. W.; 1993; Yuehuang et al., 1993].

En materiales cúbicos tales como el acero, las paredes no dominantes son las de 180° y las dominantes son las de 90° debido a la simetría del sistema. Estos procesos de las PDs de 90° generalmente ocurren en magnetizaciones más altas, Por lo tanto la EMA está generalmente asociado con las regiones de campo intermedio y alto de la curva de histéresis [Dhar A. J., et al. 1992].

La ventaja de la EMA es que no sufre interferencia por las corrientes parásitas, a diferencia del ensayo de RMB (Bhattacharya, 1999). La profundidad de penetración de la EMA en un material particular, es mayor que la del fenómeno magnético porque las ondas elásticas se propagan dentro de todo el volumen de la muestra [Augustyniak B. et al., 2008]. La EMA depende sólo de la capacidad de penetración del campo magnético de excitación, es decir de toda la zona afectada por el movimiento de las PDs, esto podría equivaler a varios centímetros, mientras que en la señal de RMB, la profundidad es de apenas unos 100 μm a 200 μm , dependiendo de la permeabilidad del material. La validez de la profundidad de penetración de la EMA, es cuestionable en varios niveles. Primero, la fórmula de la “profundidad de penetración”, (ver ec. 2.8) para frecuencias de excitación bajas, como la utilizada para la inspección con EMA [Kostin V. N., et al., 2017], es cuestionable, y el campo real de distribución está influenciado por otros factores como la geometría de la muestra y la intensidad del campo aplicado [Wilson J. W., 2009]. Se construyeron modelos que explicaron la distribución del campo en diferentes muestras de espesores distintos y mostraron cómo se podría realizar la distribución del flujo y cuál era la respuesta de la intensidad de la EMA. La penetración del flujo alcanzaba el fondo de la muestra directamente a través de su espesor y fluía alrededor, concentrándose en la capa de la superficie del material en su camino hacia el fondo de la muestra. El flujo dentro de la capa superficial podría viajar lejos con relativamente poca atenuación o desfase, mientras que las regiones subsuperficiales sufrirían un incremento en el

apantallamiento a partir del campo inducido. El efecto del flujo alrededor aumentaría con la frecuencia de excitación y también aumentaría en muestras más delgadas, reduciendo la intensidad de campo en las capas subsuperficiales. En segundo lugar, la intensidad del campo inducido disminuiría con la profundidad en casi todas las muestras (una posible excepción son las muestras con un cambio en la permeabilidad con la profundidad), por lo que se esperaría menor actividad de EMA en capas subsuperficiales y la actividad podría ser enmascarada por la actividad superficial [Wilson J. W., 2009, Augustyniak B. et al., 2007].

Hay muchos factores que influyen en la EMA y que deben ser tenidos en cuenta para entender su propagación: el transductor es el factor principal, la frecuencia de excitación, la geometría de la muestra, la presencia de tensiones residuales, la composición química, la microestructura, el tratamiento térmico, el porcentaje de trabajado en frío y la banda filtrante [Shibata y Ono, 1981, Augustyniak B. et al., 2008, Wilson J. W., 2009]. Es decir, es necesario llevar a cabo con precisión la medición magnetoacústica, teniendo en cuenta la interacción compleja entre todos los factores mencionados, con el fin de evitar interpretaciones engañosas. La Figura 3.9, muestra una señal de excitación magnética triangular y la señal típica de la EMA medida.

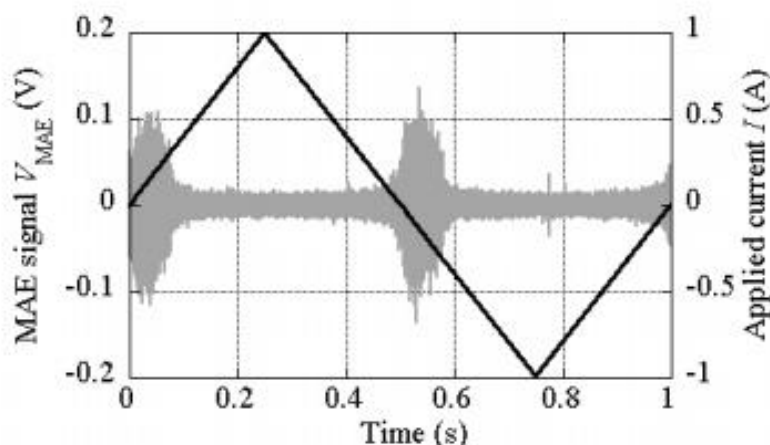


Figura 3.9. Forma de la señal de EMA, originada por un campo magnético de excitación triangular durante un período de 1 segundo [Kikuchi H. et al, 2011].

Los principales parámetros informativos de las señales de EMA son: número total de cuentas, la suma total de las amplitudes, la potencia, el valor de la raíz cuadrática media (RMS), etc. [Pochapsky Y. et al. 2012].

Numerosos investigadores han intentado correlacionar a la EMA con parámetros metalúrgicos, como la precipitación con carburos, la segregación intergranular de impurezas, las dislocaciones, el tamaño de grano, etc. Sin embargo, cualquier dependencia de la EMA sobre las propiedades microestructurales y compuestas es generalmente compleja. Generalmente es tedioso sacar conclusiones independientes sobre las propiedades de los materiales a partir de los estudios de los estudios de la EMA, sin embargo con la deformación plástica pareciera tener una relación más directa [Dhar A., 1991]. Los principales problemas de este método son los siguientes: a) carece de un modelo desarrollado bajo estricto y razonable control para describir la influencia de varios factores; b) es difícil determinar las propiedades de tensión (tracción o compresión) de las muestras, sin conocimiento de la historia de su carga térmica y mecánica; y c) la calibración para la medición por este método es tediosa y no tiene directrices disponibles [Fei S., 2014].

En resumen, el fenómeno de la EMA se puede sintetizar en las siguientes características [Ono K., 1986]:

1. El movimiento de la PD de 180° no contribuye a la EMA.
2. El movimiento de la PD de 90° produce EMA a través de la generación abrupta de deformación inelástica.
3. No se produce EMA significativa durante la rotación de dominios.
4. La EMA es proporcional al volumen dentro del cual se produce la deformación inelástica.
5. La EMA a altos niveles de magnetización, va acompañado de pequeños cambios en la inducción magnética producida, y la deformación magnetoestrictiva se atribuye a la repentina eliminación de pequeños dominios magnéticos.
6. Las tensiones reducen el tamaño de los dominios magnéticos. Así disminuye el volumen involucrado y consecuentemente se reduce la intensidad de la EMA.

En los siguientes ítems se presentan las más relevantes conclusiones encontradas en la literatura, referidas al comportamiento de la EMA en diversos materiales y relacionadas con los temas estudiados en esta Tesis.

- EMA y microestructura

Ono K. y Shibata M. (1979), estudiaron la variación del RMS para aceros, en función del contenido de C. Observaron que el máximo del RMS se obtenía para una concentración de 0,2 % de C, como se ve en la Figura 3.10.

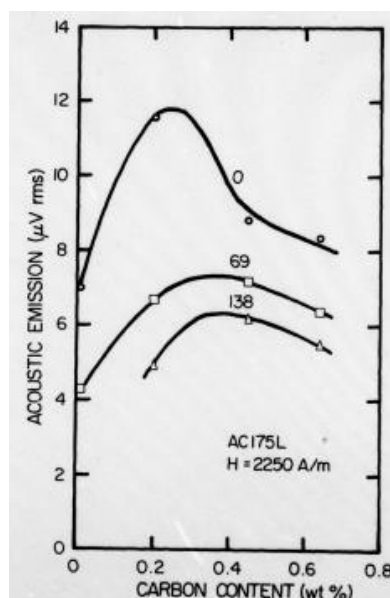


Figura 3.10. Emisión acústica en tres niveles en función del contenido de C en aleaciones de Fe al C [Ono K. y. Shibata M (1979)]

Ranjan R. et al. (1987), en muestras de Ni recocido estudiaron los efectos del tamaño de grano. Encontraron los mismos resultados que con el RMB: el número total de pulsos de EMA al igual que en el RMB, disminuía con el aumento del tamaño del grano, siguiendo una dependencia inversa.

Kameda J. y Ranjan R. (1987), en muestras de aceros templados y revenidos y otros esferoidizados con diversos contenidos de C, estudiaron el efecto de la precipitación de carburo y la dureza, con las señales acústicas. Observaron diferentes características entre las señales acústicas (EMA) y magnéticas (RMB). Se inducía un mayor pico del EMA cuando se incrementaba el campo magnético desde cero hasta el estado de saturación. Durante la disminución del campo magnético se obtenía un pico menor de EMA y un pico simple de RMB. Para todos los aceros el pico de EMA mostraba dependencia lineal con la velocidad del barrido de un campo magnético mientras que el RMB mostraba una relación no lineal. Al incrementar la temperatura de templado que da origen a una disminución de la dureza y a un aumento en el tamaño y el espaciamiento de los carburos causados por los voltajes picos de la EMA y el RMB se incrementarían precipitadamente el primero y gradualmente el segundo.

En muestras de acero no dopado con Ni y Cr y aceros dopados con Sb, Sn o P, Kameda J. y Ranjan R. (1987), estudiaron con el RMB y la EMA, la influencia de la segregación de impurezas intergranulares inducidas durante la magnetización. Mientras que la segregación de impurezas intergranulares no afectaba en absoluto al ciclo de histéresis magnético, producía que las señales de EMA y RMB cambiaran de una manera diferente. Los aceros dopados con impurezas producían un mayor valor de EMA que los no dopados. Sin embargo, la intensidad de la señal de EMA de los aceros dopados con impurezas era independientemente de la cantidad y el tipo de segregantes.

Dhar A. et al., (1993), estudiaron la relación de la EMA y el contenido de perlita en el Fe y en aceros al C en cuatro materiales distintos AISI: 1014, 1045, 1065 y 1095. Las muestras fueron tratadas térmicamente encontrándose en todas las muestras las mismas características básicas en la distribución de altura de pulsos. Aparecía un pico primario, atribuido al movimiento de la PD 90°, y un segundo pico más pronunciado a altos campos y se creía que estaba asociado con la rotación del vector de magnetización del dominio. En el Fe, la componente de rotación de la EMA era dominante incluso a bajos niveles de magnetización. Por el contrario, una muestra completamente perlítica exhibía EMA producida primariamente por el movimiento de las PDs de 90°. Las distribuciones para las muestras con composiciones "intermedias" (conteniendo ferrita y perlita) se parecían entre sí más que las muestras de componentes puras lo que sugeriría una fuerte interacción entre los procesos de las PDS de 90° y los contornos entre la ferrita y la perlita.

Lo C. C. H. et al., (2004) estudiaron como identificar una relación entre la estructura de los parámetros de los aceros perlíticos y sus propiedades magnéticas. Utilizaron muestras de alto contenido de C que fueron tratadas térmicamente para producir estructuras completamente perlíticas teniendo varios espaciamientos interlamelares. Se midieron sus propiedades magnéticas, incluyendo histéresis magnética, RMB y EMA. Encontraron perfiles de EMA con dos picos en la "rodilla" del ciclo de histéresis, mientras que los perfiles de RMB mostraban sólo un único pico cerca del campo coercitivo, para todas las muestras. La relación de altura de pico de los perfiles de EMA y la amplitud de los perfiles de RMB aumentaron monótonicamente con el aumento de la separación de la perlita, mientras que la coercitividad es inversamente proporcional al espaciado perlítico.

b) EMA y tensiones mecánicas

Ya en 1979 Kusanagi H. et al., estudiaron probetas de acero dulce comercial y Ni policristalino. Analizaron el efecto de las tensiones en la intensidad de la EMA durante el proceso de magnetización, comprobando una fuerte dependencia de la intensidad de la EMA con la magnetización. Ellos postularon las potencias aplicaciones para inspección no destructiva en campo

Las tensiones tensiles causan que los dominios se alineen paralelos y antiparalelos al eje de tensión en un material con magnetostricción positiva. Esto reduciría la proporción de las PDs de 90° y la EMA se espera que disminuya. En un material con magnetostricción negativa, la proporción de las PDs de 90° se incrementaría por tensión y la señal de la EMA debería aumentar. Muchos de los investigadores han reportado una gran disminución en la amplitud de la EMA cuando se aplican tensiones de tracción en materiales con magnetostricción tanto positiva como negativa. Esto está en desacuerdo con las declaraciones anteriores y sugiere que algún otro efecto puede ser responsable de la disminución [Edwards C., Palmer S. B., 1987; Buttle D. J., et al 1987].

La EMA es sensible a la tensión, pero el efecto no es tan grande. La amplitud y frecuencia de la EMA se ve afectada por la geometría de la muestra y la forma en que se la sostiene. Pueden obtenerse falsos resultados si se utilizan transductores resonantes PZT. Las formas de onda de magnetización con un rápido “rise time” (tiempo de elevación) son muy efectivas en la generación de la EMA, ya que causan un gran número de PD que se mueven repentinamente. Potencialmente, se podría deducir más información usando magnetización sinusoidal lenta y observando cuándo ocurren los eventos de EMA en relación con el ciclo de histéresis, pero se necesitan fuentes de potencia muy estables ya que discontinuidades en la forma de onda magnetizante causan grandes señales de EMA [Edwards C., Palmer S. B., 1987].

La velocidad de cambio de las tensiones magnetostrictivas es uno de los factores más importantes que afectan a la EMA. Esto depende de: i) las propiedades magnetostrictivas del material, ii) el valor de la densidad de flujo magnético B dentro del material y iii) la velocidad de cambio de la densidad de flujo magnético dB / dt [Olszewska A., Witos F., 2016].

c) EMA y deformación plástica

Las tensiones en un material ferromagnético tienen una influencia compleja en las propiedades magnéticas. El esfuerzo elástico tiene influencia en la anisotropía magnetocristalina, mientras que la deformación plástica aumenta la densidad de las dislocaciones que sirven como puntos de anclaje para fijar las PDs. Estos cambios tienen que ser reflejados no sólo en la desviación de los parámetros magnéticos, sino también en la EA que se origina en el proceso de magnetización, incluso únicamente por la razón de la redistribución de la cantidad de las PDs de 180° y de 90° debido a la influencia de la tensión [Klym B. et al., 2013; Skalsky V. R., et al., 2013].

Desde los primeros trabajos, Kusanagi H. et al (1979), Ono K. y Shibata (1981, 1984), Burkhardt G. L. et al. (1981), vieron que la EMA podría convertirse en un instrumento para medir las tensiones residuales y la cantidad de trabajado en frío previo, ya que su intensidad decrecía significativamente debido a la deformación plástica. Ng et al (1992) explicaron analíticamente la disminución de la intensidad de la EMA con el aumento de esfuerzo. Ya que la energía magnetoelástica E_{me} se puede expresar como

$$E_{me} \approx \lambda \sigma \sin^2 \theta \quad (3.11)$$

donde: λ es la magnetostricción de saturación ($(\lambda_{100} > 0$ por Fe), σ , es la tensión y θ el ángulo entre la dirección del vector de magnetización M y σ , la aplicación de tensión al acero causaría que M se alienara en la dirección σ , de manera que se minimizara E_{me} . Esto aumentaría el área total de las paredes de 180° a expensas de las paredes de 90°, en consecuencia, se reduciría la intensidad de la EMA [Skalsky V. R. et al., 2013].

[O'Sullivan D., et al (2004), C., Piotroski L. et al. (2009, 2010 y 2011), Kikuchi H. et al (2011), Skalsky V. R. et al., (2013) y Klym B., et al., (2013)], observaron las mismas tendencias de reducción de EMA con la deformación de aleaciones a base Fe. Esto hecho se explica ya que al aumentar la deformación plástica aumenta la densidad de dislocaciones junto con un aumento en la interacción entre las PDs y las dislocaciones. La interacción entre las PDs y las dislocaciones parece más fuerte para las PDs de 180°, que para las PDs de 90°.

O'Sullivan D., et al (2004), desarrollaron técnicas de detección de EMA y RMB para caracterizar muestras de acero inoxidable ferrítico AISI 430 deformadas plásticamente y tratadas térmicamente. Estos resultados fueron comparados con la dureza, la coercitividad y la tensión residual. Demostraron que la EMA y el RMB disminuían con el aumento de la deformación permanente del material. Ellos explican los resultados en términos de los diferentes mecanismos que afectan las interacciones dislocación-PD. En esta Tesis, en la CNEA, la EMA fue medido para cada deformación pero retirando la probeta de la máquina de tracción en cada etapa.

Piotrowski et al (2009, 2010 y 2011) estudiaron la EMA para la evaluación no destructiva de los niveles de deformación plástica en diferentes muestras sometidas a tracción. Observaron que varias de las propiedades magnéticas y magnetoacústicas de los materiales sometidos a deformación plástica por tracción, se comportaban de manera diferente. En cuanto a la EMA, observaron las mismas tendencias de su reducción, aunque su cambio no era monótono con la deformación, por eso no es posible utilizar su intensidad como medida de deformación, aunque se podría intentar utilizar la separación de picos de EMA como parámetro útil, o la separación entre los picos obtenidos al incrementar y disminuir el campo de magnetización. Una característica importante de esos parámetros es que en todos los materiales investigados se observa un aumento monótono de dicha separación.

Kikuchi H., et al (2011), investigaron las características de acero laminados de bajo contenido de C, a través de la EMA. Utilizaron para el análisis de las señales el RMS y la media móvil. Para deformaciones de hasta 10 %, los valores tendieron a aumentar gradualmente debido al aumento de la densidad de dislocaciones. Por encima del 10 %, disminuyen a medida que la generación del proceso de bloqueos forman pequeñas estructuras de células de dislocaciones y enredos, por lo que es cada vez más difícil mover las PDs

Pochapsky Y., et al (2012), diseñaron un sistema de medición de EMA (MAE-1L), que pudiera emplearse para establecer las correlaciones entre los parámetros de la señal y los parámetros del material, permitiendo una evaluación fiable de la condición física de las estructuras y equipos de materiales ferromagnéticos.

Klym B., et al., (2013), Skalsky et al. (2013), emplearon el sistema de medición MAE-1L y observaron una reducción de la intensidad de la EMA con la deformación en aleaciones a base de Fe. La reproducibilidad de las mediciones relacionadas con la región elástica fue muy alta. Además, fue muy alta la sensibilidad de los parámetros de EMA al esfuerzo elástico. En cuanto a la región plástica, exhibió mayor dispersión de los parámetros de la EMA, siendo la sensibilidad al nivel de deformación plástica bastante baja. Las mediciones de EMA presentadas demostraron que el método de EMA era alentador para evaluar en forma no destructiva partes de equipos plásticamente dañadas, pero debería encontrarse unos parámetros de la señal más sensible, que diferenciara entre la deformación elástica segura y la deformación plástica.

3.4 Modelos de EMA

Sablik M. J. y Augustyniak B. (2000), desarrollaron el primer modelo fenomenológico para la dependencia del campo magnético con la EMA. Ng et al. (1996), desarrollaron una ecuación en términos de la frecuencia con la ecuación sugerida originalmente de Kusanagi et al. (1979) El promedio de voltaje de la EMA sobre un período de τ .

$$V_{EMA} = \frac{C}{\tau} \int \delta E \frac{dB}{dt} n(H) dt \quad (3.12)$$

donde δE es el cambio de energía elástica por sitio emisor, C es una constante, y $n(H)$ es el número de sitios emisores donde el campo magnetización cambia de H a $H + dH$. Ng et al. sugirieron que V_{EMA} estaba formada por dos contribuciones, uno debido a la emisión del movimiento de las PDs y el otro debido a las emisiones procedentes de la nucleación o de la aniquilación de las PDs. Estos dos tipos de emisiones tienen dependencias diferentes con la frecuencia f . El voltaje total de la señal V_{EMA} está dado por dos contribuciones:

$$V_{tot} = ((V'_{PD})^2 + (V'_{NA})^2)^{1/2} \quad (3.13)$$

donde V'_{PD} es debido al movimiento de las PDs y V'_{NA} es debido a la nucleación y aniquilación de los dominios. En la siguiente ecuación describen la dependencia de frecuencia (f) observada experimentalmente

$$V_{tot} = B_{max} \sqrt{\frac{\rho}{\pi\mu}} (C_{PD}^2 f + C_{NA}^2)^{1/2} \quad (3.14)$$

donde B_{max} es la densidad del máximo flujo, C_{PD} es un parámetro dependiente del material debido al movimiento de las paredes, C_{NA} es un parámetro dependiente del material debido al proceso de nucleación y aniquilación de dominios, ρ es la resistividad eléctrica y μ es la permeabilidad media.

Teniendo en cuenta las corrientes de Foucault y los tipos de emisiones llegaron finalmente a la ecuación de la EMA dependiendo del campo

$$V_{EMA}(H) = B_{max} \sqrt{\frac{\mu(H)\rho}{\pi}} \left\{ [\gamma_{PD}(H)]^2 f + [\gamma_{NA}(H)]^2 \right\}^{1/2} \quad (3.15)$$

Los coeficientes $\gamma_{PD}(H)$ y $\gamma_{NA}(H)$ son dependientes del campo ya que son proporcionales a $n_{PD}(H)$, número de sitios activos debido a la emisión de las PDs en movimiento, y $n_{NA}(H)$, número de sitios debido al proceso de nucleación y aniquilación de dominios.

El principio básico de este modelo es que todos los fenómenos de EMA pueden ser interpretados en términos de tres picos. El pico central es asociado por la EMA generado por el movimiento de las PDs, que es principalmente el movimiento de las paredes de 180° que alcanza su punto máximo en $H = H_c$ (campo coercitivo). Los dos picos laterales se deben a la nucleación y aniquilación de las PDs, alcanzando un máximo en los campos correspondientes a las "rodillas" ($R1$ y $R2$) de la curva de magnetización en $-H_{R1}$ y $H_{R2} > H_c$. Las "rodillas" pueden ser encontradas determinando dónde la permeabilidad está cambiando más rápidamente. La permeabilidad fue calculada a partir de la formulación desarrollada por Sablik y Jiles (1993). En muchos casos el pico central esta enmascarado por los picos laterales y pareciera que hubiera dos picos. En otros casos los picos laterales son enmascarados por el pico central y así aparece un solo pico. En otros casos los tres picos se visualizan claramente.

3.5 Referencias

Ahmadzade Beiraki E., Mazinani M. and Kashefi M., *Examination of Barkhausen noise parameters for characterisation of strain-induced martensitic transformation in AISI 304 stainless steel*, Insight, V. 58, N° 6, 2016.

Alessandro B., Beatrice C., Bertotti G.I, and Montorsi A.; *Domain-wall dynamics and Barkhausen effect in metallic ferromagnetic materials*, J. Appl. Phys., V. 68, pp. 2901–2915, 1990.

Alessandro B., Bertotti G., Montorsi A.; *Phenomenology of Barkhausen effect in soft ferromagnetic materials*, Journal de physique, Colloque C8, Supplement au N° 12, Tome 49, 1988.

Altshuler T. W., 180° Degree Domain Walls as a Source of Magnetoacoustic Emission, Submitted to the Physics Department in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Doctor of Philosophy at the Massachusetts Institute of Technology, august 1993.

Anglada Rivera J, Padovese L. R., Capó Sánchez J.; *Magnetic Barkhausen noise and hysteresis loop in commercial carbon steel: influence of applied tensile stress and grain size*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 231, Issues 2–3, pp. 299–306, 2001.

Augustyniak B., Chmielewski M., Piotrowski L., Kowalewski Z.; *Comparison of Properties of Magnetoacoustic Emission and Mechanical Barkhausen Effects for P91 Steel After Plastic Flow and Creep*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 44, Issue: 11, pp. 3273 – 3276, 2008.

Augustyniak B., Piotrowski L., Chmielewski M. Kosmas K., And Evangelos H.; *Barkhausen noise properties measured by different methods for deformed Armco samples*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 46, N° 2, pp. 544-547, 2010.

Augustyniak M.; Augustyniak B.; Sablik M.; Sadowski W., *The Finite Element Method Simulation of the Space and Time Distribution and Frequency Dependence of the Magnetic Field, and MAE*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 43, Issue: 6, pp. 2758 – 2760, 2007

Baiotto R., Gerhardt G., Fukuhara M., Yonamine T. And Missell F. P., *Barkhausen noise and magnetic properties of plastically deformed silicon steels*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 46, N° 2, pp. 294-297, 2010.

Bhattacharya D. K., *Magnetic NDT for the Characterization of Industrial Materials*, *Materials Characterization Techniques, Principles and Applications*, Eds: G. Sridhar, S. Ghosh Chowdhury & N. G. Goswami NML, Jamshedpur-831007, pp. 210-227, 1999.

Blaow M, Evans J. T, Shaw B. A., *The effect of microstructure and applied stress on magnetic Barkhausen emission in induction hardened steel*, Journal of material Science, V. 42, Issue 12, pp. 4364-4371, 2007.

Braga Maria G. G., *Análise das respostas magnéticas exibidas pelo aço de grão não orientado (GNO) e grão orientado (GO) após carregamento cíclico por cisalhamento*, Dissertação de Mestrado, Belo Horizonte 2015.

Branco Da Silva J. P. M., *Estudo Sobre o Ruído Originado pela Magnetostricção em Transformadores de Potência*, Mestrado Integrado em Engenharia Electrotécnica e de Computadores Major Energía, Universidade do Porto, Brasil, 2015.

Buttle D. J., *Barkhausen and Magneto-acoustic Emission from Ferromagnetic Materials*, A thesis submitted for the degree of Doctor of Philosophy at Oxford University, 1986.

Buttle D. J., Scruby C. B., Briggs G. A. D and. Jakubovics J. P, *The measurement of stress in steels of varying microstructure by magnetoacoustic and barkhausen emisión*, Proceedings of the royal society, Lond. A. 414, pp. 469-497, 1987.

Campos M. A., *Metodos magneticos nao-destructive para caracterizacao elasto plastic em chapas de acos carbon*, Tese apresentada a escola Politecnica da Universidade de Sao Paulo, para obtencao do titulo de Dutor em Engenharia, 2012.

Capó Sanchez J., Alberteris Campos M., Padovese L. R, *Magnetic Barkhausen measurements for evaluating the formation of Lüder bands in carbon steel*, NDT&E International, V. 40, N° 2, pp. 520-524, 2007.

Capó Sánchez J., Pérez Benitez J. A., Padovese L. R., Serna Giraldo C., *Dependence of the magnetic Barkhausen emission with carbon content in commercial steels*, Journal of Materials Science, V. 39, Issue 4, pp. 1367–1370, 2004.

Capó Sánchez J., Pérez-Benitez J., Padovese L. R., *Analysis of the stress dependent magnetic easy axis in ASTM 36 steel by the magnetic Barkhausen noise*, NDT&E International, V. 40, pp. 168–172, 2007.

Capó Sanchez J., Serna Giraldo C., Padovese L. R., *Utilización del Efecto Barkhausen en el Análisis Estructural De Muestras de Acero al Carbono*, II National Congreso of Mechanical Engineering, CONEM 2002.

Caldas Morgan, M, Padovese L. R., *Fast detection of the magnetic easy axis on steel sheet using the continuous rotational Barkhausen method*, NDT & E International, V. 45, Issue 1, pp. 148-155, 2012.

Cheng K., *The dependence of Barkhausen Emisión on the Microestructure of Steel Plate*, thesis submittes the Master of Philosophy in Physic, Departament of Physicsm The Chinese University of Hong Kong, 1997.

Chikazumi S. *Physics of Ferromagnetism*, Translation editor: C. D. Graham Second Edition, 1997.

Clapham L., Heald C., Krause T., Atherton D. L., Clark P., *Origin of a magnetic easy axis in pipeline steel*, Journal of Applied Physics, V. 86, N° 3, 1999.

Cullity B. D., *Introduction to Magnetic Materials*, Universidad of Notre Dame, 1972.

Da Silva Júnior S. F., Mattar Neto M., Barreto Cruz R. J., *The Use of Magnetic Barkhausen Noise Analysis for Mechanical Stresses Evaluation*, MG, Proceedings of 8th International Congress of Mechanical Engineering COBEM, Ouro Preto, 2005.

Da Silva Júnior. S. F., *Determinação de Tensões em Materiais Estruturais Pelo Ensaio Magnetoelástico*, Tese apresentada para obtenção do grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear-Reatores, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia Associada à Universidades de São Paulo, 2005.

D'Amato C., Verdu C., Kleber X., Regheere G., Vincent A., *Characterization of Austempered Ductile Iron Through Barkhausen Noise Measurements*, Journal of Nondestructive Evaluation, V. 22, Issue 4, pp 127–139, December 2003.

De C. Antonio P. P., de Campos M. F., Da S. Dias F., Alberteris Campos M., Capo-Sanchez J. and Padovese L. R., *Sharp Increase of Hysteresis Area Due to Small Plastic Deformation Studied With Magnetic Barkhausen Noise*, IEEE transactions on Magnetism, V. 50, N° 4, 2014.

De Paula Dias A. R., *Avaliação de Transformações Microestruturais em um Aço Inoxidável Superdúplex UNS S32760 sob diferentes condições de resfriamentos e Uso da Técnica do Ruído Barkhausen como Ferramenta de Inspeção*, Trabalho de Diplomação, Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul, 2011.

Deveci M., *Nondestructive determination of case depth by Barkhausen noise method*, Master of Science Thesis, Tampere University of Technology, 2016.

Dhar A. J., Clapham L. And Atherton D. L., *The Influence of Pearlite On Magneto-Acoustic Emission In Plain Carbon Steels*, Acta Metall, Materials, V. 41, Nº 1, pp. 199-204, 1993

Dhar A., Clapham L., Atherton D. L., *Influence of uniaxial plastic deformation on magnetic Barkhausen noise in steel*, NDT & E International, V.34, pp. 507-514, 2001.

Dhar A., Jagadish C. and Atherton D. L., *The effect of sample size on magneto-acoustic emission*, NDT International, V. 24, Nº 1, pp. 15-19, 1991.

Edwards C., Palmer S. B., *The effect of stress and sample shape on the magnitude and frequency of magnetomechanical acoustic emission*, Journal of the Acoustical Society of America, V. 82, pp. 534–544, 1987.

Fei S., *Methodology for the Stress Measurement of Ferromagnetic Materials by Using Magneto Acoustic Emission* Experimental Mechanics, V. 54, pp.1431–1439, 2014.

Filipusi D., *Análisis de Señales de Emisión Acústica y su Relación con Fuentes y Sensores*, UTN Facultad Regional Delta, 2012.

Gallego Molina, A. y Martínez Gonzales, E., *Emisión Acústica, Niveles I y II Ensayos No Destructivos*, Editorial FUND. CONFEMETAL, 2015.

Gatelier-Rothea C, Chicois J, Fougères R, Fleischmann P, *Characterization of pure iron and (130 p.p.m.) carbon-iron binary alloy by Barkhausen noise measurements: study of the influence of stress and microstructure*, Acta Materialia, V. 46, Nº 14, pp. 4873–4882, 1998.

Gauthier J., Krause T. W., Atherton D. L., *Measurement of residual stress in steel using the magnetic Barkhausen noise technique*, NDT & E International, V. 31, No. 1, pp. 23-31, 1998.

Gómez M. P., *Estudio de las Señales de Emisión Acústica Generadas en el Corte de Metales. Aplicación a Procesos de Taladrado*, Tesis de Doctorado, IT Sabato, UNSAM CNEA, 2011.

Gómez M. P., *Fundamentos de la Emisión Acústica*, 2015.

Hyde, T. R., Evans, J. T., Shaw, B. A., *Effect of Stress and Heat Treatment on Magnetic Barkhausen Emission in Case Carburized Steels*, Materials Evaluation, V. 58, Nº 8, pp. 985-990, 2000.

Jagadish, C.; Clapham, L.; Atherton, D. L., *The effect of stress and magnetic field orientation on surface Barkhausen noise in pipeline steel*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 26, Nº 1, pp. 262-265, 1990.

Jiles D. C., *Dynamic of Domain Magnetization and the Barkhausen Effect*, Czechoslovak Journal of Physics, Nº 8, pp. 893-988, 2000.

Jiles D. C., *The effect of stress on magnetic Barkhausen activity in ferromagnetic steels*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 25, Nº 5, 1989.

Jiles D.C., Atherton D. L., *Theory of The Magnetization Process In Ferromagnets And Its Application To The Magnetomechanical Effect*, Journal of Physics D-Applied Physics, V. 17, N° 6, pp.1265-128, 1984.

Kameda J., Ranjan R., *Nondestructive evaluation of steels using acoustic and magnetic Barkhausen signals-I., Effect of carbide precipitation and hardness*, Acta Metallurgica, V. 35, pp. 1515 -1526, 1987.

Kameda J., Ranjan R., *Nondestructive evaluation of steels using acoustic and magnetic Barkhausen signals-II, Effect of intergranular impurity segregation*, Acta Metallurgica, V. 35, pp. 1527 -1531, 1987.

Kaplan M., Gü C. H., Erdogan M., *Characterization of Dual-Phase Steels Using Magnetic Barkhausen Noise Technique*, Journal of Nondestructive Evaluation, V. 26, Issue 2, pp 79–87, 2007.

Kikuchi H, Matsumura K., Fujiwara T., Ara K., Kamada, S. Kobayashi Y., *Magnetoacoustic Emission Characteristics on Cold Rolled Low Carbon Steel*, Journal of Physics: Conference Series 266, V. 12055, pp. 1-5, 2011.

Kikuchi H., Ara K., Kamada Y., and Kobayashi S., *Characteristics of Barkhausen Noise Properties and Hysteresis Loop on Tensile Stressed Rolled Steels*, Journal of Magnetism, V.16, N° 4, pp. 427-430, 2011.

Kleber X, Hug-Amalric A & Merlin J, *Evaluation of the Proportion of Phases and Mechanical Strength of Two-Phase Steels Using Barkhausen Noise Measurements: Application to Commercial Dual-Phase Steel*, Metallurgical and Materials Transactions A, V. 39, pp. 1308–1318, 2008.

Klym B., Skalsky V., Basarab R. and Hirnyj S., *Magnetoacoustic Emission during Deformation of Steel*, 2013.

<http://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/esis/ECF19/schedConf/presentations>

Koo K.M., Yau M. Y., Ng Dickon H.L., Lo C. C. H., *Characterization of pearlite grains in plain carbon steel by Barkhausen emission*, Materials Science and Engineering: A, V. 351, Issues: 1–2, pp. 310–315, 2003.

Kostin V. N., Filatenkov D. Y., Chekasina Y. A., Vasilenko O. N., and. Serbin E. D., *Features of Excitation and Detection of Magnetoacoustic Emission in Ferromagnetic Objects*, Acoustical Physics, V. 63, N° 2, pp. 237–244, 2017.

Krause T. W., Clapham L., Pattantyus Andras, and Atherton David L., *Investigation of the stress-dependent magnetic easy axis in steel using magnetic Barkhausen noise*, Journal of Applied Physics, V. 79, pp. 4242-4252, 1996.

Krause, T. W.; Makar, J. M.; Atherton, D. L., *Investigation of the magnetic field and stress dependence of 180° domain wall motion in pipeline steel using magnetic Barkhausen noise*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 137, pp. 25-34, 1994.

Kusanagi H. and Kimura H., Sasaki H., *Stress effect on the magnitude of acoustic emission during magnetization of ferromagnetic materials*, J. Appl. Phys., V. 50, N° 4, pp. 2985-2987, 1979.

Kwun, H., *Investigation of the dependence of Barkhausen noise on stress and the angle between the stress and magnetization directions*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 49, N° 3, pp. 235-240, 1985.

Lindgren M & Lepistö T, *Application of a novel type Barkhausen noise sensor to continuous fatigue monitoring*, NDT&E International, V. 33, pp. 423–428, 2000.

Lo C. C. H., Scruby C. B. and Smith G. D. W., *Dependences of magnetic Barkhausen emission and magnetoacoustic emission on the microstructure of pearlitic steel*, Philosophical Magazine, V. 84, N°18, 1821–1839, 21 June 2004.

López Pumarega, M. I., *Estudio de la Emisión Acústica Generada por Deformación en Tubos*, sus Fuentes y Características, Fac. Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires, 1999.

Lordache, V. E., Hug, E., Buiron, N., *Magnetic behaviour versus tensile deformation mechanisms in a non-oriented Fe-(3wt %) Si steel*, Materials Science and Engineering: A, V. 359, Issues: 1–2, pp. 62–74, 2003.

Mc Michael R. D., Swartzendruber L. J., and Bennett L. H., *Langevin approach to hysteresis and Barkhausen jump modeling in steel*, Journal of Applied Physics, V. 73, pp. 5848-5850, 1993.

Mészáros I., *Complex Magnetic Investigation of Ferritic Stainless Steel*, Materials Science Forum, V. 473-474, pp 231-236, 2005.

Meszaros L., Kaldor M., Hidasi B., Vertes A., and Czako-Nagy I., *Micromagnetic and mössbauer spectroscopic investigation of strain-induced martensite in austenitic stainless steel*, Journal of Materials Engineering and Performance, V. 5, N° 4, pp. 538–542, 1996.

Mierczak L.; Jiles D. C; Fantoni G., *A New Method for Evaluation of Mechanical Stress Using the Reciprocal Amplitude of Magnetic Barkhausen Noise*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 47, N° 2, 2011

Mieza J. I., *Rotura Diferida Inducida por Hidruros en Zr-2,5 Nb*, Tesis de Doctorado, IT Sabato, UNSAM CNEA, 2008.

Mitra A., Srivastava P. K., de, Bhattacharya D.K., *Ferromagnetic properties of deformation-induced martensite transformation in AISI 304 stainless steel*, Metallurgical and Materials Transactions A, V. 35, pp. 599-605, 2004.

Moorthy V., Shaw B.A., Day S., *Evaluation of applied and residual stresses in case-carburised En36 steel subjected to bending using the magnetic Barkhausen emission technique*, Acta Materialia, V. 52, pp. 1927–1936, 2004.

Moorthy V., Vaidyanathan S., Baldev Raj, Jayakumar T., Kashyap B. P., *Insight into the microstructural characterization of ferritic steels using micromagnetic parameters*, Metallurgical and Materials Transactions A, V., Issue 4, pp 1053–1065, 2000.

Moorthy V., Vaidyanathan S., Laha K., Jayakumar T., Bhanu Sankara Rao K., Raj Baldev, *Evaluation of microstructures in 2.25Cr-1Mo and 9Cr-1Mo steel weldments using magnetic Barkhausen noise*, Materials Science and Engineering, V. 231, pp. 98–104, 1997.

Ng D. H. L., Cheng K., Cho K. S., Ren Z. Y., Ma X. Y., and Chan S. L. I., *Nondestructive Evaluation of Carbon Contents and Microstructures in Plain Carbon Steel Bars by Barkhausen Emisión*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 37, N° 4, 2001.

Nishihara H., Taniguchi S., Maeda H., Oguro I., Harada M., Ogino T., Matsumoto S., Shindo Y., and Ohtsuka N., *The effect of mechanical stress on Barkhausen noises from heat treated nickel plates*, 12th A-PCNDT 2006, Asia Pacific Conference on NDT, 5th-10th Nov 2006.

Olszewska A., Witos F., *Identification of Acoustic Emission Signals Originating From The Core Magnetization Of Power Oil Transformer*, Archives of Acoustics, V. 41, N° 4, pp. 799–812, 2016.

Ono K. and Shibata M., *Magnetomechanical acoustic emission of iron and steels*, ONR Technical Report N° 79-01, Materials Department School of Engineering and Applied Science University of California Los Angeles, California 90024, 1979.

Ono K., *Magnethomechanical acoustic emission- A review, Progress in Acoustic Emission III*, The Japanese Society of NDI, pp. 200-212, 1986.

Pérez Benitez J. A., Capó Sánchez J., Anglada Rivera J., Padovese L.R., *A model for the influence of microstructural defects on magnetic Barkhausen noise in plain steels*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 288, pp. 433–442, 2005.

Pérez Benitez J. A., Capó-Sánchez J., and Padovese L. R., *Long-range field effects on magnetic Barkhausen noise*, Physical Review B 76, 024406, 2007

Piotrowski L., Augustyniak B. Chmielewski M., Tomas I., *The influence of plastic deformation on the magnetoelastic properties of the CSN12021 grade Steel*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 321, pp. 2331–2335, august 2009.

Piotrowski L., Augustyniak B., Chmielewski M., Hristoforou E. V., And Kosmas K., *Evaluation of Barkhausen noise and magnetoacoustic emission signals properties for plastically deformed Armco iron*, IEEE TransactionsoOn Magnetism, V. 46, N° 2, pp. 239-242, 2010.

Piotrowski L., Augustyniak B., Chmielewski M.; Kowalewski Z., *Possibility of Application of Magnetoacoustic Emission for the Assessment of Plastic Deformation Level in Ferrous Materials*, IEEE Transactions on Magnetism, V. 47, Issue: 8, pp. 2087 – 2092, 2011.

Pochapskyy Y., Hirnyj S., Klym B., Skalsky V.,and Builo S., *System MAE-1L for Magnetoacoustic Emission Diagnostics of Structural Materials*, <https://www.researchgate.net/publication/287950981>, 2012.

Prabhu Gaunkar N., *Magnetic hysteresis and Barkhausen noise emission analysis of magnetic materials and composites*, Master of Science, Iowa State University, 2014.

Ranjan R., Jiles D. C., Buck O., and. Thompson R. B, *Grain size measurement using magnetic and acoustic Barkhausen noise*, J. Appl. Phys. V. 61, N° 8, pp.3199-3201, 1987.

Rao B. P. C., Jayakumar T., Raj B. Arnold W., *Non-destructive Characterisation of Martensite in AISI type 304 Stainless Steel using Squid and MBN Methods*, Journal of Non destructive Evaluation, V. 21, N° 1, 2001.

Rodriguez J. L., Perez Benitez J. A, and Capo-Sanchez J., Padovese L. R., Re. Betancourt Riera, *Nondestructive inspection of plastic deformation in commercial carbon steels using magnetic Barkhausen noise*, Revista Mexicana de Fisica, V. 54, pp. 51– 53, 2008.

Ruiz A. A, *Ruido Barkhausen y Emisión Magneto Acústica: Desarrollo de un Sistema de Medición y Aplicación a la Caracterización Microestructural y al Estado de Tensiones*, Master Tesis, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, abril 2005.

Sablik M. J. and Augustyniak B., *Modeling the magnetic field dependence of magnetoacoustic emission*, Materials Evaluation, V. 58, pp. 655–660, 2000

Sakamoto H., Okada M., and Homm M., *Pheoretical analysis of -usen noise in carbon steels*, IEEE Transactions on Magnetism, V. Mag-23, N° 5, 1987.

Santa Aho S., *Barkhausen Noise Method for Hardened Steel Surface Characterization, The Effect of Heat Treatments, Thermal Damages and Stresses*, Thesis for the degree of Doctor of Science in Technology, Tampere University of Technology, 9th of November 2012.

Saquet O., Chicois J., Vincent A., *Barkhausen noise from plain carbon steels: analysis of the influence of microstructure*, Materials Science and Engineering: A, V. 269, N° 1–2, pp. 73–82, 30 august 1999.

Shibata M and Ono K., *Magnetomechanical acoustic emission, A new method for non-destructive stress measurement*, NDT International, V. 14, N° 5 , pp. 227-234, 1981.

Siwik D., *Study of the use of micromagnetic Barkhausen noise in the evaluation of the corrosion resistance in a superduplex steel*, Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.

Skalsky V. R., Hirnyj S. I., Basarab R. N., Lviv, Ukraine, *Nondestructive evaluation of pipelines: magnetoacoustic diagnostic of deformation*, Oil and Gas Business: electronic scientific journal, N° 5, 2013.
<http://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/esis/ECF19/paper/view/9154/5918>.

Sorsa, A., *Prediction of material properties based on non-destructive Barkhausen noise measurement*, Doctoral dissertation, University of Oulu Graduate School, Acta Universitatis Ouluensis, 2013.

Stefanita C. G., From Bulk to Nano, *The many sides of magnetism*, Springer Series in Materials Science, 2008.

Stewart D.M., Stevens K.J., Kaiser A.B., *Magnetic Barkhausen noise analysis of stress in steel*, Current Applied Physics, V. 4, Issues 2–4, pp. 308–311, 2004.

Strand D. J., *Barkhausen noise analysis and ferromagnetic materials*, U.S ARMY Materials Technology Laboratory, 1989.

O'Sullivan D., Cotterell M., Tanner D. A., Mészáros I., *Characterisation of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques*, NDT & E International V. 37, N° 6, pp. 489–496, 2004.

O'Sullivan D. Cotterell M., *Machinability of austenitic stainless steel SS303*, Journal of Materials Processing Technology, N° 124 pp. 153–159, 2002.

O'Sullivan D., Cotterell M., Meszaros I., *The characterisation of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques*, NDT&E International, V. 37, pp. 265–269, 2004.

Torres Pupo C., Perez Benitez J. A., *Influencia del tamaño de grano en el ruido magnético de Barkhausen en los aceros AISI/SAE 1005- 1070*, Revista Cubana de Física, V. 26, pp. 251-256, 2009.

Volkers R., *The influence of dislocations on magnetic properties in steel Magnetisation curve and magnetic Barkhausen effect in relation to deformation and recovery in C-Mn and IF steel*, Department: Materials Science and Engineering, Delft University of Technology, 2008.

Wilson J. W., Tian G.T.; Moorthy V.; Shaw B. A., *Magneto-Acoustic Emission and Magnetic Barkhausen Emission for Case Depth Measurement in En36 Gear Steel*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 45, N° 1, pp. 177 – 183, 2009.

Xiong E., Zhao N., Yan Z., Yang L., He H., *Magnetic Nondestructive Testing Techniques of Constructional Steel*, MATEC Web of Conferences 43, 03002, 2016.

Yamaura S., Furuya Y., Watanabe T., The effect of grain boundary microstructure on Barkhausen noise in ferromagnetic materials, *Acta Materialia*, V. 49, Issue 15, pp. 3019–3027, 2001.

Yardley V. A., Magnetic Detection of Microstructural Change in Power Plant Steels, This dissertation for the degree of Doctor of Philosophy at the University of Cambridge, 2003.

Yuehuang X., Gongtian S., Ying G., Jing L., Yuwu Y. and Fengmu D., An investigation on magnetoacoustic emission of ferromagnetic materials with 180° magnetic domain walls, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, V. 127, pp. 169-180, 1993.

Zapperi S. and Cizeau P., Durin G., Stanley H. E., Dynamics of a ferromagnetic domain wall: Avalanches, depinning transition, and the Barkhausen effect, *Physical Review B*, V. 58, N° 10, pp. 6353-6366, 1998.

Zergoug M., Barkat O., Kamel G., Barkhausen noise model of microdefect characterization, www.ndt.net - 3rd MENDT - Middle East Nondestructive Testing Conference & Exhibition, Bahrain, Manama, 27-30 november 2005.

4. Sistema de medición y procesamiento de las señales

Resumen: en este Capítulo se describe el funcionamiento del sistema de medición de RMB y EMA, utilizado en los experimentos reportados en esta Tesis. Se describe, la disposición experimental y el procedimiento para la adquisición de las señales y la descripción de los métodos empleados para su estudio y análisis.

4.1 Sistema de medición

El sistema de medición empleado en las técnicas de RMB y EMA está representado por el diagrama de bloques mostrado en la Figura 4.1. El sistema consta de un generador de potencia, que produce una señal, luego amplificada por un amplificador de potencia y posteriormente aplicada a un solenoide que produce un campo magnético sobre la muestra colocada en su interior. Para detectar la señal de RMB, se utiliza una pequeña bobina sensora que muestra la variación de la FEM inducida por el movimiento de las PDs de la muestra ferromagnética. Esta última señal luego es amplificada con un “amplificador de Ruido Barkhausen” y luego todos los datos son registrados en un osciloscopio digital.

En el caso de la EMA para registrar las ondas elásticas generadas por el RMB, se emplean sensores piezoeléctricos que detectan las pequeñísimas oscilaciones en la superficie del material. Estas señales necesitan ser preamplificadas y amplificadas para luego ser registradas en el osciloscopio. Para tener un mejor contacto acústico entre el sensor piezoeléctrico y la superficie de la muestra se usa una sustancia acoplante.

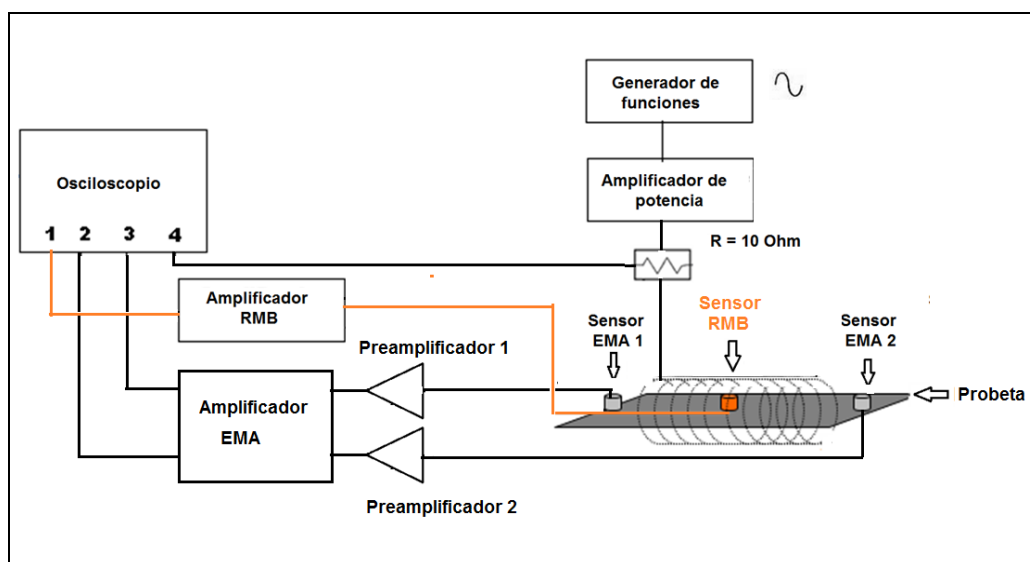


Figura 4.1. Esquema del sistema de medición de RMB y EMA.

A continuación se hace una descripción más detallada de los equipos que componen el sistema de medición.

- a) **Generador de funciones:** se utilizó uno Marca Lecroy, Modelo ARB Studio 1102. Fue utilizado para producir ondas de excitación senoidal con una frecuencia determinada. En la Figura 4.2 a) se muestra una fotografía del generador de funciones y en b) una imagen de la pantalla desde donde se controlan sus parámetros de funcionamiento.

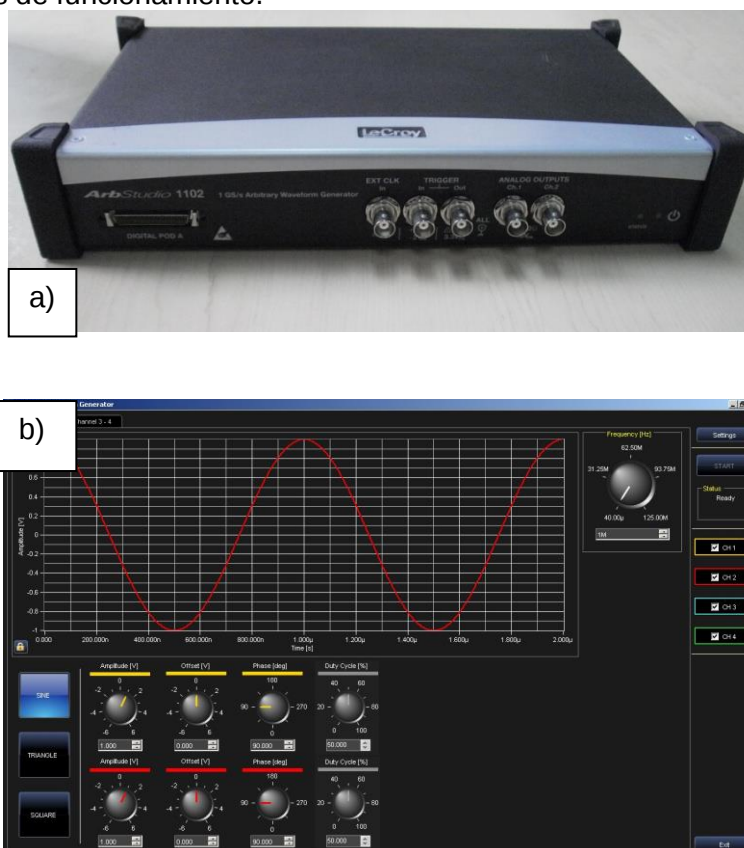


Figura 4.2. a) Fotografía del generador de funciones, b) Imagen de la pantalla del programa que comanda el generador de funciones.

- b) **Amplificador de potencia:** fue desarrollado especialmente en el Laboratorio del del Grupo ICES-Ondas Elásticas, específicamente para amplificar la corriente de excitación magnética, con una potencia máxima de 60 Watts y capaz de responder a bajas frecuencias (ver Figura 4.3). La ganancia del amplificador se establece mediante el giro del “helipot”, con su valor numérico. En la Tabla 4.1 se indica las equivalencias en dB para cada tipo de ensayo.



Figura 4.3. Fotografía del amplificador de potencia.

Tabla 4.1. Ganancia del amplificador de potencia para la corriente de excitación magnética.

Posición "helipot"	Entrada (V)	Salida (V)	Ganancia (dB)	Tipos de ensayo
6	1,5	6,1	15,7	Medición de RMB y EMA, Material 1.
6	1	3,4	10,6	Medición de RMB y EMA, Material 2, placas rectangulares.
6	1	3,4	10,6	Medición de anisotropía magnética (RMB), Material 2, probeta "cuasi cuadrada".
6	1,5	6,1	15,7	Medición de RMB y EMA, Material 2 (aceros inoxidables ferríticos), probetas de ensayo de tracción.
3	1	3,7	11,4	Medición de anisotropía magnética (RMB), Material 2 (aceros inoxidables ferríticos), probetas de ensayo de tracción uniaxial.
6	1,5	6,1	15,7	Medición de RMB, probetas de ensayo de tracción, Material 3 (acero inoxidable austenítico).

- c) **Bobinas excitadoras:** para producir el campo magnético de excitación apropiado a cada tipo de ensayos, se construyeron tres bobinas. Dos de ellas tienen la configuración típica de un yugo y la otra es una bobina solenoidal. Los valores de resistencia e impedancia de todas las bobinas se indican al final de este apartado.

- Yugo 1:** de Fe-Si, en forma de "U", con un bobinado alrededor de 1000 vueltas de alambre de Cu de 0,5 mm de diámetro. Este yugo fue usado tanto en el estudio de la anisotropía magnética del Material 1 (acero A 508 clase II) como para el Material 2 (aceros inoxidables ferríticos). En la Figura 4.4 se muestran fotografías del yugo 1, indicando sus dimensiones.

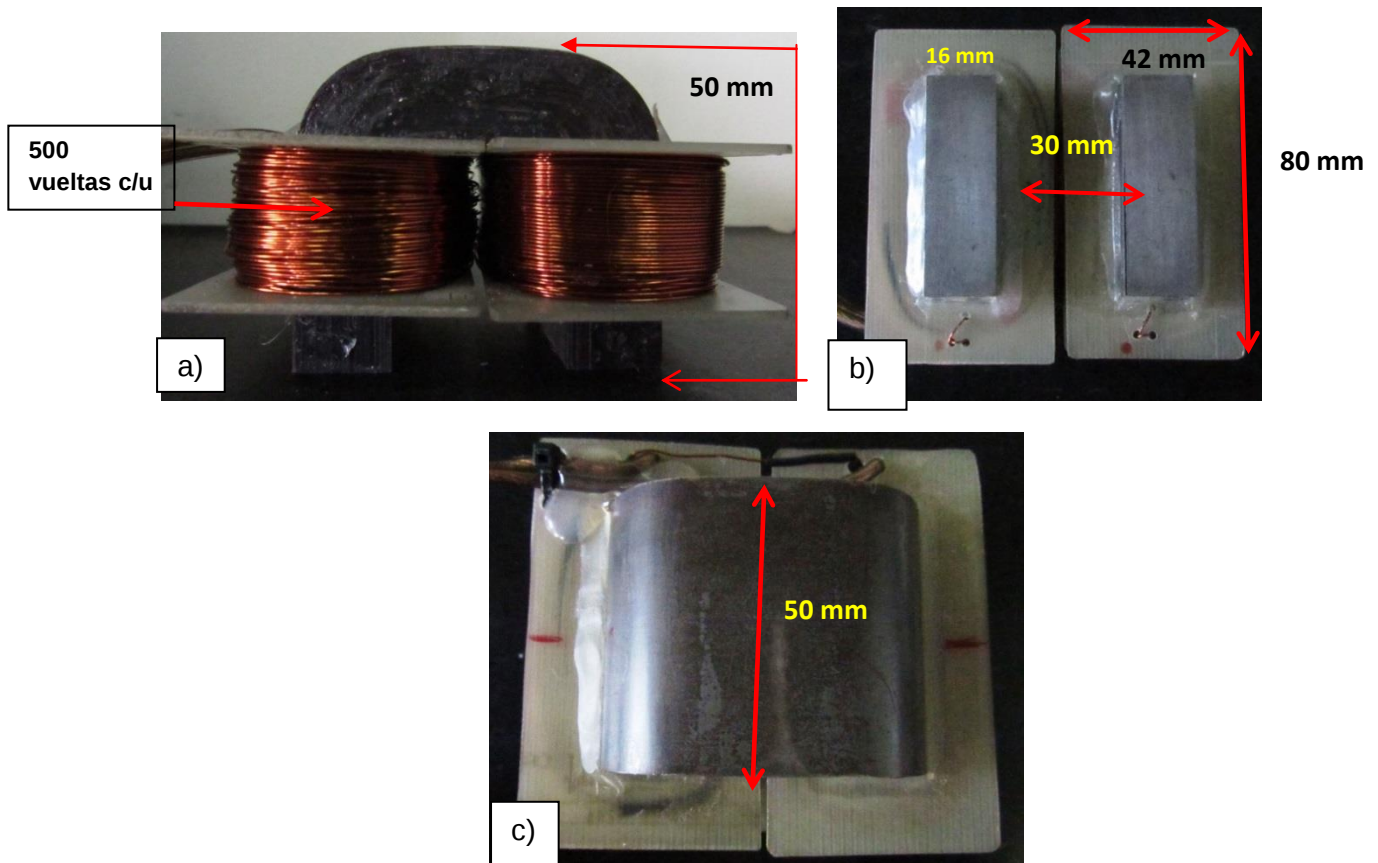


Figura 4.4. Fotografía del yugo 1, a) vista del bobinado, b) vista inferior, c) vista superior. Se indican también sus dimensiones.

2. **Yugo 2**, fue construido específicamente para la medición de la anisotropía magnética en las probetas de ensayo de tracción uniaxial. El núcleo contiene 1400 vueltas de alambre de Cu de 0,8 mm de diámetro. Tanto el yugo como la bobina sensora ubicada entre sus "patas" fueron incluidos en una resina plástica, dentro de una carcasa de aluminio para facilitar su manipulación. En la Figura 4.5 se muestra las fotografías de este yugo, indicándose sus dimensiones.

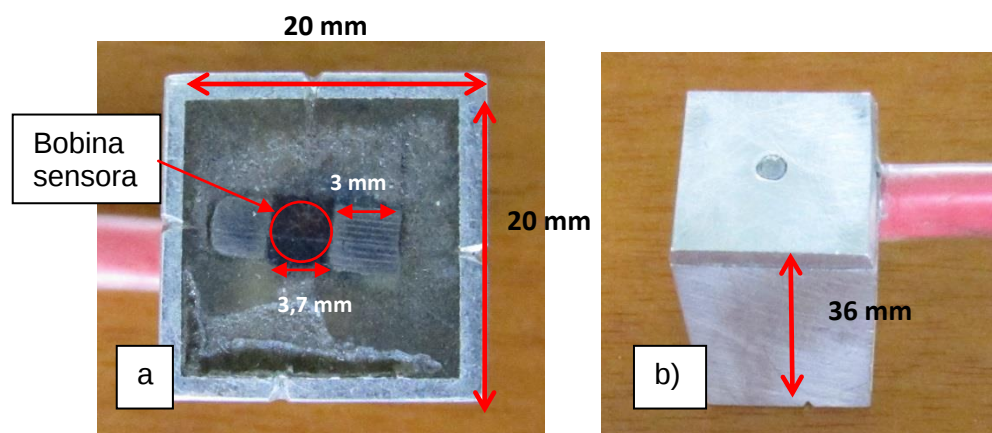


Figura 4.5. Fotografías del Yugo 2, a) vista inferior con la bobina sensora, b) vista externa del conjunto.

3. **Solenoide**, se enrollaron 1500 vueltas de alambre de Cu esmaltado sobre un cilindro de acrílico 180 mm de longitud y 100 mm de diámetro externo, con derivaciones cada 250 vueltas. En todos los casos sólo se empleó el bobinado de un total de 500 vueltas. En la Figura 4.6 se muestra una fotografía del solenoide, indicando sus dimensiones.

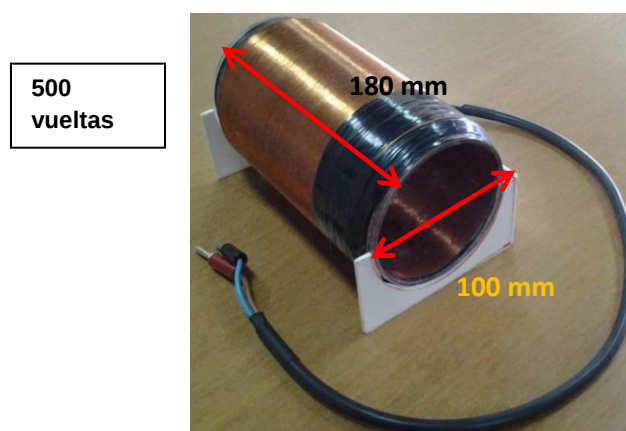


Figura 4.6. Fotografía del la bobina solenoidal, indicándose sus dimensiones.

En la Tabla 4.2 se resumen las principales características de cada una de las bobinas excitadoras. Se indican los valores de Resistencia, Impedancia e Inductancia, medidas en Laboratorio con el medidos LCR Agilent U1733C para una frecuencia mínima de 100 Hz.

Tabla 4.2. Principales características de los bobinados de excitación magnética.

	Nº de vueltas	Diametro del alambre de Cu (mm)	Resistencia (Ω)	Impedancia (Ω)	Inductancia (mH)
Yugo 1	1000	0,5	15,92	103,02	162,03
Yugo 2	1400	0,8	131,01	138,23	70,21
Solenoide	500	0,8	7,87	10,59	11,27

- d) **Bobina Sensoras:** para sensar el RMB producido por la excitación magnética, se construyeron dos bobinas diferentes.

- i) **Bobina Sensora 1:** se construyó sobre un carretel de teflón, con 2000 vueltas de alambre fino de Cu esmaltado, con diámetro de 0,05 mm. La impedancia de la bobina se midió con el Solartron SI 1260 Impedance/Gain-Phase Analyzer, perteneciente al Departamento de Micro y Nanotecnología, CAC, CNEA. En la Figura 4.7 se muestra, en a) una fotografía de esta bobina y en b) su curva de impedancia. Se observa que la máxima respuesta se obtiene en 80 KHz, dentro del rango del amplificador empleado (ver Figuras 4.7 b) y 4.8 b)).

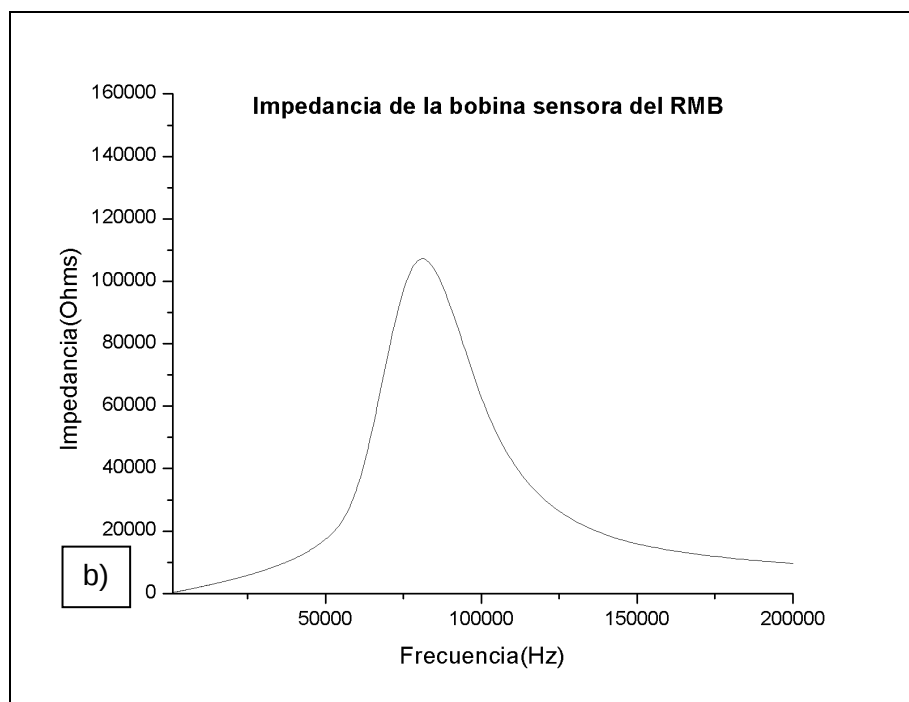
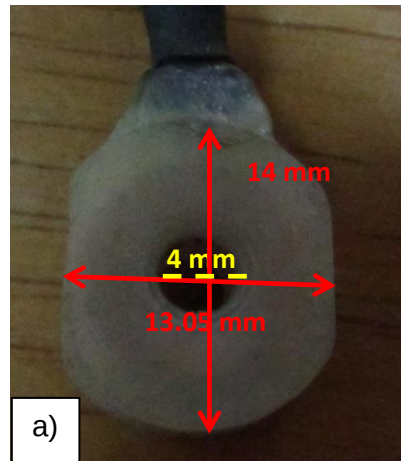


Figura 4.7. a) Fotografía de la Bobina Sensora 1, b) curva de impedancia en función de la frecuencia.

ii) **Bobina Sensora 2:** fue construida sobre un “carretel” de vaquelita de 3 mm de diámetro 10 mm de alto, con 400 vueltas de alambre esmaltado de Cu, de 0,05 mm diámetro. Luego fue incluida en resina entre las “patas” del Yugo 2, y dentro de una carcasa de aluminio, ésto se puede apreciar en la Figura 4.5.

e) **Amplificador del RMB:** se utilizó un amplificador de bajo ruido, de dos etapas, cada una fabricada con un amplificador operacional. La ganancia puede ser de 0 a 650 veces, indicándose con un “helipot” de 10 vueltas. En la Figura 4.8 a) se muestra una fotografía de amplificador de RMB y en b) su gráfico de respuesta en frecuencia. En la Tabla 4.3 se indica los valores de ganancia del amplificador de RMB empleado en cada tipo de ensayo.

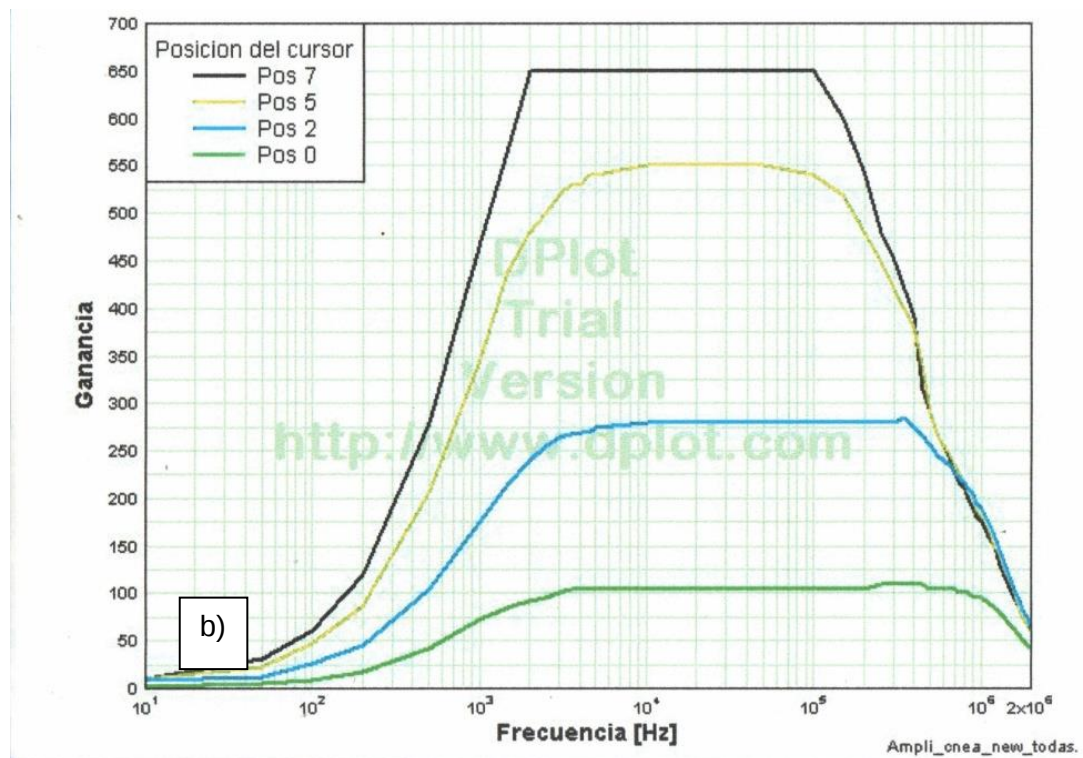


Figura 4.8. a) Fotografía del amplificador de Barkhausen, b) Muestra la respuesta en frecuencia de la posición del cursor del amplificador.

Tabla 4.3. Ganancia del amplificador de RMB.

Posición “helipot”	Ancho de banda (kHz)	Ganancia (dB)	Tipos de ensayo
5	3-200	55	Medición de RMB y EMA, Material 1.
5	3-200	55	Medición de RMB y EMA, Material 2, placas rectangulares.
5	3-200	55	Medición de anisotropía magnética (RMB), Material 2, probeta “cuasi cuadrada”.
4,6	3-200	54	Medición de RMB y EMA, Material 2 (aceros inoxidables ferríticos), probetas de ensayo de tracción.
3	3-300	52	Medición de anisotropía magnética (RMB), Material 2 (aceros inoxidables ferríticos), probetas de ensayo de tracción uniaxial.
3	3-300	52	Medición de RMB, probetas de ensayo de tracción, Material 3 (acero inoxidable austenítico).

f) Conversor tensión - corriente: a través de una resistencia de 10 Ohm de alta precisión con 1 % de error y alta potencia para soportar la potencia generada por el “amplificador de potencia”, permite medir la corriente de excitación en los bobinados. La construcción de este equipo se desarrolló en la CNEA en el Grupo de Ondas Elásticas. En la Figura 4.9 se muestra una fotografía.



Figura 4.9. Equipo conversor tensión – corriente.

- g) **Equipo de EMA:** se utiliza para amplificar la señal detectada por el sensor piezoeléctrico de EA y fue construido en CNEA. En la Figura 4.10 se muestra la fotografía de equipo. Consta de dos canales con ganancia manual entre 0 dB y 60 dB y bajo ruido. Como la mayoría de los amplificadores de EA, alimenta con 24 V de tensión continua al preamplificador a través del mismo cable que recoge la señal. La salida amplificada se conecta al osciloscopio para digitalizar y registrar las señales.



Figura 4.10. Amplificador de E A.

- h) **Sensores de EA:** contruidos con cerámicos piezoeléctricos, detectan el movimiento de la superficie producido por las ondas elásticas y convierten este tipo de señal en un voltaje eléctrico. Después, la señal (en forma de voltaje) es amplificada con ayuda de un preamplificador y amplificador, asegurándose su detección. Son de dos tipos: de banda ancha y resonante (ver Figura 4.11). Además existen con y sin pre amplificador incorporado. En esta Tesis se utilizó un sensor de banda ancha Modelo AE65 y uno resonante (150 kHz) con pre amplificador incorporado, modelo PAC R15I-AST S/N DN32. En la Figura 4.12 se muestra las imágenes digitalizadas de las curvas de calibración de los dos sensores.



Figura 4.11. Sensores piezoeléctricos a) de banda ancha y b) resonante con preamplificador incorporado.

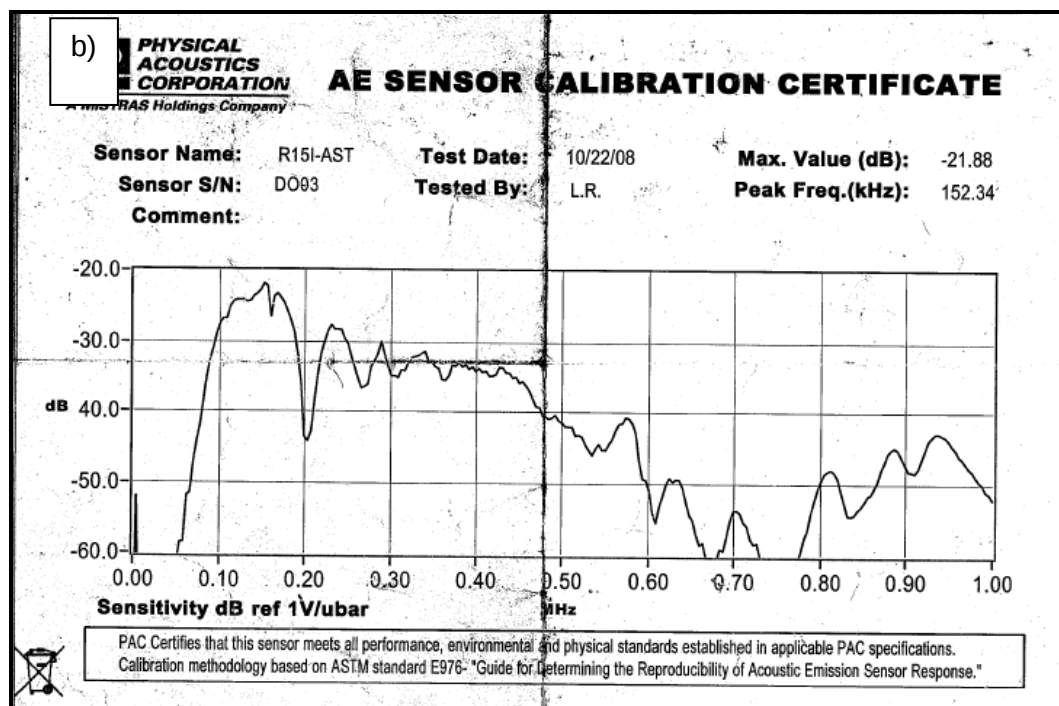
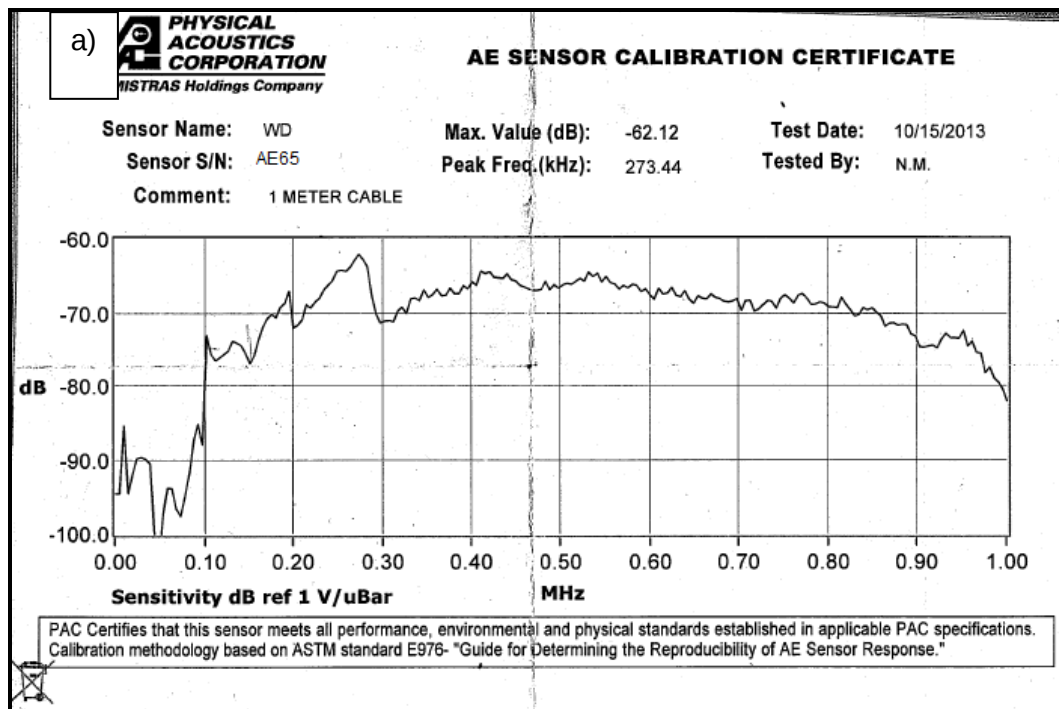


Figura 4.12. Curvas de calibración de los sensores piezoeléctricos a) de banda ancha y b) resonante.

i) **Preamplificador:** se utilizó un preamplificador diferencial Marca PAC, Modelo 2/4/6 para amplificar las señales captadas por el sensor de banda ancha (ver Figura 4.13). Sus características específicas son:

Ancho de banda: 20 kHz a 1,2 MHz.

Selección manual de ganancias: 20 dB, 40 dB, 60 dB. Se trabajó con 60 dB.



Figura 4.13. Fotografía del preamplificador utilizado para el sensor piezoeléctrico.

- j) **Elemento acoplante:** se usó para mejorar la transferencia de las señales entre el transductor piezoeléctrico y la pieza a estudiar. Los acoplantes que se usan normalmente son: agua, glicerina, grasa de vacío, etc. Para los ensayos de EMA de esta Tesis se empleó vaselina.
- k) **Soporte de sujeción de probetas para tracción uniaxial:** se fabricaron dos soportes de acero no magnético, con el objetivo de poder sujetar la probeta a la máquina de tracción de manera firme. Así se posibilitó que las probetas ensayadas, pudieran ser posicionadas al mismo tiempo en la parte central del solenoide, mientras se ejercía la tracción, ver Figura 4.14.

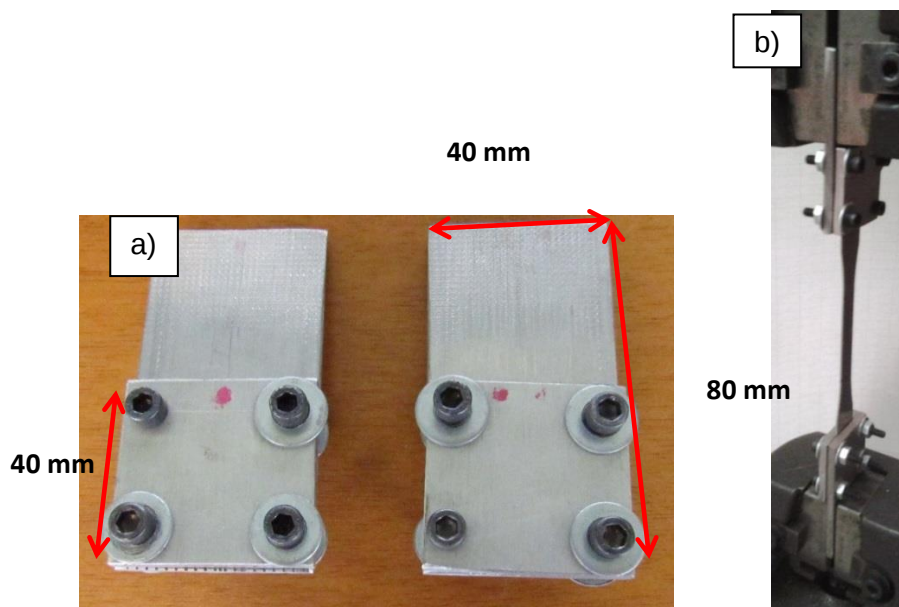


Figura 4.14. a) Soporte de sujeción de probetas para tracción uniaxial, b) probeta con los soportes en la máquina de tracción.

- l) **Elemento para sostener las probetas de tracción en ensayos de RMB y EMA:** se fabricó un soporte plástico para poder ubicar las probetas con los sensores de RMB y EMA en el centro del solenoide (zona de mayor campo magnético uniforme). En la Figura 4.15 se muestra el soporte y la ubicación de la probeta y los sensores.

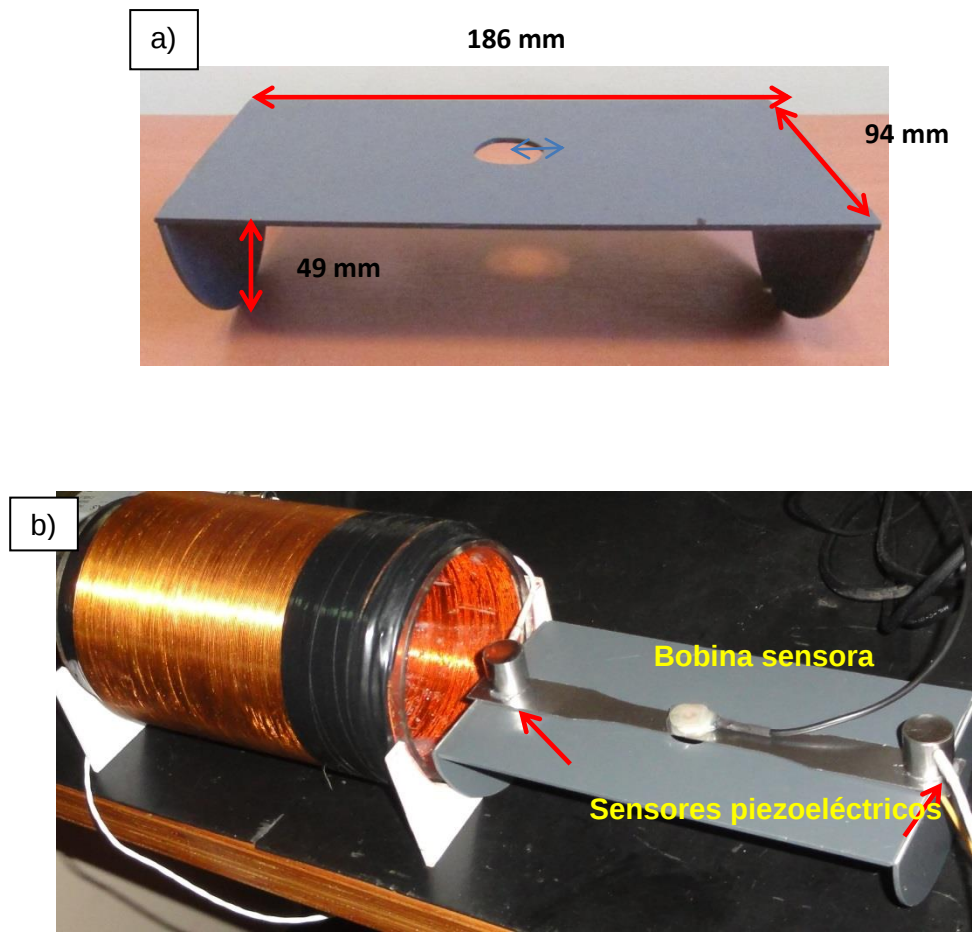


Figura 4.15. a) Fotografía del soporte indicando sus dimensiones; b) ubicación de la probeta y los sensores, antes de ser introducida en el solenoide.

k) **Osciloscopio:** se utilizaron dos osciloscopios, uno digital Marca LeCroy Modelo WaveRunner 44 MXi de cuatro canales, y otro PicoScope 4227 controlado mediante una PC. El osciloscopio realiza la captura de las señales, las digitaliza y las almacena. El PicoScope se utilizó para los ensayos del Material 3 (AISI 304) y el LeCroy fue utilizado para los demás ensayos. En la Figura 4.16 se muestra una fotografía de cada uno y en la Tabla 4.4, se indican algunas de sus especificaciones.



Figura 4.16. Fotografía de los osciloscopios: a) LeCroy WaveRunner y b) PicoScope 4227.

Tabla 4.4. Algunas de las especificaciones de los osciloscopios.

Osciloscopio	Ancho de banda (MHz)	Frecuencia máxima de sampleo (MS/s)	Resolución (Bits)	Máximo número de canales
Lecroy	CC - 400	5000	8	4
PicoScope 4227	CC - 100	250	12	2

m) **Transformador aislador:** este equipo se construyó en CNEA para minimizar en los equipamientos utilizados, los ruidos de la red eléctrica disponible. Utiliza un transformador 220/220 que en medio de sus devanados tiene una placa de Cu conectada a tierra, además cuenta con un filtro de línea. En la Figura 4.17 se muestra la fotografía del equipo.



Figura 4.17. Fotografía del transformador aislador y filtro de línea

4.2 Procesamiento de señales

El procesamiento de las señales de RMB y EMA, se puede realizar por diferentes métodos de análisis de señales. Comúnmente se procesan las señales para obtener algunos parámetros cuantitativos y cualitativos para poder relacionar sus valores con otras propiedades analizadas en los ensayos. Los parámetros más comunes son el valor RMS, la función RMS, la energía, y la envolvente de la señal.

Los parámetros principales en la configuración del osciloscopio son: número de puntos, período y frecuencia de sampleo. En los ensayos en los que se midieron simultáneamente el RMB y la EMA se utilizó una frecuencia de sampleo de 2,5 MS/s. Como la frecuencia máxima para el RMB es de 500 KHz y para la EA es de 1 MHz, se tiene en cuenta la frecuencia mayor. El teorema de Nyquits afirma que la frecuencia de muestreo, debe ser mayor que el doble de la frecuencia más alta en la señal medida. Por tal motivo se utilizó una frecuencia de digitalización de 2,5 MS/s.

Sin embargo, el espectro de las señales del RMB, se ve limitado por las características de ganancia-frecuencia del amplificador específico. Los espectros de las señales de EMA están afectados por las ganancias del preamplificador y del amplificador. Los datos de todas las señales se almacenaron en archivos tipo "txt" para su posterior procesamiento.

Para disminuir el ruido electrónico de las señales, también se pueden usar filtros digitales apropiados a las técnicas estudiadas. Para el RMB se utilizó un filtro pasabanda de tipo Butterworth. Sobre la señal de RMB ya filtrada se puede realizar una variedad de análisis. En la Figura 4.18, se muestra el RMB sin filtrar, para dos ciclos de excitación del campo magnético externo, definiéndose como “bucle” a uno de los pulsos de la señal del RMB.

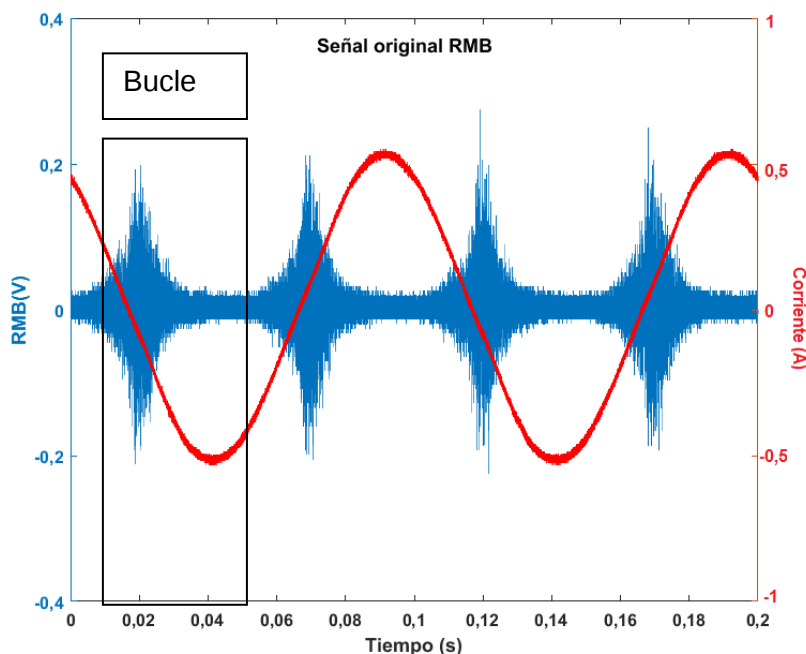


Figura 4.18. Señal de RMB en función del tiempo

Para la EMA se probaron varios filtros. Como se observó que en todos los casos, se perdía información al realizar el análisis espectral, se decidió analizarlas tal como fueron registradas. En la Figura 4.19 se muestra la señal de EMA para dos ciclos de excitación del campo magnético externo.

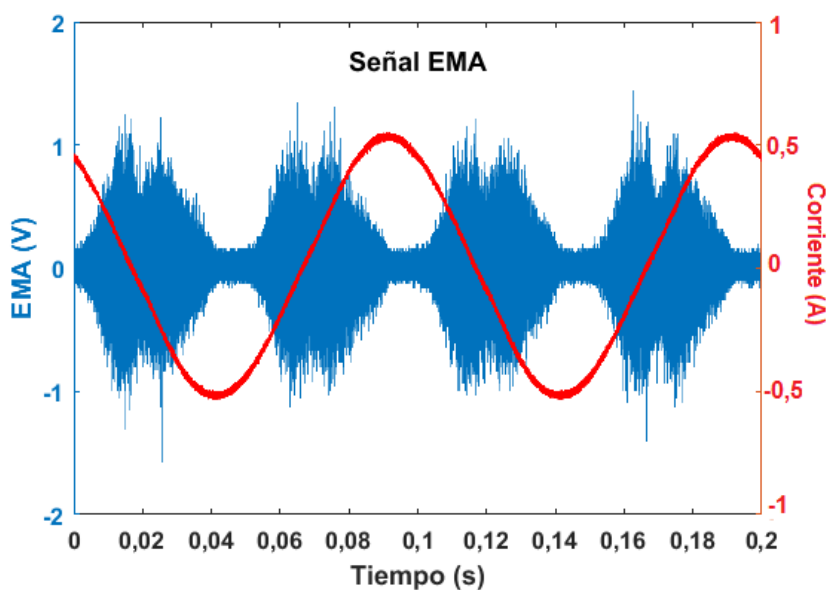


Figura 4.19. Señal de EMA en función del tiempo.

El análisis del RMB y la EMA, se realizaron a partir de la función RMS de cada una de las señales. Se computó mediante la implementación de un código en

MatLab, calculando el Valor RMS en una pequeña ventana móvil que se desplazaba sobre toda la señal, la unión de esos Valores, representa la función RMS, siendo la ventana móvil una pequeña fracción de la cantidad total de puntos de la señal. La cantidad de puntos de la ventana se define según el fenómeno que se estudia. Dependiendo de la ventana se obtiene una curva más o menos suavizada.

A partir de la función RMS, para un ciclo de excitación se calcularon los siguientes parámetros:

1. Amplitud del pico máximo: valor promedio de amplitud máxima entre los dos bucles del ciclo.
2. Posición del pico: es el valor medio de la suma de los valores absolutos de corriente en la ubicación de los dos picos máximos.
3. Valor cuadrático medio (RMS): promedio del valor RMS entre los dos bucles.

Para el análisis de estos parámetros se tuvo en cuenta el RMB para un ciclo de excitación (dos “bucles”). También se estudió como variaban los picos con la deformación. En las Figuras 4.20 y 4.21, se muestra la forma de la función RMS para el RMB y la EMA en función del Tiempo y la Corriente, calculada con una ventana móvil de 2000 puntos.

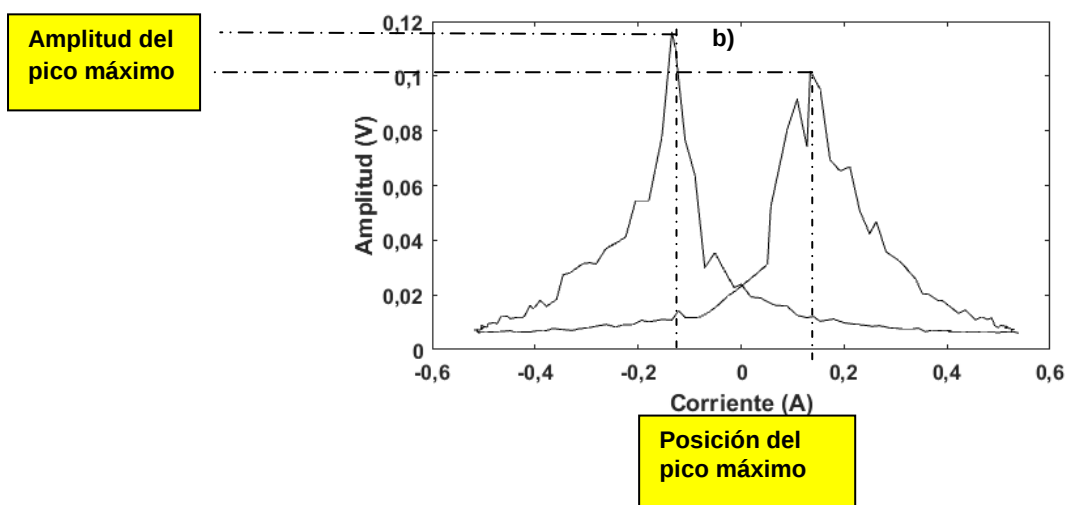
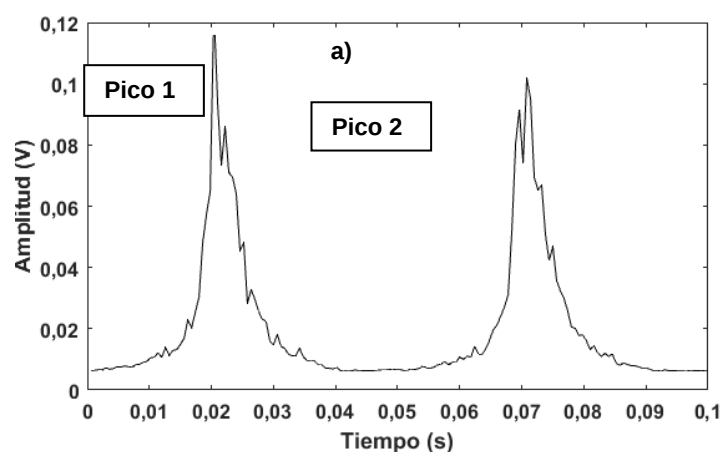


Figura 4.20. Función RMS del RMB en función de: a) tiempo, b) corriente, para un ciclo de excitación.

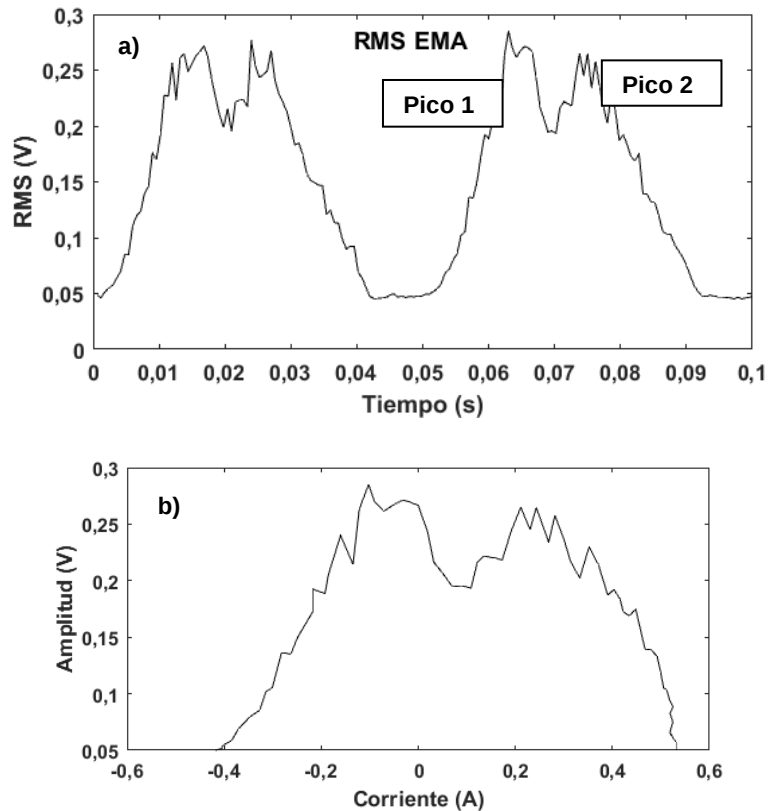
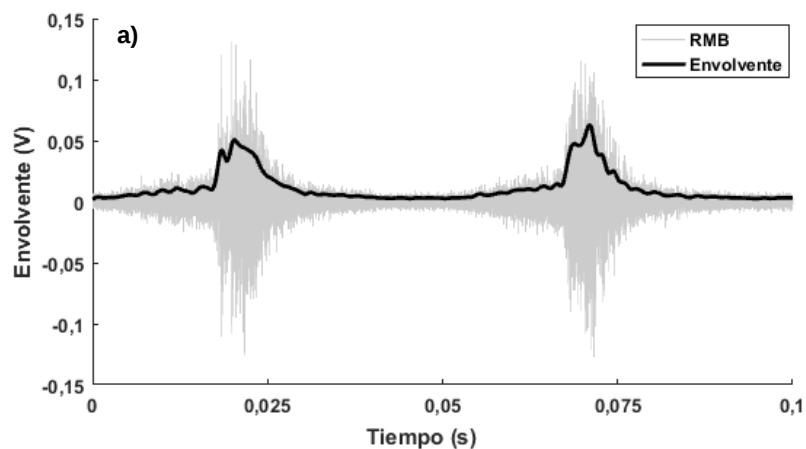


Figura 4.21. Función RMS de la EMA: a) en función del tiempo, para un ciclo de excitación; b) en función de la corriente para medio ciclo de excitación.

Otro análisis que se suele realizar es a través de la Envolvente de la señal. La forma de describir la Envolvente es mediante la curva obtenida al unir secuencialmente en la parte positiva de la señal, todos los máximos de los picos consecutivos. El proceso matemático de obtención de la Envolvente comienza con el cálculo del cuadrado de la señal, para dejar toda la información en la parte positiva del gráfico. Posteriormente la señal es decimada y mediante el uso de un filtro paso-bajo, sus componentes de alta frecuencia son descartados.



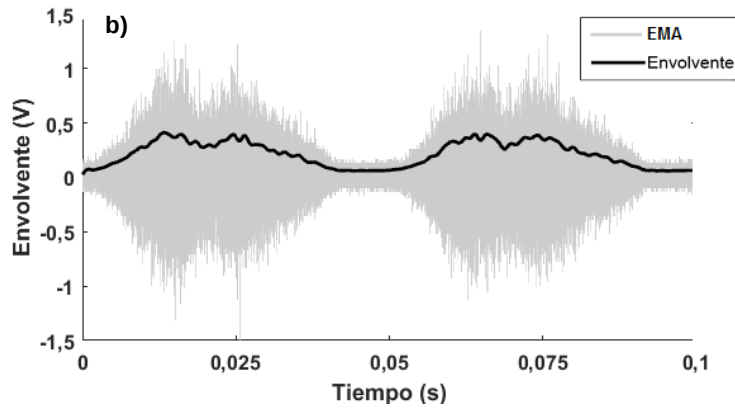


Figura 4.22. Envolvente de a) RMB vs. tiempo, b) EMA vs. tiempo, un ciclo de excitación.

Para estudiar las diferencias o similitudes entre las señales, se procedió a hacer un análisis estadístico, después de disminuir la influencia del ruido mediante el filtrado.

A partir de la función RMS de medio ciclo de excitación, se calcularon los siguientes parámetros estadísticos: Valor medio, valor RMS, Kurtosis, Skewness, Máximo y Energía:

- a) Valor medio ($\bar{x}$): es la media aritmética de todos los valores de la muestra. Su expresión matemática es:

$$\bar{x} = 1/n \times \sum_{i=1}^n x_i \quad (4.1)$$

donde:

x_i es el valor del elemento i-ésimo

n es el tamaño de la muestra.

- b) Valor cuadrático medio ($Valor_{RMS}$): la raíz cuadrada del valor cuadrático medio en voltaje de las señales a lo largo del tiempo y está definido por:

$$Valor_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{T} \int_0^T V_i^2(t) dt} [V] \quad (4.2)$$

donde:

V_i es el valor de voltaje medido en un determinado instante;

t es el intervalo de tiempo entre los puntos consecutivos;

T es el periodo de la señal.

- c) Coeficiente de Asimetría o “Skewness” (S): es una medida de la asimetría de la curva de distribución de una variable, respecto del valor medio. Un valor negativo

indica una asimetría hacia la izquierda, un valor positivo indica una asimetría hacia la derecha. Su expresión matemática es:

$$S = 1/n \times \left[\sum_{i=1}^n \{ ((x_i - \bar{x}) / \sigma)^3 \} \right] \quad (4.3)$$

d) Coeficiente de Apuntamiento o “Kurtosis” (K): es una medida del aplanamiento de la curva de distribución, cuanto más lentamente tienda a cero la distribución, tanto más grande será este coeficiente. Su expresión matemática es:

$$K = 1/n \times \left[\sum_{i=1}^n \{ ((x_i - \bar{x}) / \sigma)^4 \} \right] - 3 \quad (4.4)$$

e) Energía (E), está definida por la siguiente expresión:

$$Energía = \sum_i^n \left(\int_0^{T_i} V_i^2(t) dt \right) \quad (4.5)$$

Otro aspecto importante a tener en cuenta en el análisis de señales es su comportamiento en frecuencia. El análisis espectral describe la distribución de la potencia en función de la frecuencia contenida en una señal, basada en un conjunto finito de datos. En términos generales, la manera de estimar la Densidad de Potencia Espectral (PSD) de un proceso es encontrar la Transformada de Fourier Discreta (DFT) y tomar el cuadrado de la magnitud del resultado. Esta estimación es llamada Periodograma.

El método propuesto por Welch divide la señal temporal en segmentos (que pueden solaparse), se halla el periodograma enventanado a cada segmento y se promedian las PSD estimadas. En la Figura 4.23, se muestra la densidad espectral de potencia de una señal de RMB.

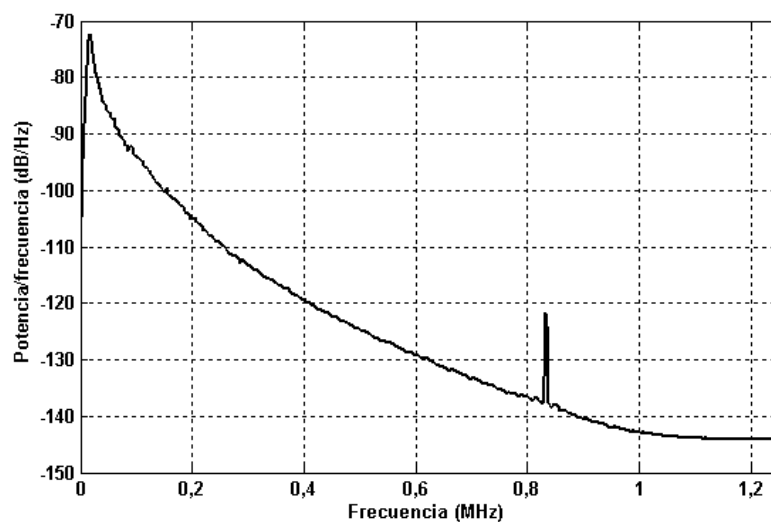


Figura 4.23. Densidad espectral de potencia de una señal de RMB.

5. Material 1: acero de baja aleación de recipiente de presión

Resumen: en el siguiente Capítulo se realiza una breve descripción del material, composición química, caracterización metalúrgica, dureza, espectroscopía de energía dispersiva, técnica de impresión de Baumann y análisis de textura. El material se analizó utilizando técnicas de RMB y EMA y sus resultados se compararon con los estudios realizados previamente.

5.1 Material 1: acero de recipiente de presión de un reactor nuclear

La vasija a presión constituye el componente estructural de los reactores nucleares de mayor importancia desde el punto de vista de la seguridad, debido a su misión de contención del núcleo radioactivo. Se trata, además, de un elemento virtualmente insustituible. Por ello, es prioritario conocer la composición química del material, el método de fabricación, la condición metalúrgica, las temperaturas de diseño y de operación. Todos estos factores influyen en la resistencia mecánica del material base y las soldaduras de la vasija de presión durante la irradiación neutrónica. Por lo tanto, en la evaluación del comportamiento de una vasija de presión deben tenerse en cuenta todos éstos parámetros. En primera instancia la irradiación provoca endurecimiento y disminución de la resistencia a la deformación de los aceros y soldaduras. Tras la operación a largo plazo también se tiene en cuenta un componente no endurecedor en la fragilización originada por el aumento de la fragilidad térmica y/o los efectos de la transmutación y la precipitación.

La Central Nuclear Presidente Perón (ex Atucha I), cuya construcción se inició en el año 1968, y fue puesta en régimen en el año 1974, fue la primera instalación nuclear de América Latina destinada a la producción de energía eléctrica. El reactor es del tipo PHWR (reactor de agua pesada presurizada), es refrigerado y moderado con agua pesada (D_2O) y emplea uranio levemente enriquecido al 0,85 %. El núcleo del reactor está compuesto de 252 posiciones con canales refrigerantes. Dentro de cada uno de ellos se alojan los elementos combustibles que contienen el uranio en forma de pastillas de dióxido de uranio (UO_2) sinterizado.

Comenzó a funcionar entregando una potencia de 357 MW con una tensión de 220 kV al Sistema Argentino de Interconexión. En 2012 gracias a nuevas inversiones en el marco del "Plan Nuclear Argentino", aumentó su potencia bruta de 357 MW a 362 MW. Actualmente cuenta con una potencia eléctrica bruta de 363 MW eléctricos y emplea mezcla de U (0,72 %) y U levemente enriquecido al 0,85 % [CNEA 2017].

En esta Tesis se estudió el RMB y la EMA en el acero forjado de baja aleación: 22NiMoCr37 A 508 Clase II, utilizado en el recipiente de presión en la Central Nuclear Presidente Perón (ex Atucha I). Las determinaciones experimentales se complementaron con un estudio macrográfico de sulfuros y el análisis de la textura del material. El análisis de estos resultados permite determinar las conexiones entre la anisotropía magnética, la textura y la microestructura del material. Los resultados también mostraron la existencia de algunos problemas relacionados con la indicación del eje principal del trabajado mecánico (forjado) provisto por el fabricante.

5.2 Descripción del material

La muestra utilizada no sufrió ningún proceso de irradiación y fue resguardada como material testigo del recipiente de presión. Fue obtenida de una sección correspondiente a la posición 31.3 (ver Figura 5.1), construida por forja con posterior tratamiento térmico. La dirección principal de deformación durante el proceso de forjado fue indicada en la probeta (ver Figura 5.2). Las dimensiones de la probeta son: 130 mm, 115 mm y 58,4 mm de espesor. En la Tabla 5.1 se muestra la composición química del acero A 508 Clase II [Ruiz A. A., 2005].

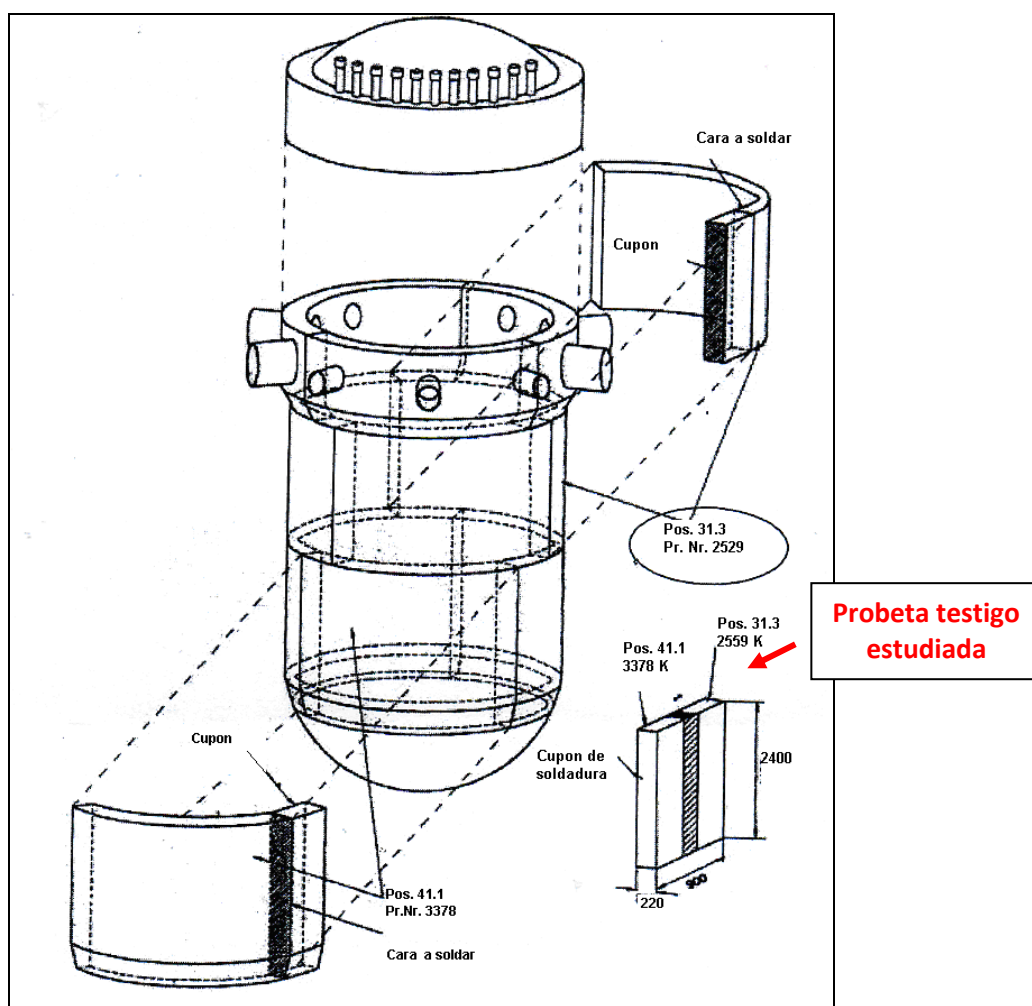


Figura 5.1. Posición del anillo estudiado en el recipiente del reactor nuclear.

Tabla 5.1. Composición química, acero A 508 Clase II, en % en peso.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Cu
0,19	0,21	0,70	0,009	0,10	0,41	0,62	0,81	0,05	0,12



Figura 5.2. Fotografía del bloque estudiado indicando el sentido de conformado.

Las técnicas experimentales aplicadas en este Capítulo ya fueron previamente explicadas en el Capítulo 1. Aquí se presentan los detalles técnicos, los resultados obtenidos y su correspondiente discusión.

5.2.1 Caracterización metalográfica

La caracterización metalográfica se realizó en el Laboratorio de Ensayo de Materiales, Unidad de Actividad de Materiales, Gerencia de Área de Energía Nuclear, CNEA. Para poder realizar el estudio de la caracterización metalúrgica y la determinación experimental de la orientación del conformado de la probeta, se siguieron especificaciones indicadas en las Normas donde se recomiendan las técnicas para la preparación de las superficies metalográficas [ASTM E-3, E-1351-01]. Una vez realizada la preparación de la superficie a estudiar se reveló la microestructura siguiendo las especificaciones [ASTM E-407]. La superficie fue preparada con papeles abrasivos de hasta 600 y posteriormente se pulió con pasta de diamante de 6 μm y 1 μm .

5.2.2 Mediciones de dureza

Los ensayos de Dureza Vickers, se realizaron en el mismo Laboratorio de CNEA ya citado. Se hicieron mediciones de Microdureza Vickers (HV), utilizando un microdurómetro Marca Leitz Wetzlar, Germany Modelo 733977, con una carga de 100 g, siguiendo las especificaciones de la Norma [ASTM E-384-10]. Se dividió el bloque en 24 zonas angulares, con un incremento de 15°. El valor de 0° se consideró paralelo a la dirección de forjado indicada con una flecha blanca (ver Figura 5.3). Se obtuvo un promedio de tres mediciones de dureza en cada punto de la circunferencia de radio 35 mm. Los valores medios variaban entre 244 HV y 278 HV, con un error estimado de 5% [Arnaldo G., Montero G.; 2012].

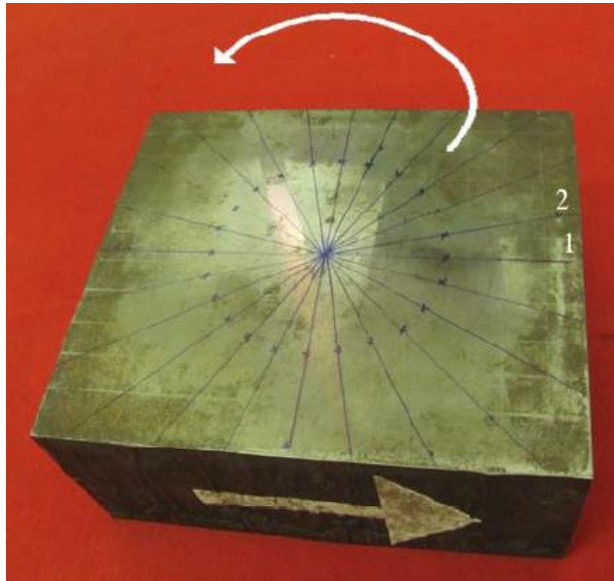
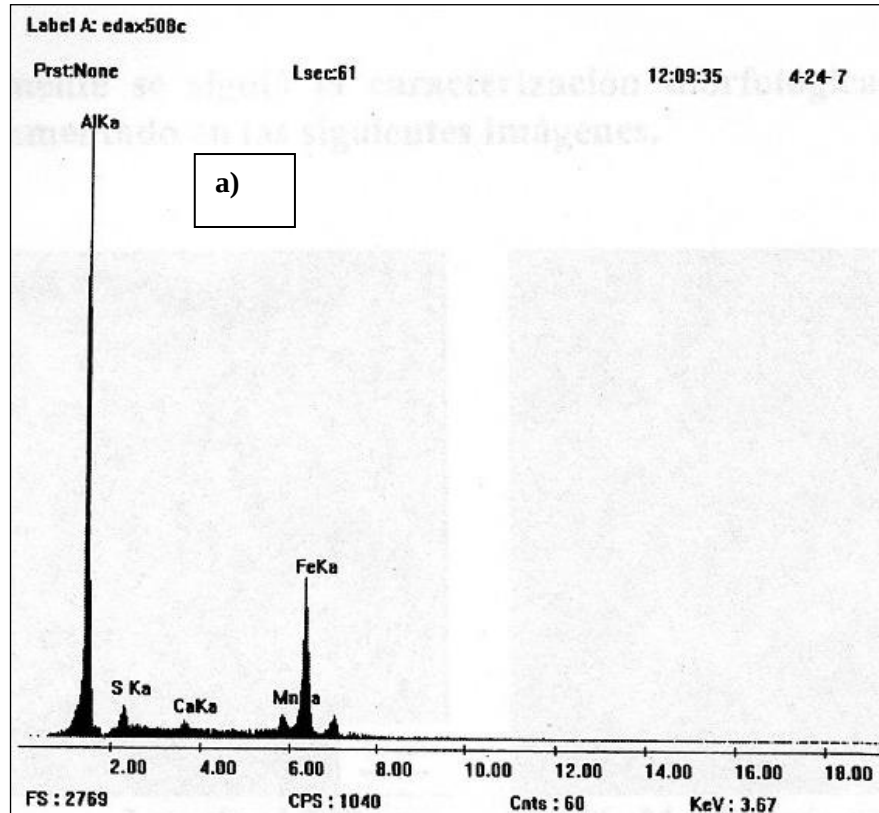


Figura 5.3. Se muestra la superficie medida del bloque ensayado.

5.2.3 Espectroscopía de energía dispersiva

Se realizaron ensayos de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDX), para identificar la composición elemental de diferentes zonas de la probeta [Neyra Astudillo M. R. et al. 2012]. Se comprobó la presencia de Al, Fe, S y Mn, además de silicatos y aluminatos, como se observa en la Figura 5.4 a) y 4 b).



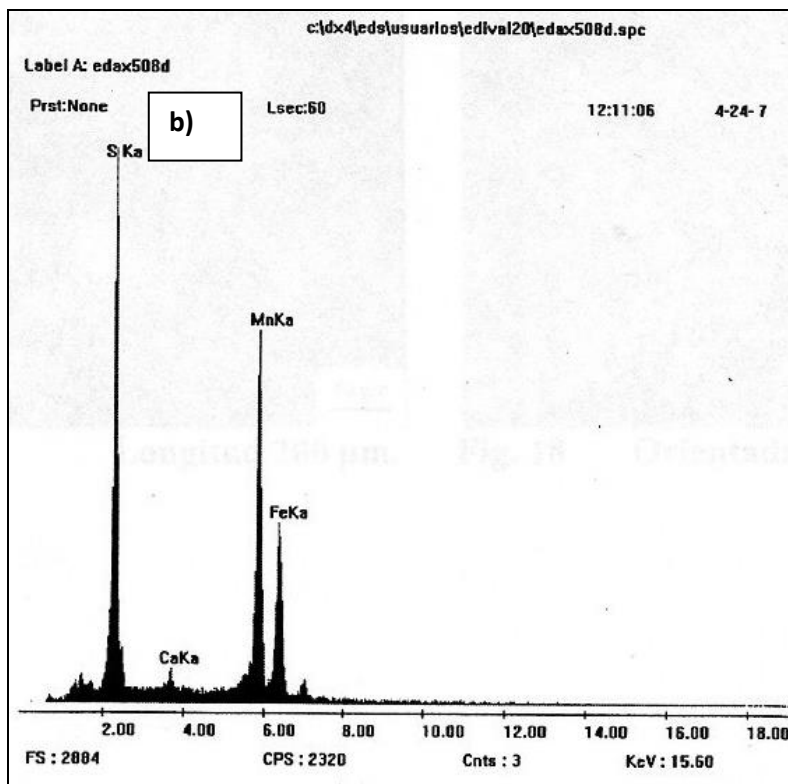


Figura 5.4. Espectro EDX a) de precipitado de base Al, b) del MnS

5.2.4 Técnica de impresión Baumann

Con el objetivo de detectar macroscópicamente la segregación de S, se aplicó una vieja técnica metalográfica conocida como técnica de impresión Baumann [Bermudes Olivares, M. D. 1992; Nayar A., 2005]. Es una técnica cualitativa empleada para detectar la distribución de sulfuros en aceros. Se realiza colocando sobre la superficie del material, un papel fotosensible previamente empapado en una solución de ácido sulfúrico. En el papel se marcarán porciones ennegrecidas que son las imágenes de los sulfuros. En la Figura 5.5, se pueden observar las bandas de inclusiones tipo MnS. Se resaltan con “elipses” las zonas de bandas de inclusiones destacando sus principales direcciones [Neyra Astudillo M. R. et al. 2017].



Figura 5.5. Macrosegregación de sulfuros; las elipses indican la dirección de las mayores concentraciones; la flecha negra muestra la dirección de forjado.

5.2.5 Determinación de la textura cristalográfica

La determinación del diagrama y la textura cristalográfica por Difracción de Rayos X, fue realizada por el Grupo de Ensayos de Rayos X, Laboratorio de Ensayos de Materiales, Gerencia de Área de Energía Nuclear, CNEA. Para realizar el ensayo, se cortó una muestra de 40 mm x 40 mm x 3 mm de la muestra original, respetando la misma posición respecto de la dirección de forjado que en la probeta original. En la Figura 5.6 se indica un esquema de la muestra con la marca 0° y los ejes de referencia DL (dirección longitudinal, dirección de forjado), DT (dirección transversal), y DN (dirección normal) al plano de la superficie de la muestra. Dicha disposición fue utilizada para colocar la probeta en el portamuestra del equipo, para la realización de los ensayos de rayos X y ellos son los ejes de referencia para el análisis de resultados [Mingolo N., 2013].

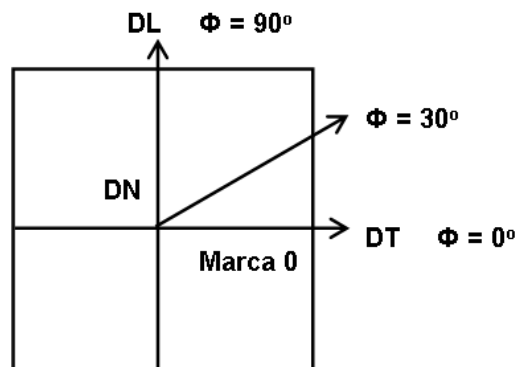


Figura 5.6. Definición de los ejes de la probeta para su ubicación en el equipo de rayos X [Mingolo N., 2013].

El estudio de difracción de rayos X se hizo para diferentes planos de difracción donde la superficie es paralela a la muestra, esto se demuestra en la Figura 5.7. Se identificó la fase BCC correspondiente a Fe- α , siendo el parámetro de la red medido $a_0 = 2,8668 \text{ \AA}$. Comparando las posiciones de los picos para la referencia de Fe- α libre de tensiones, $a_0 = 2,8665 \text{ \AA}$, de acuerdo con la identificación internacional, los desplazamientos picos eran muy pequeñas, lo que indica que, aproximadamente, el nivel de tensiones residuales en la superficie macroscópica es menor que 40 MPa [Mingolo N., 2013].

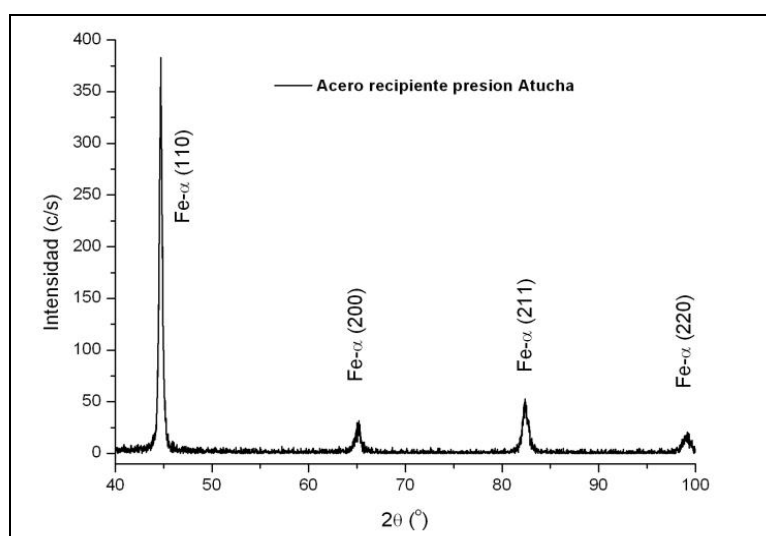
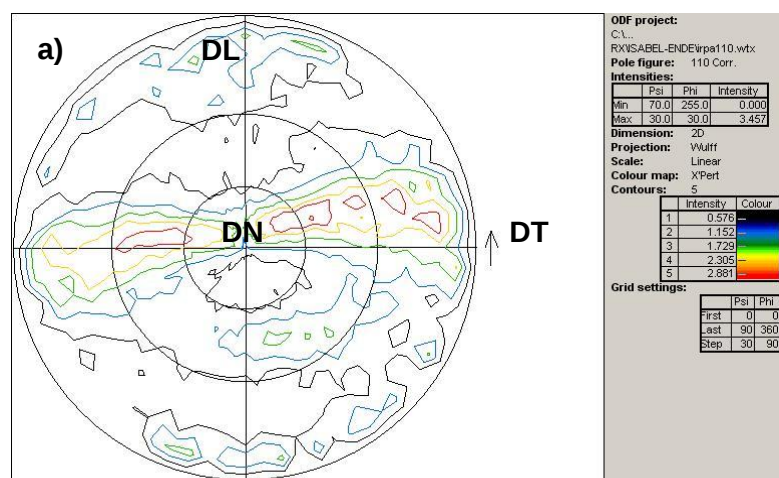


Figura 5.7. Diagrama de Difracción de Rayos X [Mingolo N., 2013].

En la Figura 5.8, se muestran las FDP (110), (200) y (211) que fueron corregidas por fondo (medido) y defocalización utilizando el programa X'PERT Texture. Las FDP se representan en una proyección estereográfica en el plano de la muestra, de acuerdo a los ejes principales de la muestra (Figura 5.6), se indican los niveles de intensidad desde un máximo (color rojo) hasta un valor mínimo (color negro), siendo las unidades de las líneas de nivel medidas en unidades aleatorias ("random") respecto a una muestra sin textura.



FDP (110)

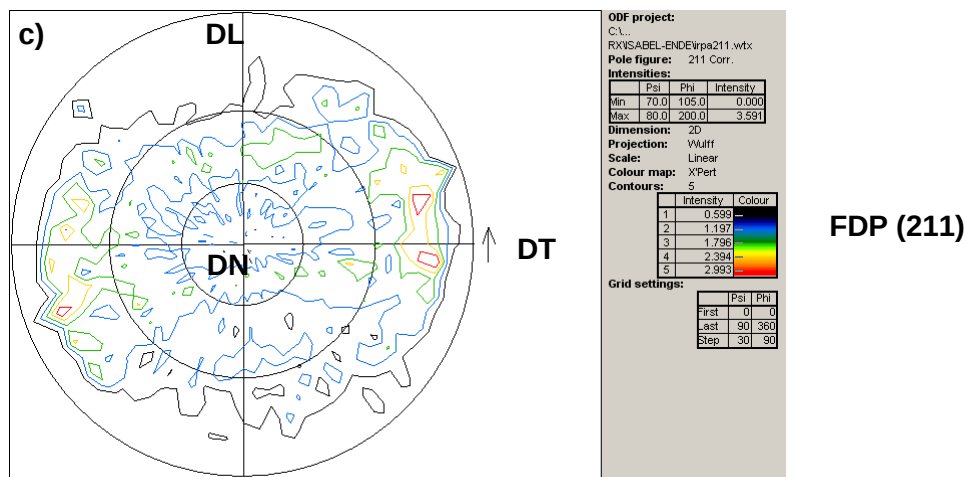
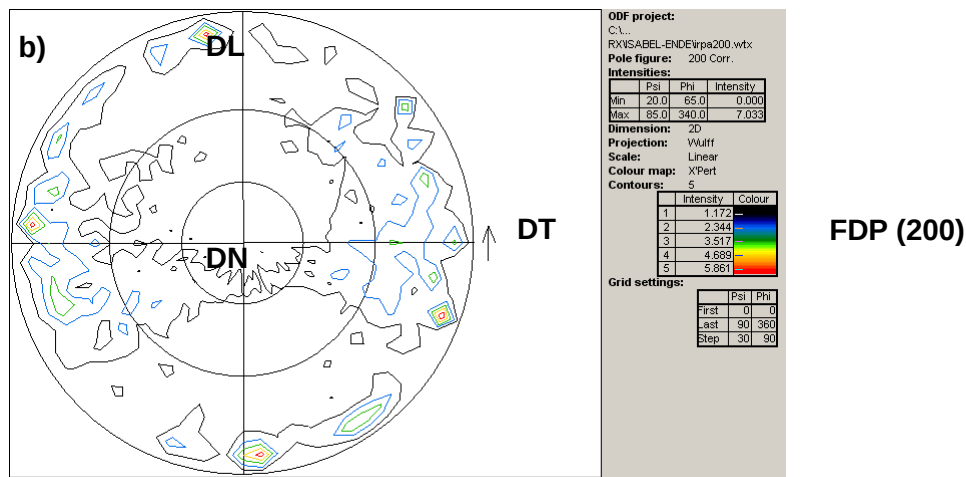


Figura 5.8. Figuras de polos (110) (200) y (211) obtenidas para el acero 22NiMoCr37 A508 Clase II [Mingolo N., 2013].

5.2.6 Ciclo de histéresis

La caracterización magnética fue llevada a cabo en el Instituto Nacional del Tecnología Industrial INTI, Centro de Estudios de Materiales Córdoba CEMCOR. Allí se obtuvo el ciclo de histéresis de saturación y se determinó la permeabilidad, la inducción de saturación, la fuerza coercitiva, etc., de acuerdo a Norma [ASTM A 773–80]. Los resultados se pueden observar en la Figura 5.9 y están resumidos en la Tabla 5.2 [Muñoz R., 2004; Ruiz A. A. 2005].

Tabla 5.2. Características magnéticas A 508 Clase II [Ruiz A. A. 2005].

Inducción de saturación [T]	Campo magnético en saturación [kA/m]	Remanencia [T]	Coercitividad [kA/m]	Permeabilidad
2.248	208	428	1.659	206

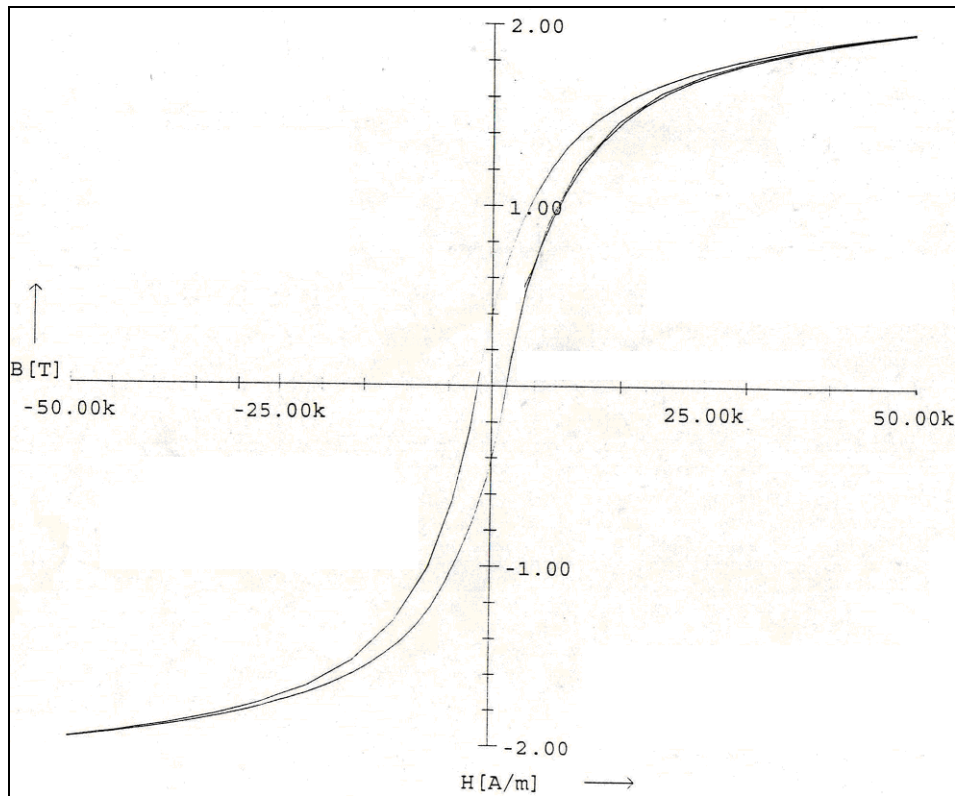


Figura 5.9. Ciclo de histéresis del A 508 Clase II [Muñoz R., 2004].

5.2.7 Conductividad eléctrica

Para estimar la profundidad del efecto magnético (δ) en el material, además del ciclo de histéresis hace falta conocer su conductividad eléctrica (σ). Para ello se empleó el Método de Dos Puntas Kelvin [Heidenreich A., et al. 2013]. Se utilizó una probeta rectangular cuyas medidas son: 74 mm x 39 mm x 4 mm. Se le hicieron dos agujeros en la zona central a 5 mm. de los bordes a lo largo de la dirección mayor de la probeta, de modo que la línea que los unía dividía a la superficie en dos partes iguales. En estos agujeros se colocaron los bornes de la fuente de corriente. Se usó una fuente de corriente marca 6032A System Power Suply, midiendo la diferencia de potencial obtenida con un nanovoltímetro marca Keythley Modelo 2182A. Se hicieron 5 mediciones conectando en los bornes una fuente de corriente con diferentes valores: 10 A, 20 A, 30 A, 40 A y 50 A, y midiendo las diferencias de potencial. Para disminuir el error en la medición, se invirtió el sentido de la circulación de la corriente y se repitieron las mediciones. El valor final fue el promedio de todas las mediciones:

$$\sigma = (1.64 \pm 0.0057) \times 10^6 \text{ S/m}$$

5.2.8 Medición de RMB y EMA

Para estudiar el RMB y la EMA y con el fin de obtener un mejor contacto superficial, se pulió la superficie de la muestra hasta obtener un pulido espejo. El campo magnético variable fue generado por una bobina de núcleo de Fe Si colocado sobre el material a examinar, este era alimentado con una tensión sinusoidal generada por un equipo LeCroy Arbstudio 1102, con una amplitud de 1.5 V. y una frecuencia de 20 Hz, luego fue amplificada hasta 40 Vpp. En el centro del yugo se colocaba la bobina colectora que medía el RMB, la señal producida por esta bobina

fue amplificada y filtrada en el rango 1 kHz - 200 kHz. Para la detección de la EMA se empleó un sensor de EA Marca PAC Modelo R15I AST, resonante a 150 kHz, con preamplificador incorporado (40 dB). Luego la señal era enviada a un equipo de EA desarrollado en CNEA con una amplificación de 50 dB. El sensor fue colocado en la parte inferior del bloque, logrando así disminuir la dispersión de la medición (ver Figura 5.10).

Las señales fueron digitalizadas a 1 Mega Sample/s, en el osciloscopio Marca LeCroy Modelo WaveRunner 44 MXi. En el canal uno se midió la tensión aplicada en el yugo, en el canal 2 la corriente, en el canal 3 el RMB y en el canal 4 la EMA. En la Figura 5.10 a) se muestra una fotografía del sistema de medición.

En el marco de la Pasantía realizada en el Laboratorio Ladin de la Universidad de San Pablo, se midió el RMB en una probeta del mismo material pero de menores dimensiones (74 mm x 39 mm x 4 mm). No se pudo medir la EMA dado que dicho Laboratorio no contaba con un equipo de EA. El campo magnético de excitación fue creado con una tensión sinusoidal con una frecuencia de 10 Hz que luego fue amplificada a 1 V. Las señales fueron digitalizadas a 400 KHz en una PC con un osciloscopio con interfaz grafica en Labview. En la Figura 5.10 b) se muestra una fotografía del sistema de medición empleado en Brasil.

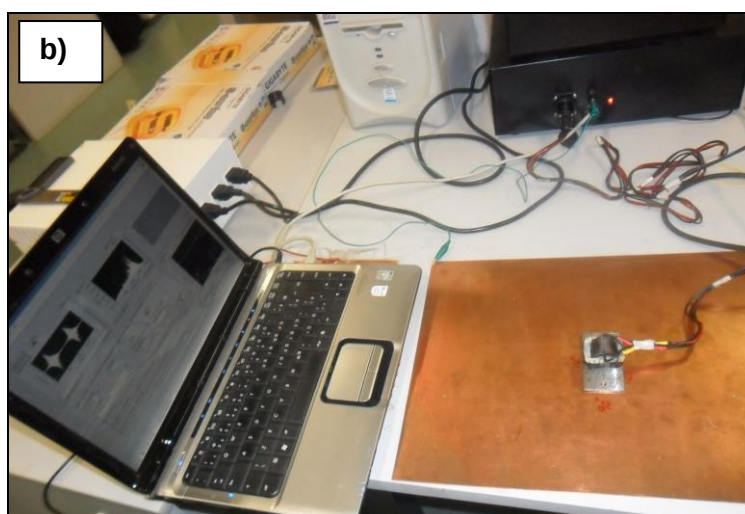
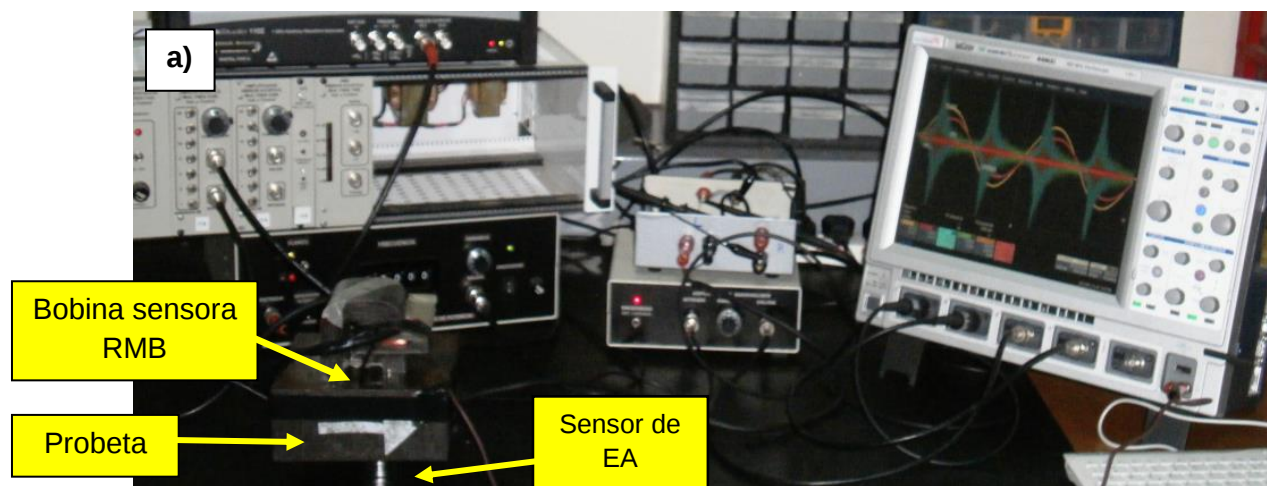


Figura 5.10. a) Fotografía del Sistema de Medición del RMB y EMA (CAC) y b) Fotografía del Sistema de Medición del RMB (Ladin)

5.3 Resultado y discusión

En esta parte del Capítulo se presentan los resultados de los estudios realizados y el análisis utilizando las técnicas de RMB y EMA, relacionándolos entre sí.

5.3.1 Análisis microestructural

Una vez realizada la preparación metalográfica se efectuó un barrido en las diferentes zonas del bloque sobre la superficie estudiada, evaluando su microestructura e inclusiones, morfología, orientación, tipo y tamaño.

La superficie fue evaluada con magnificaciones que oscilaron entre 50 y 500 aumentos, detectándose una orientación preferencial de macrosegregaciones, cuyos tamaños oscilaban entre 300 μm y 400 μm , en algunos casos los trenes de inclusiones superaban 1 mm de longitud [Montero R., 2007].

En las Figuras 5.11 y 5.12 se observan las fotografías realizadas con el microscopio óptico en algunas zonas del bloque. En Figura. 5.11 a) se observa la matriz ferrítica-bainítica con la presencia de carburos. En Figura. 5.11 b) se observa la distribución del tamaño de grano [Arnaldo G., Montero G., 2012].

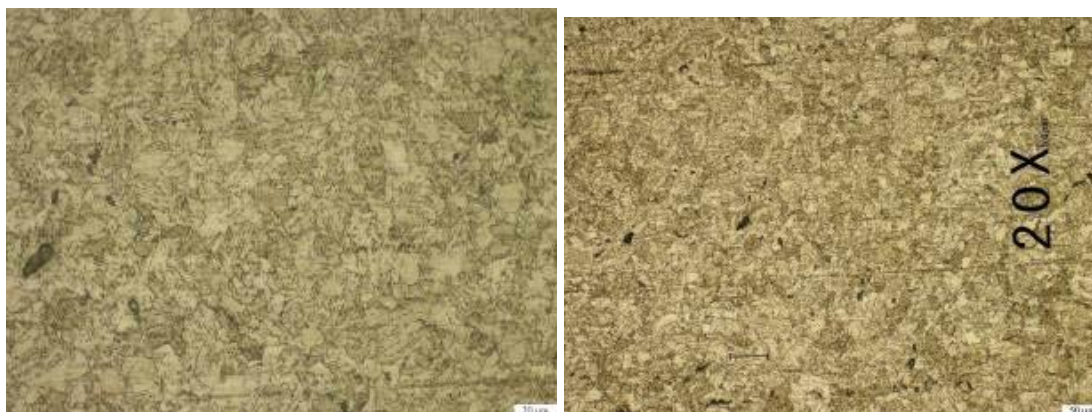


Figura 5.11. a) Matriz ferrítica+bainita+carburos; b) Distribución del tamaño de grano

En la Figura 5.12 a) se observan inclusiones alineadas y en b) inclusiones con orientación curvilínea que indicarían el proceso de conformado del material. Además la totalidad de los granos no son equiaxiales.



Figura 5.12. a) Inclusiones alineadas b) Inclusiones curvilíneas

También se encontraron inclusiones con orientación curvilínea. Indicarían un proceso de conformado del bloque [Arnaldo G., Montero G., 2012].

En la Figura 5.13, se observan las fotografías de microscopía electrónica de barrido (SEM) de algunas zonas del bloque. Se advierte una posible orientación preferencial y una estructura no totalmente recrystalizada, con presencia de silicatos y aluminatos [Neyra Astudillo M. R. et al., 2012].

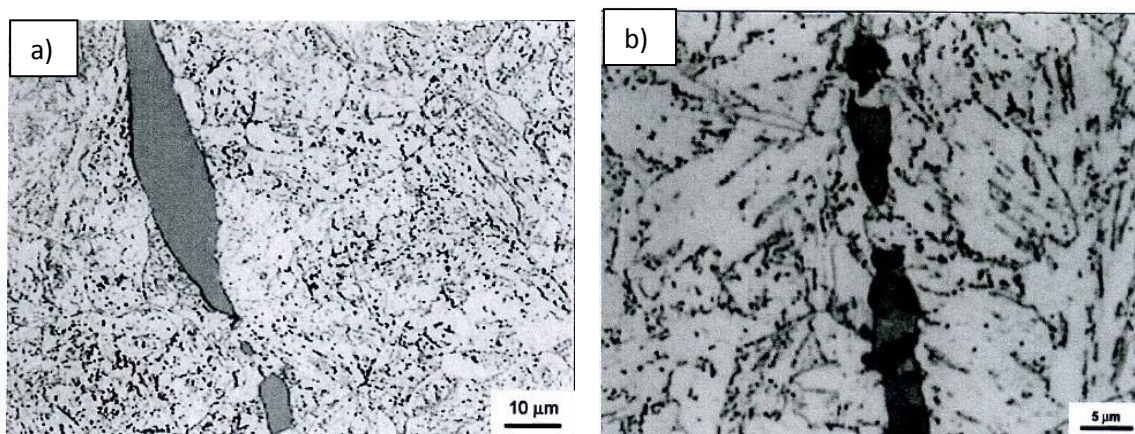


Figura 5.13. a) Detalle del sulfuro de manganeso (MnS) b) Detalle del MnS con óxido de hierro (FeO).

5.3.2 Estudio de la penetración del campo magnético

Como ya se explicó, las emisiones del RMB son detectadas por la bobina sensora y provienen de la capa superficial del material. En los materiales a base de Fe esta capa es de aproximadamente 500 μm de espesor. La banda de frecuencia de la señal de Barkhausen detectada, está ampliamente determinada por la distancia que viaja la señal en el material antes de llegar a la superficie. Las señales de alta frecuencia son atenuadas en distancias más cortas que las de baja frecuencia y dan información de parte del volumen debajo de la superficie. Las señales de los puntos más profundos del material tienen componentes de frecuencia menores que las que están más cerca de la superficie. Así, el análisis de Barkhausen, junto con el control del ancho de banda de la señal detectada, permite detectar los cambios en la condición material sub-superficial [Parakka A. P. et al., 1997, Morthy V., 2003]. Debido a la atenuación por corrientes parásitas, la profundidad de penetración del RMB y del campo de excitación es pequeña, además las mediciones pueden ser fuertemente influenciadas por la condición superficial del material [Yarley V. A., 2003].

Según Jiles D. C. (1995), la banda de frecuencia de la emisión del RMB en general, está en el intervalo de 10 Hz a 500 KHz, a diferencia de la baja frecuencia de excitación usualmente utilizada, en la banda de 0,01 Hz. a 100 Hz.

Para hacer el análisis de la frecuencia de excitación, se usó la fórmula de efecto “piel” (ver 2.8). En este caso se estudia la profundidad del RMB para el rango de frecuencias estudiadas para el acero A508 Clase II. Previamente se midió la conductividad eléctrica y la permeabilidad magnética como se describió en el punto 1.3.6 y 1.3.7, obteniéndose: $\mu_0 = 4 \pi 10^{-7}$ H/m, $\mu_r = 206$ y $\sigma = 1.64 \times 10^6$ S/m. Para estimar la profundidad de la excitación magnética en el material, se eligieron dos frecuencias de excitación, obteniéndose los siguientes valores:

$$f_1 = 10 \text{ Hz}$$

$$\delta_1 = 2,17 \text{ cm}$$

$$f_2 = 20 \text{ Hz}$$

$$\delta_2 = 1,54 \text{ cm}$$

Teniendo en cuenta la frecuencia media del amplificador de la bobina sensora del RMB, se estimó que la profundidad de la información captada es:

$$f = 100 \text{ kHz}$$

$$\delta = 0,022 \text{ cm}$$

Luego la máxima profundidad de información recogida en la bobina sensora será $\delta = 220 \mu\text{m}$.

En cuanto a las ondas elásticas, la EMA no presenta este tipo de comportamiento, ya que su atenuación es mucho menor ($\sim 5 \text{ m}$), por lo tanto se podrá percibir información no sólo de la zona afectada por la excitación magnética ($\delta_2 = 1,54 \text{ cm}$), sino del recorrido de las ondas por todo el material, incluyendo sus efectos de reflexión, dispersión, etc.

5.3.3 Análisis de señales de RMB y EMA

Se obtuvieron un total de 24 archivos de las señales digitalizadas para el RMB y la EMA, girando el yugo cada 15° sobre la superficie de la muestra. En la Figura 5.14, se pueden ver a modo de ejemplo las señales de corriente de excitación, RMB y EMA, obtenidas con el campo magnético aplicado paralelo a la dirección de forjado.

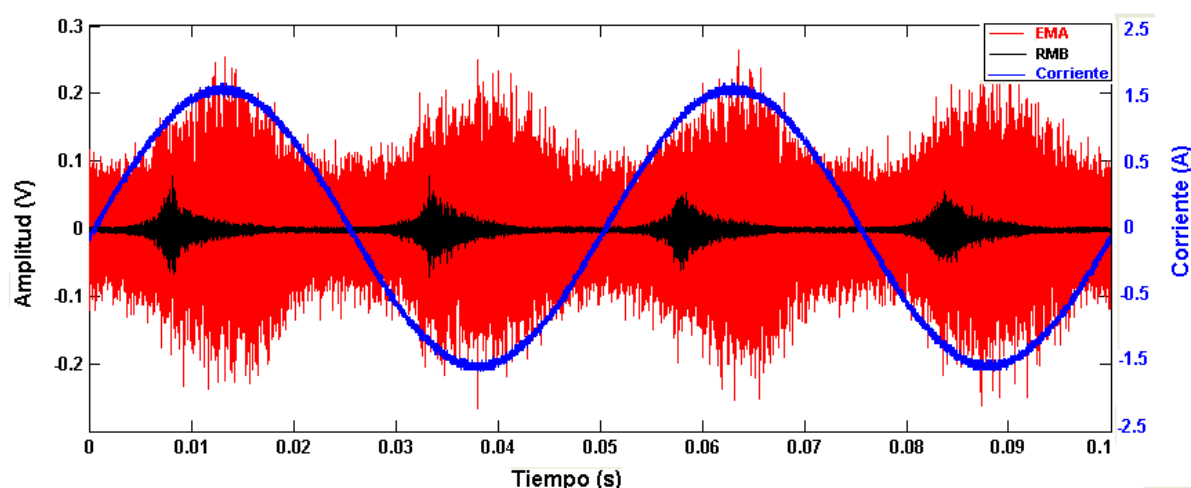


Figura 5.14. Señales de excitación, RMB y EMA.

Para estimar el error en el proceso de medición del RMS, tanto de las señales del RMB como de la EMA, se repitieron 10 mediciones para los ángulos de 0° , 45° y 90° . Así se pudo tener un valor medio y su desviación estándar. El promedio de desviación estándar en el caso del RMB fue de $0,34 \text{ mV}$ y para la EMA de $3,38 \text{ mV}$ [Neyra Astudillo M. R. et al., 2012].

Tabla 5.3. Estimación del error de medición.

Ángulo ($^\circ$)	RMB	EMA
	Valor medio $\pm$ Desv. Estandar (mV)	Valor medio $\pm$ Desv. Estandar (mV)
0	$28,47 \pm 0,44$	$252,10 \pm 3,11$
45	$22,20 \pm 0,37$	$263,60 \pm 3,24$
90	$20,92 \pm 0,22$	$241,80 \pm 3,80$

En la Figura 5.15, se muestran las señales de RMB y EMA para los ángulos: 0° , 30° , 60° y 90° . Se observa que ambas señales tienen la menor amplitud en la dirección de 0° y la mayor amplitud en 30° .

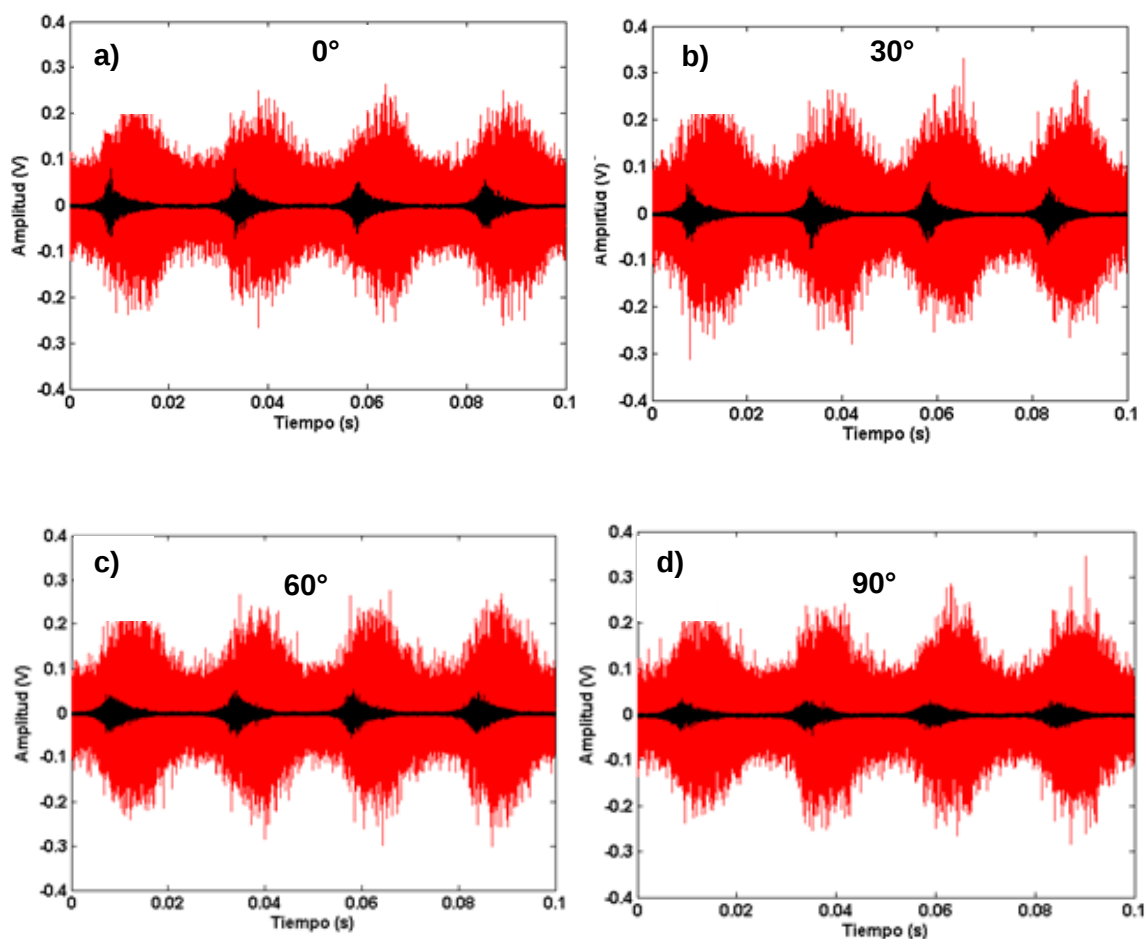


Figura 5.15. Señales de RMB y EMA para a) 0° , b) 30° , c) 60° y d) 90°

5.3.4 Efecto de la geometría de la muestra

El RMB se ve afectado tanto por la microestructura como por la geometría de la muestra. Esta característica hace que el RMB sea un excelente método para la evaluación de materiales ferromagnéticos [Jiles D. C., 1988; Moses A. J., 2006]. Sin embargo, para una correcta evaluación de los efectos microestructurales, se requiere muestras con geometrías idénticas; pequeñas variaciones del espesor y del volumen tienen efecto significativo en el RMB [De Campos M. F. et al., 2013]. Bükki A. et al (2008) estudió los efectos de la geometría de la muestra en un acero estructural. La respuesta de la señal del RMB prácticamente se mantuvo casi igual para todas las longitudes analizadas.

Durante el transcurso de esta Tesis, para estudiar el efecto del tamaño y el espesor de la muestra, se cortó una pieza más pequeña del mismo material (74 mm x 39 mm x 4 mm). Esta pieza fue estudiada y medida magnéticamente durante una pasantía en el Laboratorio LADIN de la Universidad de San Pablo, Brasil (Neyra Astudillo M. R., 2012). Se usó un equipo de RMB diferente al de Argentina pero con el mismo procedimiento experimental. No se pudo medir la EMA porque no había allí un sistema de EA. En la Figura 5.16 se observa el diagrama polar magnético, para el valor RMS del RMB medido en Brasil.

Los resultados del RMB indicaron que el eje mayor de la elipse estaba orientado aproximadamente a 30° respecto de la dirección de forja, es decir se repitieron los resultados obtenidos en Buenos Aires. Estos resultados permitieron concluir que la asimetría encontrada en el RMB es intrínseca a las características del material (de la microestructura y textura), y no se debe al volumen o espesor de la muestra. Estas conclusiones fueron encontradas por otros autores [Augustyniak B. et al., 2008; Lo C. C. H. et al., 2006; Da Silva Júnior. et al., 2007].

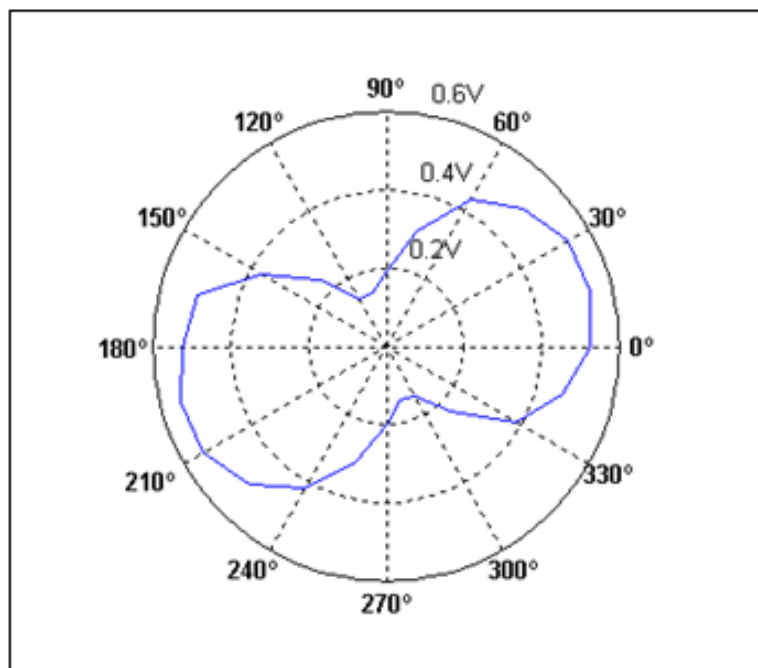


Figura 5.16. Mapa de anisotropía magnética usando el valor RMS del RMB, Laboratorio LADIN, Universidad de San Pablo, Brasil.

5.3.5 Análisis de los parámetros estadísticos de las señales

Como ya se dijo previamente, las señales del RMB y de la EMA son señales aleatorias, no estacionarias, solo el promedio de las propiedades son reproducibles y deben ser tratadas con métodos estadísticos. Diversos autores intentaron describir las características magnéticas del RMB con parámetros estadísticos. Wang et al. (2013) extrajeron características de la amplitud promedio de la señal, valor cuadrático medio (RMS), número de cuentas, cociente de la amplitud de pico y el ancho a altura mitad de la envolvente de la señal de RMB. Ding et al (2015) investigaron las características de la asimetría (Skewness) del perfil del RMB para medir las tensiones elásticas aplicadas y discutieron la influencia de la energía de las PDs. Kypris et al. (2016) analizaron el espectro de frecuencia del RMB para la caracterización de la profundidad de las tensiones. Vashista et al. (2015) demostraron que la forma del perfil del RMB información microestructural detallada en el proceso de magnetización. Shu et al. (2015) investigaron los efectos de la tensión sobre el volumen promedio de los saltos del RMB y el desplazamiento irreversible de las PDs [Yunlai Gao et al., 2016].

En esta Tesis se hizo el análisis de los valores RMS, valor medio, Kurtosis (Apuntamiento) y Skewness (Asimetría). Las Figuras de 5.17 a 5.20, muestran las gráficas polares de los valores del RMS, valor medio, Kurtosis y Skewness del RMB y

de la EMA, para dos ciclos de excitación. Todos los valores se midieron en mV. Cada punto representa una medición, cada 15° según la dirección del yugo.

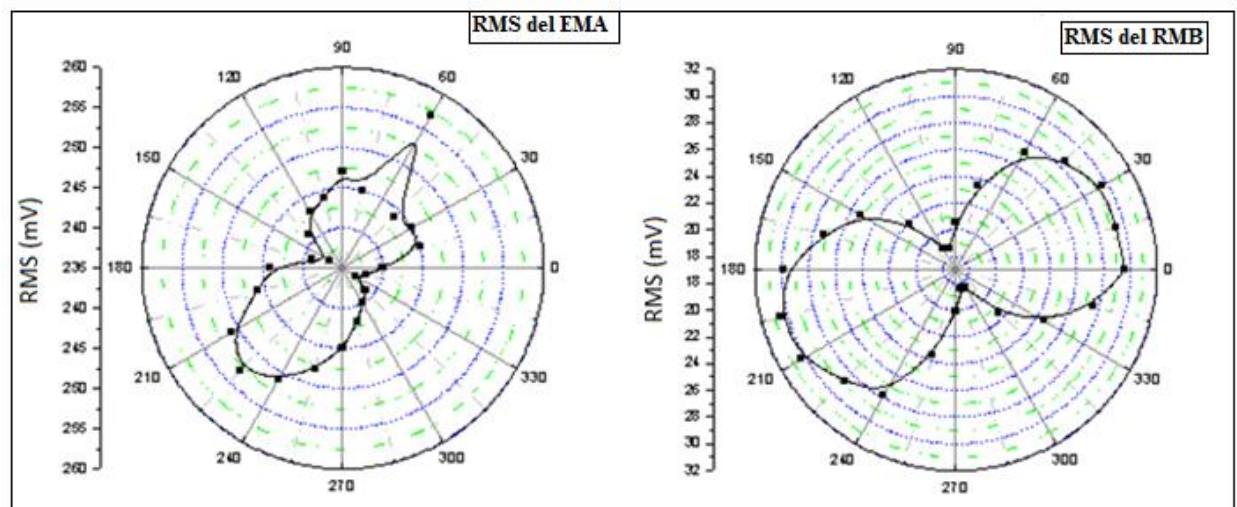


Figura 5.17. Mapa de anisotropía magnética usando el RMS del RMB y de la EMA.

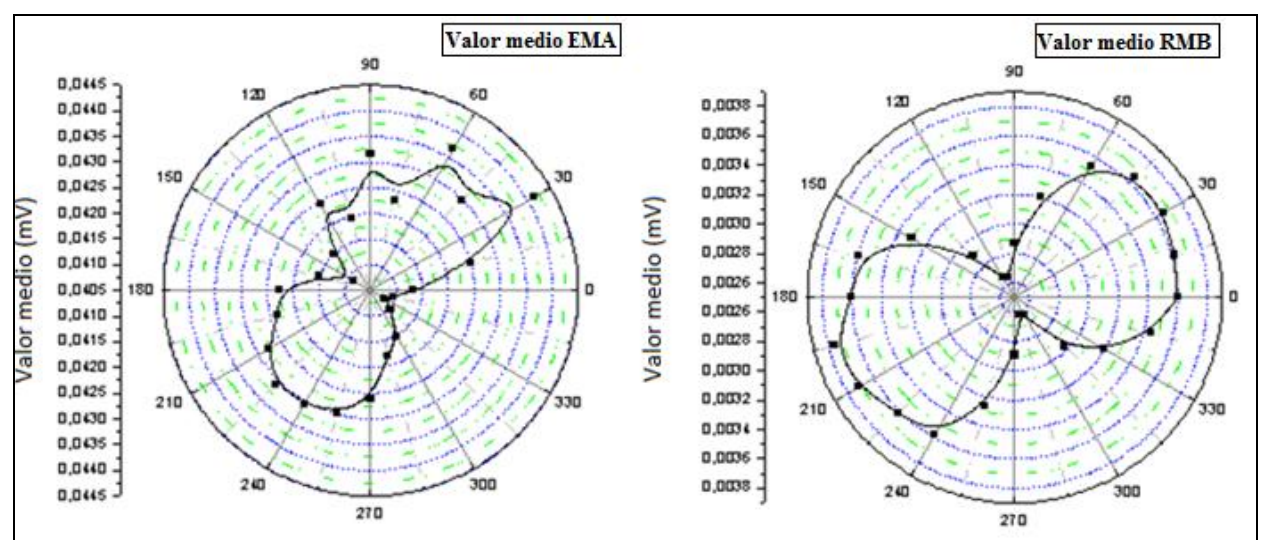


Figura 5.18. Mapa de anisotropía magnética usando el valor medio del RMB y de la EMA.

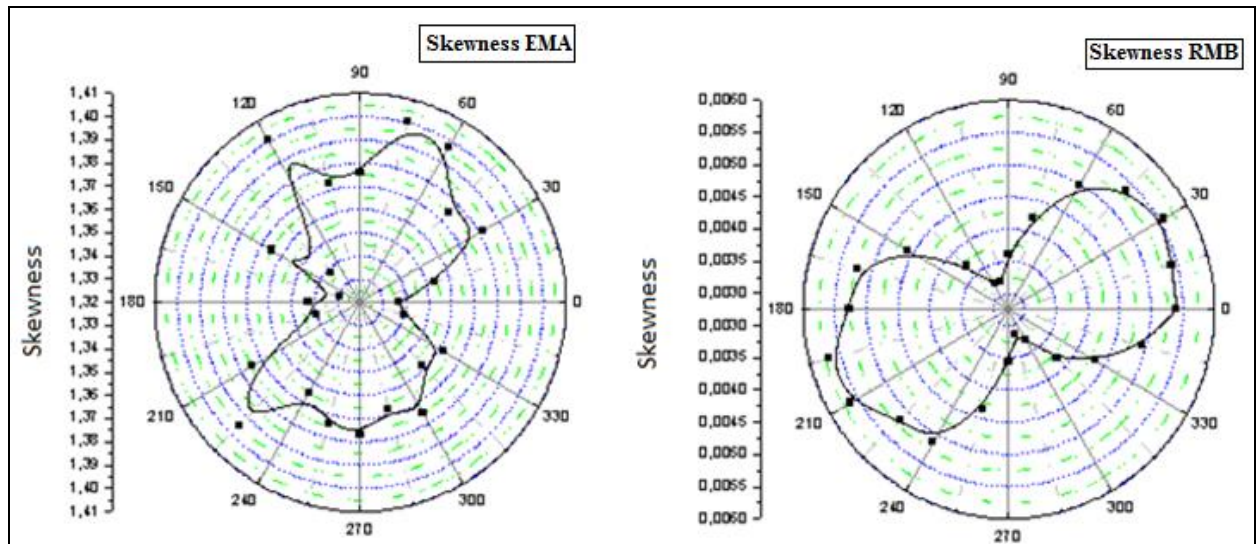


Figura 5.19. Mapa de anisotropía magnética usando la Skewness (Asimetría) del RMB y de la EMA.

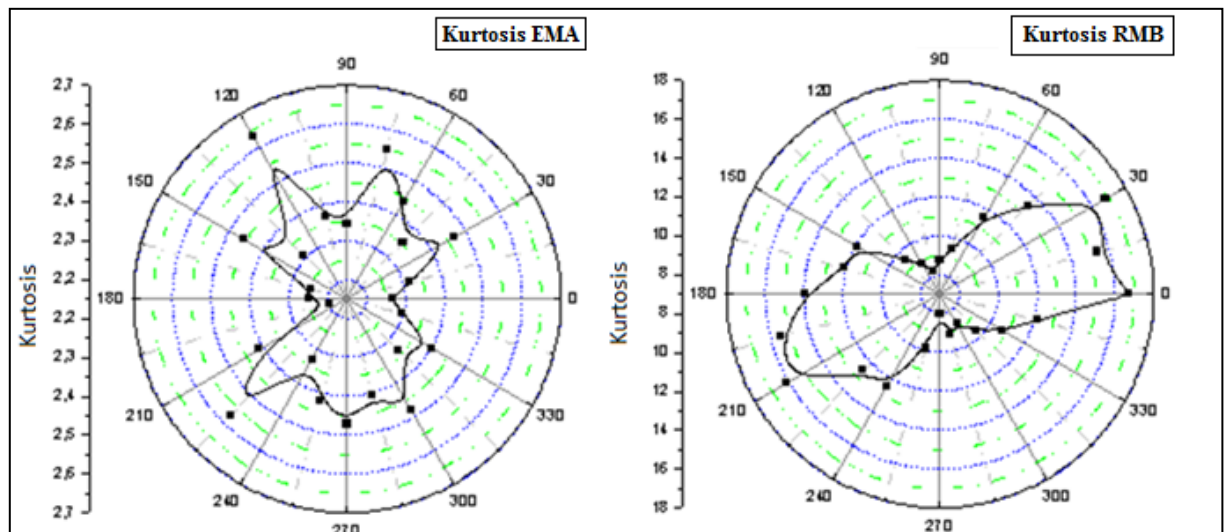


Figura 5.20. Mapa de anisotropía magnética usando la Kurtosis (Apuntamiento) del RMB y de la EMA

Los gráficos polares del RMS, valor medio, Skewness y Kurtosis, muestran una anisotropía en la dirección del primer cuadrante, aproximadamente entre 30° y 60° respecto de la dirección de forjado del material, tanto para el RMB como para la EMA. Sólo la Kurtosis, para las señales de la EMA, no muestra claramente esta tendencia. Se observa un comportamiento similar entre los valores RMS del RMB y la EMA. Si bien las medidas del RMB son más superficiales con penetración del orden de 15,4 mm (para 20 Hz), no sucede lo mismo con la EMA que registra ondas elásticas y su respuesta proviene de mayor profundidad, sin embargo el RMB y la EMA se comportan relativamente iguales. Debe mencionarse que los ensayos se realizaron sobre la cara de la probeta pulida a espejo, esto descarta cualquier influencia producida en la elaboración de la probeta, más aún si agregamos que se confeccionó una segunda probeta de menores dimensiones, la cual fue ensayada en otro Laboratorio y con diferente equipo de medición, encontrándose el mismo tipo de anisotropía [ver Figura 5.17]. Así se pudo descartar la posible influencia de la elaboración de la probeta y de tamaño o geometría de las misma [Neyra Astudillo M. R., et al., 2017].

5.3.6 Análisis del proceso de forja y la distribución de inclusiones

Las inclusiones encontradas en la muestra se pueden dividir en dos grupos: (i) sulfuros que admiten cierta deformación plástica (SMn) y por lo tanto se deforman en la dirección del laminado, y (ii) inclusiones a base de silicatos y óxidos (de Al, Si, Fe), comparativamente más frágiles que las anteriores, las cuales se rompen a medida que aumenta el grado de deformación plástica del acero [Sims C.E., 1959; Baker T.J., Cameron J. A., 1972, Joo M.S., Suh D. W., H.K.D.H, 2013].

Se sabe que durante el proceso de laminación, la distribución de los sulfuros se acomoda en la dirección de la deformación plástica, mostrando un rastro o pista de esa dirección, y, en consecuencia, la dirección de flujo de material. Como los sulfuros son más duros que la matriz del acero, cuando se deforma el material, la distribución macroscópica de sulfuro conserva una indicación de la dirección principal de deformación. Incluso si el material es sometido a un tratamiento térmico de recristalización, los sulfuros mantienen sus lugares, sin cambios de posición, es decir, "recuerdan" la dirección del flujo de material [Sims C. E., 1959; Baker T. J. and Cameron J. A., 1972; Joo M. S., et al., 2013].

En la Figura 5.21 se muestran superpuestos sobre la impresión Baumann, los gráficos polares de asimetría para el valor RMS del RMB y de la EMA. El alineamiento de los puntos negros (indicaciones de los sulfuros) prácticamente coincide con ambas direcciones de anisotropía. Por lo tanto, los resultados muestran que existe una dirección preferencial de la distribución de S en la superficie del bloque, que es coincidente con la asimetría del RMB y cerca de la asimetría de la EMA. Los sulfuros están alineados en bandas que forman un ángulo de $\sim 20^\circ$ con la dirección de forja indicada por el proveedor (flecha negra). Por lo tanto, probablemente la dirección de forja provista no coincide con la dirección real del flujo del material. Esto demuestra que los diagramas polares del RMB y de la EMA indicarían la dirección real de trabajado mecánico a la que fue sometido el material.

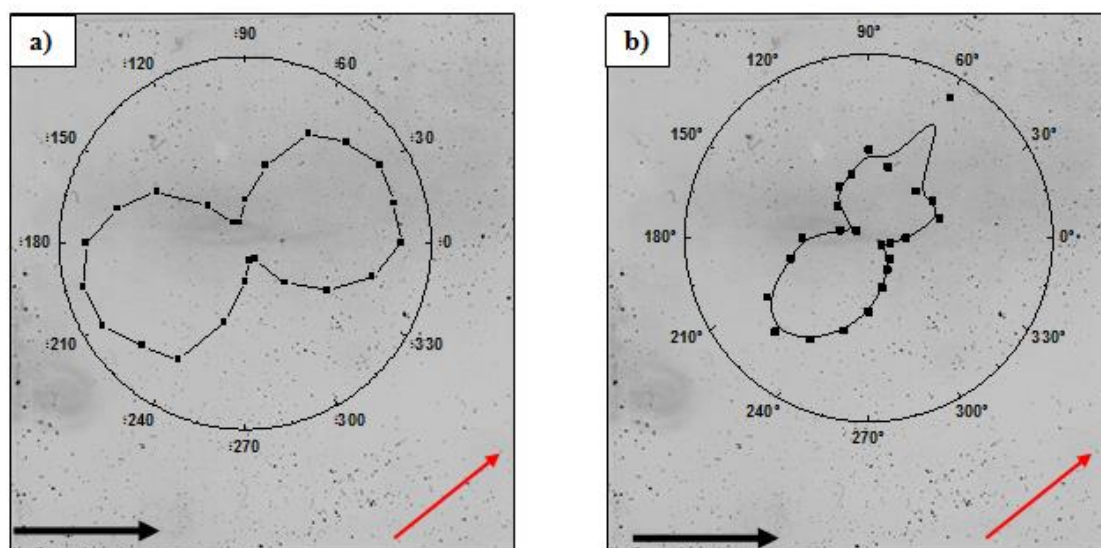


Figura 5.21. Comparación entre la técnica y Baumann RMS de a) RMB y b) EMA.

5.3.7 Análisis de la textura cristalográfica

Como se sabe, por debajo de la temperatura de Curie (770°C), los granos de aceros de bajo contenido de C tienen una estructura cristalina cúbica de cuerpo centrado (BCC) ($\text{Fe-}\alpha$, ferrita), y el material presenta anisotropía magnética. Para el Fe, la saturación magnética se puede lograr con campos bastantes bajos, del orden

de unas pocas decenas de Oersteds, en la dirección $\langle 100 \rangle$, que se denomina "dirección fácil" de magnetización, es decir, la dirección de la magnetización espontánea de los dominios en el estado desmagnetizado. Para llegar a la saturación del Fe en la dirección $\langle 110 \rangle$, se necesita altos campos, del orden de varios cientos de Oersteds; ésta es una dirección de "magnetización media". La dirección $\langle 111 \rangle$ es la dirección de "difícil magnetización" [Cullity B. D., 1972].

Para una mejor comprensión de las señales RMB y EMA, es importante poder relacionarlas con la distribución de la orientación de los cristales (textura). En este trabajo, se analizó la textura utilizando técnicas de difracción de rayos X. Se realizó el registro de las intensidades difractadas en distintos planos difractantes paralelos a la superficie de la muestra. De la Figura 5.7 se mostró el diagrama resultante con la identificación de una sola fase de Fe- α de estructura cúbica BCC con parámetro de red $a=2.86681\text{\AA}$. Además se estimaron en promedio las tensiones residuales del orden de 40 MPa [Mingolo N., 2013].

De la Figura 5.8, la FDP (110) se registran valores mayores de intensidades o líneas de nivel (en color rojo) a lo largo de la posición de la muestra cercana a $\Phi=30^\circ$, con un máximo de intensidad de 3,6 unidades random en $\Phi=30^\circ$ y $\Psi=30^\circ$. El valor máximo de intensidad de 7,03 unidades random es obtenido en la FDP (200) cerca de $\Psi=90^\circ$ y $\Phi=175^\circ$ y $\Phi=340^\circ$ y refuerzos alineados con la DL.

La existencia de algunos efectos mecánicos producidos en la superficie del material durante la manipulación hace difícil la interpretación de los resultados. La figura de polos (110) induce a inferir la existencia de un cuasi-fibra $\langle 110 \rangle$ como principal componente de textura. En alineamiento de esta dirección cristalográfica con la dirección de forja, es tomada en cuenta por el refuerzo de las densidades de polos $\langle 110 \rangle$ cerca de DL y a lo largo del plano DN - DT. La figura de polos (200) refuerza el alineamiento de la densidad de polos en la dirección $\langle 100 \rangle$ aproximadamente a 30° de DL.

Los resultados de textura obtenidos son consistentes con otros dos importantes factores reportados en la literatura. Se sabe que la simetría de las figuras experimentales de polos reflejan las simetrías relacionadas con el cristal, la muestra y el modo de deformación sobre la formación de la textura. Relacionado con esto, la figura de polo (110) de la Figura 5.8 a) pone en evidencia cierta falta de precisión en la indicación de las direcciones principales cristalográficas en el material provisto. El plano de la muestra DL-DN es un plano de simetría para el proceso de forjado. Sin embargo la figura de polo muestra que el plano de simetría, el que contiene la dirección DL, está rotado $\sim 15^\circ$ - 20° alrededor de la dirección DN del bloque. Este resultado claramente sugiere que la dirección de flujo plástico es diferente de la dirección de la forja indicada por el proveedor del material. Esta conclusión podría ser importante para la interpretación de los resultados del RMB porque su distribución presentan la misma desviación relacionada con los ejes DL-DT, como se muestra en la Figura 5.17.

Los resultados obtenidos del RMB y la determinación de la textura en el material forjado, confirman su similitud con otros resultados en materiales deformados: en general, por las deformaciones aplicadas durante los procesos de transformación, se observa una distribución compleja del RMB en el plano de la muestra [Stefanita C. G. et al., 2000; Ray R. K. et al., 1994; Kocks U. F. et al., 1998; Krause T. W. et al., 1996]. Este hecho se refleja en la Figura 5.17 a través de la forma de la distribución de los valores del RMB en el plano de la muestra DL-DT (DL coincide con la dirección de forjado indicada). Dos hechos de la textura se pueden relacionar con la distribución del RMB:

1. Las figuras de polos guardan información relacionando las simetrías del cristal y de la muestra con aquellas de los procesos de deformación [Stefanita C. G. et al. 2001], la información experimental permite afirmar que la dirección DL señalada en la muestra como dirección de forja fue indicada con una rotación de 15° - 20° en torno DN.
2. La componente de textura de la cuasi fibra $\langle 110 \rangle$ a lo largo DL, tal como se refirió anteriormente, indica la existencia de granos teniendo direcciones $\langle 100 \rangle$ en el plano DN-DT de la figura de polos (110), Figuras 5.8 a) y 5.22. Cerca de la superficie de la muestra, la combinación de bajas tensiones residuales macroscópicas compresivas en la superficie y microestructura remanente después del procesamiento termomecánico, podría contribuir a alterar el comportamiento magnético anisotrópico de los granos. De hecho, a partir de estos resultados, es posible pensar que una tensión residual compresiva actúa en los granos con sus direcciones $\langle 100 \rangle$ ubicadas cerca del plano DN-DT. Estas tensiones compresivas podrían contribuir a girar el eje de fácil magnetización a la dirección DL y por consiguiente, reducir la intensidad del RMB a lo largo de DT, tal como se ve en las Figura 5.16 a 5.19 [Neyra Astudillo M. R. et al; 2017].

5.4 Conclusiones parciales

- Se caracterizó desde la ciencia de los materiales y mediante las técnicas no destructivas de RMB y EMA, una probeta del material forjado de la vasija del recipiente de presión de la Central Nuclear Atucha I (Presidente Perón).
- Se realizó la caracterización microestructural, observándose granos equiaxiales con una matriz ferrítica-bainítica con presencia de carburos. También se observaron inclusiones con orientación curvilínea.
- Se realizaron ensayos de Espectroscopía de Energía Dispersiva, para identificar la composición elemental en diferentes zonas de la probeta, comprobándose la presencia de Al, Fe, S y Mn, además de silicatos y aluminatos.
- Para detectar macroscópicamente la segregación de los sulfuros, se aplicó la técnica de impresión Baumann, encontrándose las mayores orientaciones de sulfuros aproximadamente a 30° de la dirección de forjado indicada, revelando también la dirección del flujo del material durante su proceso de elaboración.
- El material fue caracterizado magnéticamente mediante mediciones como el ciclo de histéresis y la conductividad eléctrica.
- Se estimó la profundidad de penetración del campo magnético de excitación para la frecuencia de trabajo seleccionada, y también la profundidad de detección abarcada por la bobina sensora de RMB.
- Se realizaron ensayos de RMB y EMA, encontrándose anisotropía magnética con una orientación aproximada a 30° respecto de la dirección de forjado indicada. Este resultado fue explicado considerando el flujo del material durante el proceso de forjado que fuera revelado por la técnica Baumann.
- Los ensayos de RMB realizados sobre una probeta del mismo material, pero de diferentes dimensiones, produjeron la misma anisotropía magnética. Estos ensayos se realizaron durante una estadía en la Universidad de San Pablo, Brasil con diferente equipamiento de RMB.
- Se estudió la textura cristalográfica utilizando la técnica de Difracción de Rayos X, estimándose despreciables las tensiones residuales. Se sugiere la existencia de una cuasi fibra $\langle 110 \rangle$ como componente principal de textura, reforzando los resultados del RMB y la EMA, relacionados con la dirección cristalina de “magnetización intermedia”.

5.5 Referencias

Acosta Iborra B., *Desarrollo y Validación de una Nueva Técnica de Ensayo no Destructivo, Basada en el Potencial Termoeléctrico, Para el Conocimiento del Envejecimiento de los Aceros de Vasija de Reactores Nucleares*, Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Madrid, Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, 2001

Arnaldo G., Montero R., *Detección de orientación del conformado en Bloque patrón perteneciente al recipiente del Reactor Atucha I*, IT – UAM: MMO-2012-0, Laboratorio de Ensayo de Materiales, Unidad De Actividad De Materiales, Gerencia de Area de Energía Nuclear, pp. 1-9, 2012.

ASTM 773–80, *D-C Magnetic Properties of Materials Using Ring and Permeameter Procedures With D-C Electronic Hysteresigraphs*.

ASTM E1351-01, *Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012, www.astm.org

ASTM E3, *Standard Methods Of Preparation Of Metallographic Specimens*, ASTM International, 1980.

ASTM E 384-10, *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010, www.astm.org.

ASTM E-407, *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*, ASTM International, 2007.

Augustyniak B., Piotrowski L., Chmielewski M., *Impact of Frequency and Sample Geometry on Magnetoacoustic Emission Voltage Properties for Two Steel Grades*, *Journal of Electrical Engineering*, V. 59, Nº 7, pp. 33-36, 2008.

Baker T. J. and Cameron J. A., *Deformation of MnS inclusions in steel*, *Journal of the Iron and Steel Institute*, V. 210, pp. 680–690, 1972.

Bermudes Olivares, M. D., *Practicas de Ciencias de Materiales*, I.S.B.N: 84-7684-281-3, Secretario de Publicaciones, Universidad de Murcia, pp 31-35, 1992.

Bozorth R., *Ferromagnetism*, D. Van Nostrand Company, Inc., 1951.

Bükki-Deme A., Szabó I. A., *Effect of Non-Ideal Conditions On The Determination of The Barkhausen Noise Parameters*, *Journal of Electrical Engineering*, V. 59, Nº 7, pp. 70-73, 2008.

Capó Sánchez J., Padovese L., *Magnetic Barkhausen noise measurement by resonant coil method*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, V. 321, pp. L57–L62, 2009.

CNEA 2017, Comisión Nacional de Energía Atómica, 2017: <http://www.cnea.gov.ar/Atucha-I-y-II>, 15 /02/2017 hora: 14.45

Cullity B. D., *Introduction to Magnetic Materials*, Universidad of Notre Dame, 1972.

De Campos M F, Campos M A, Landgraf F J G, Padovese L R, *Anisotropy study of grain oriented steels with Magnetic Barkhausen Noise*, Journal of Physics: Conference Series, V. 303, Nº 1, 2011.

De Campos M. F., Da Silva F. R. F., Lins J. F.C., Monlevade E. F., Alberteris Campos M., Perez-Benitez J., Goldenstein H., and Padovese L. R., *Comparison of the Magnetic Barkhausen Noise for Low Carbon Steel in Deformed and Annealed Conditions*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 49, Nº 4, pp. 1035-1039, 2013.

Dhar A. and Atherton D. L., *Influence of Magnetizing Parameters on the Magnetic Barkhausen Noise*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 28, Nº 6, 1992.

Dhar A., Jagadish C. and Atherton D.L., *The effect of sample size on magneto-acoustic emission*, NDT International, V. 24, Nº 1, 1991.

Ding S., Tian G., Moorthy V., Wang P. *New feature extraction for applied stress detection on ferromagnetic material using magnetic Barkhausen noise. Measurement*, V. 73, pp. 515-519, 2015.

Ding S., Tian G., Moorthy V., Wang P., *New feature extraction for applied stress variation with depth using Barkhausen signals*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 407, pp. 377-395, 2016.

Gao Y., Tiang G. Y., Qiu F., Wang P., Ren W., Gao B., *Investigation of Magnetic Barkhausen Noise and Dynamic Domain Wall Behavior for Stress Measurement*, 19th World Conference on Non-Destructive Testing 2016, pp. 1-7, 2016.

Heidenreich A., Dalinger M., Nava S., *Medición de resistencias a cuatro puntas o método de Kelvin*, UNSAM, 2013.

Jiles D. C., *Review of magnetic methods for nondestructive evaluation D.C.*, NDT International, V. 21, N 5, 1988.

Jiles D. C., *Dynamic of Domain Magnetization and the Barkhausen Effect*, Chzechoslovak Journal of Physics, Nº 8, pp 893-988, 2000.

Jiles D.C., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman and Hall, 1995.

Joo M. S., Suh D. W. and Bhadeshia H. K. D. H, *Mechanical Anisotropy in Steels for Pipelines*, ISIJ International, V. 53, pp.1305-1314, 2013.

Keshari B. P., Vashista M., *Application of Skewness and Kurtosis for Analysis of Barkhausen Noise Signal*, Journal of Basic and Applied Engineering Research, V. 1, Nº 3, pp. 25-29, 2014.

Kocks U. F., Tomé C.N. and Wenk H. R., *Texture and Anisotropy, Preferred orientations in polycrystals and their effects on materials properties*, Cambridge University Press, 1998.

Krause T.W., Clapham L., Pattantyus A., and. Atherton D.L, *Investigation of the Stress-Dependent Magnetic Easy-Axis in Steel Using Magnetic Barkhausen Noise*, Journal of Applied Physics, V. 79, pp. 4242-4252; 1996.

Kypris O., Nlebedim I. C., Jiles D.C. *Measuring stress variation with depth using Barkhausen signals*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 407, pp. 377-395, 2016.

Linaza M. A., Martín S., San Martín I., Romero J. L., Rodríguez Ibabe J. M. y. Urcola J. J., *Influencia de las Inclusiones No Metálicas en la Tenacidad de Aceros de Media Alta Resistencia en la Zona De Transición*, Anales de Mecánica de la Fractura, V. II, pp. 200-207, 1994.

Lo C. C. H., Kinser E. R., and Jiles D. C., *Analysis of Barkhausen effect signals in surface-modified magnetic materials using a hysteretic-stochastic model*, Journal of Applied Physics, V. 99, pp. 08b705-1-08b705-1, 2006.

López Pumarega M. I., *Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica en probetas de aleación Fe-1 wt % Cu*, VII Congreso Regional de Ensayos No Destructivo, CORENDE, Memorias del Congreso, ISBN: 978-987-23957-1-1, Rosario, Santa Fe, Argentina, 11-13 de noviembre 2009.

Luo C. H., Stahlberg Ulf, *Deformation of Inclusion During Hot Rolling of Steels*, Journal of Materials Processing Technology, V. 114, pp. 87-97, 2001.

Mingolo N., Informe de Ensayo *Determinación del diagrama y la textura cristalográfica por DRX en un acero del recipiente de presión de ATUCHA*, Laboratorio de Ensayo de Materiales, Gerencia de Área de Energía Nuclear, Gerencia de Materiales, ERX-2013-003, pp. 1-6, 2013.

Montero R., *Análisis microestructural de bloque 31.3 – 22NiMoCr37 – A 508 Clase II, del recipiente de presión, reactor nuclear Atucha I*, IT-UAM N°: 109, Laboratorio Fatiga y Fractura – Metalografía, Unidad De Actividad de Materiales, Gerencia de Investigación Desarrollo y Asistencia Técnica, Gerencia de Área de Energía Nuclear, pp. 1-7, 2007.

Montero R., *Análisis microestructural de bloque 31.3 – 22NiMoCr37 – A 508 Clase II, del recipiente de presión, reactor nuclear Atucha I*, IT-UAM N°:34 107, Laboratorio Fatiga y Fractura – Metalografía, Unidad De Actividad de Materiales, Gerencia de Investigación Desarrollo y Asistencia Técnica, Gerencia de Área de Energía Nuclear, pp. 1-5, 2007.

Moorthy V., *Important Factors Influencing the Magnetic Barkhausen Noise Profile*, IEEE Transactions of Magnetics, V. 52, N° 4, 2016.

Moorthy V., Shaw B. A., Evans J. T., *Evaluation of tempering induced changes in the hardness profile of case-carburised EN36 steel using magnetic Barkhausen noise analysis*, Ndt & E International, N° 36, pp. 43-49, 2003.

Moses A. J., Harshad V. Patel, Williams P. I., *AC Barkhausen Noise In Electrical Steels: Influence of Sensing Technique on Interpretation of Measurements*, Journal of Electrical Engineering, V. 57. N° 8/S, 3-8, 2006.

Muñoz R., Informe Técnico N° O. T.: 48077, *Determinación de ciclo de histéresis magnético hasta la saturación, Bmax, Hmax, μ , y demas parámetros de acuerdo a la Norma ASTM A 773-80*, 2004.

Nayar A., *Testing of Metals*, Ed. Tata McGraw-Hill Education, pp. 129, 2005.

Neyra Astudillo M. R., Núñez N., Torres D., López Pumarega M. I., Ruzzante J., *Magneto Acoustic Emission and Barkhausen Noise in A 508 Class II Steel*, 30th European Conference on Acoustic Emission Testing / 7th International Conference on Acoustic Emission, Granada, Spain, CD- Proceedings, ISBN: 978846, www.ndt.net/EWGAE-ICAE2012, pp 449-455, 2012.

Neyra Astudillo M. R., López Pumarega M. I., Núñez N. M., Pochettino A., Ruzzante J., *Magnetic Barkhausen noise and magneto acoustic emission in pressure vessel steel*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 426, pp. 779–784, 2017.

Neyra Astudillo M. R., Núñez N., López Pumarega M. I., Ruzzante J. *Emisión Magneto Acústica y Ruido Magnético Barkhausen*, Asociación Argentina de Tecnología Nuclear, XXXIX Reunión Anual AATN, Buenos Aires, 3-7 de diciembre de 2012.

Neyra Astudillo M. R., *pasantía en el Laboratorio Laboratório de Dinâmica e Instrumentação*, LADIN, Departamento de Ingeniería Mecánica, Escuela Politécnica, Universidad de San Pablo, Brasil 2012.

Ono K., *Magneto-Acoustic*, ISSN1515-615X, Actas Primer Encuentro del Grupo Latinoamericano de Emisión Acústica, E-GLEA 1, pp.147-161, 6-10 septiembre, 1999.

Ono K., *Personal communication*, Granada, Spain, September 2012.

Parakka A. P., Jiles D. C., Gupta H. and Zang M., *Barkhausen effect in steels and its dependence on surface condition*, Journal of Applied Physics, V. 81, No 8, pp. 5085-5086, 1997.

Rodriguez R, Toribio J y Ayaso F. J. *Defectos Microestructurales que Gobiernan la Fractura Anisótropa en Aceros Fuertemente Trefilados*, Anales de Mecánica de la Fractura 26, V. 1, pp. 148-153, 2009.

Roman S., Maharshakk, Amir G., *Magnetomechanical Acoustic Emission: A Nondestructive Characterization Technique of Precipitation Hardened Steels*, Journal Acoustic Emission, V. 2, pp. 64, 1983.

Ruiz A. A., *Ruido Barkhausen y Emisión Magneto Acústica: Desarrollo de un Sistema de Medición y Aplicación a la Caracterización Microestructural y al Estado de Tensiones*, Master Tesis, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, 2005.

Ruiz, R. Piotrkowski, López Pumarega M. I., Ruzzante J., *Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica para la caracterización de materiales ferromagnéticos*, Materia, V. 13, pp.12-22, 2008.

Shibata M., Ono K., *MAE- New method for Nondestructive Stress Measurement*, NDT International, V. 5, pp.277-234, 1981.

Shu D., Guo L., Yin L., Chen Z., Chen J., Qi X., *The effect of stress and incentive magnetic field on the average volumen of magnetic Barkhausen jump in iron*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 394, pp. 195-199, 2015.

Silva Júnior S. F., Alencar D. A., Mattar Neto M., *Variáveis que influenciam os resultados do ensaio de materiais ferromagneticos pela análise do ruído magnético Barkhausen*, Trabalho apresentado durante a 9º. COTEQ Conferencia Internacional sobre Tecnologia de Equipamentos, EM Salvador/BA, 2007.

Silva Júnior, Silvério Ferreira da, Alencar, Donizete Anderson de, Mattar Neto, Miguel *Variáveis que influenciam os resultados do ensaio de materiais ferromagnéticos pela análise de ruído magnético Barkhausen*, Trabalho apresentado durante a 9ª. COTEQ – Conferência Internacional sobre Tecnologia de Equipamentos, em Salvador/BA, no mês de junho de 2007.

Sims C. E., *The nonmetallic constituents of steel*, Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers V. 215, pp. 367–393, 1959.

Stefanita C. G., Atherton D. L., Clapham L., *Plastic versus Elastic Deformation Effects on Magnetic Barkhausen Noise in Steel*”, Acta Mater., V. 48, pp. 3545-3551, 2000.

Stefanita C. G., Clapham L., Yi J. K., Atherton D. L., *Analysis of cold rolled steels of different reduction ratio using the magnetic Barkhausen noise technique*”, , Journals. Materials. Science, V. 36, pp. 2795-2799, 2001.

Stefanita, C. G., *From Bulk to Nano, the many sides of Magnetism*, Springer, ISBN 978-3-540-70547-5, 2008.

Stewart D.M., Stevens K.J., Kaiser A. B., *Magnetic Barkhausen noise analysis of stress in steel*, Current Applied Physics, V. 4, pp. 308–311, 2004.

O'Sullivan D., Cotterell M., Cassidy S., Tanner D. A., Meszaros I, *Magneto-acoustic emission for the characterization of ferritic stainless steel microstructural state*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 271, pp. 381-389, 2004.

Vashista M., Moorthy V., *On the shape of the magnetic Barkhausen noise profile for better revelation of the effect of microstructures on the magnetisation process in ferritic steels*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 393, pp. 584-592, 2015.

Vodopivec F., Gabrovsek M., *Relative Plasticity of Manganese Sulphide Inclusions in Steel*, Metals Technology, V. 7, pp 186 -191, 1980.

Wang P., Gao Y., Yang Y., Tian G.Y., Yao E., Wang H., *Experimental studies and new feature extractions of MBN for stress measurement on rail tracks*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 49, N° 8, pp. 4858-4864, 2013.

Yardley, V. A., *Magnetic Detection of Microstructure Change in Power Plant Steels*, doctoral thesis, University of Cambridge, 2003.

6. Material 2: aceros inoxidables ferríticos

Resumen: En este Capítulo se estudian mediante las técnicas de RMB y EMA, los aceros inoxidables ferríticos, provistas por AcerlorMittal, Brasil. Todos los aceros inoxidables en estudio se identifican con la nomenclatura AISI, se emplearon cinco aceros inoxidables ferríticos: 409, 430, 439, 441A y 444. Los materiales se caracterizaron tal como fueron recibidos y también cuando fueron posteriormente deformados, relacionando los estados de deformación con las técnicas magnéticas y acústicas.

6.1 Descripción del material

Esta Tesis como ya se comentó, comenzó con una Beca Doctoral de la ANPCyT, a través del Proyecto de Investigación Bilateral, CNPq de Brasil, y ANPCyT de Argentina, PICT-CNPq 2008-00026: “Emisión Acústica y Efecto Barkhausen”. Como parte del Proyecto se estableció estudiar con RMB y EMA placas de aceros inoxidables provistos por la contraparte brasilera.

Todas las muestras estudiadas se obtuvieron de placas (dimensiones originales de 300,0 mm x 210,4 mm x 0,5 mm) de acero inoxidable ferrítico de los tipos AISI 409, AISI 430, AISI 439, AISI 441A y AISI 444. Por simplicidad sólo se usará su referencia numérica, sin el prefijo AISI. Sus composiciones químicas indicadas por el fabricante se presentan en la Tabla 6.1. En la Figura 6.1 se muestran las fotografías de una de las placas, indicándose la dirección de laminación (fecha negra) que coincide con la dirección del lado menor del rectángulo y los cortes de las distintas probetas.

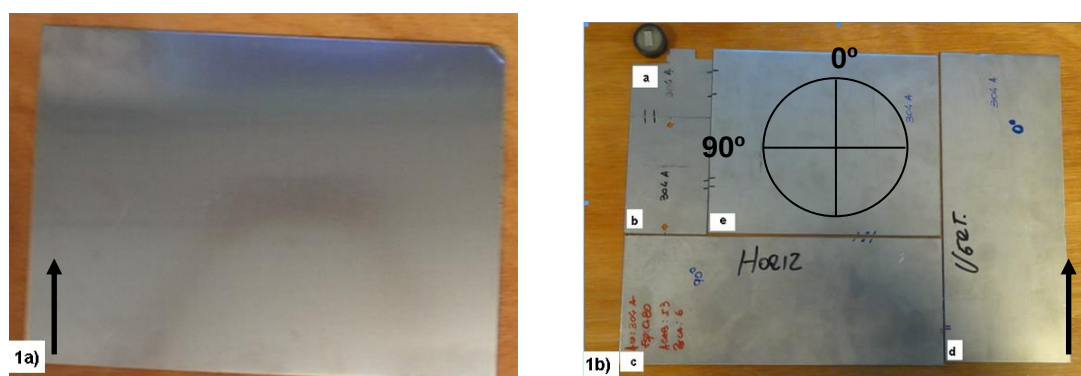


Figura 6.1. a) Fotografía de una placa de acero inoxidable; b) diagrama de cortes de las probetas.

Tabla 6.1. Composición química de las muestras en % peso [ArcelorMittal Inox Brasil]

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	N ₂	Otros
AISI 409	0,03	1,00	1,00	0,04	0,02	10,5 a 11,7	0,5	-	0,030	6 (C+N ₂) ≤ Ti ≤ 0,50
AISI 430	0,12	1,00	1,00	0,04	0,03	16,0 a 18,0	0,75	-	-	-
AISI 439	0,03	1,00	1,00	0,04	0,03	17,0 a 19,0	0,50	-	0,030	$0,20 + 4(C + N_2) \leq Ti + Nb \leq 0,75$
AISI 441A	0,03	1,00	1,00	0,04	0,015	17,5 a 18,5	0,50	-	0,030	$3C + 0,30 \leq Nb \leq 1,00$ Ti = 0,10 a 0,60
AISI 444	0,025	1,00	1,00	0,04	0,03	17,5 a 19,5	1,00	1,75 a 2,50	0,035	$0,20 + 4(C + N_2) \leq Ti + Nb \leq 0,8$

Las técnicas experimentales aplicadas ya fueron previamente explicadas en el Capítulo 1. Aquí sólo se presentan algunos aspectos técnicos.

6.1.1 Caracterización metalográfica

La caracterización metalográfica se realizó en el Laboratorio de Ensayo de Materiales, Unidad de Actividad de Materiales, Gerencia de Área de Energía Nuclear, CNEA. Para poder realizar este estudio se procedió a cortar una muestra de 10 mm x 10 mm x 0,5 mm, de cada uno de los aceros y luego incluida en resina (ver Figura 1b, extremo superior izquierdo). Se prosiguió con el desbaste y pulido de las mismas. Las muestras fueron tratadas en una pulidora Metaserv 2000, mediante el uso de diferentes papeles abrasivos, 200, 400 y 600. La etapa final del pulido se realizó en otra pulidora Ecomet Polisher 250 RPM, con los paños de diferente granulometría de polvo de diamante: 6 µm y 1 µm. Luego fueron sumergidas en diferentes reactivos para revelar su microestructura, como se indica en la Tabla 6.2, dependiendo de cada tipo de acero.

Tabla 6.2. Reactivos de ataque

Aceros AISI	Reactivo	Tiempo (min.)
409	Vilella	2
430	Reactivo compuesto 40% de H ₂ O y 60% HNO ₃ con el ataque electrolítico a 1 V	1
439	Reactivo compuesto 40% de H ₂ O y 60% HNO ₃ con el ataque electrolítico a 1 V	1
441A	Reactivo compuesto 40% de H ₂ O y 60% HNO ₃ con el ataque electrolítico a 2 V	2
444	Reactivo compuesto 40% de H ₂ O o glicerina, 30% HCl y 10% HNO ₃	Se sumerge hasta crear una capa amarilla sobre la muestra

6.1.2 Mediciones de dureza

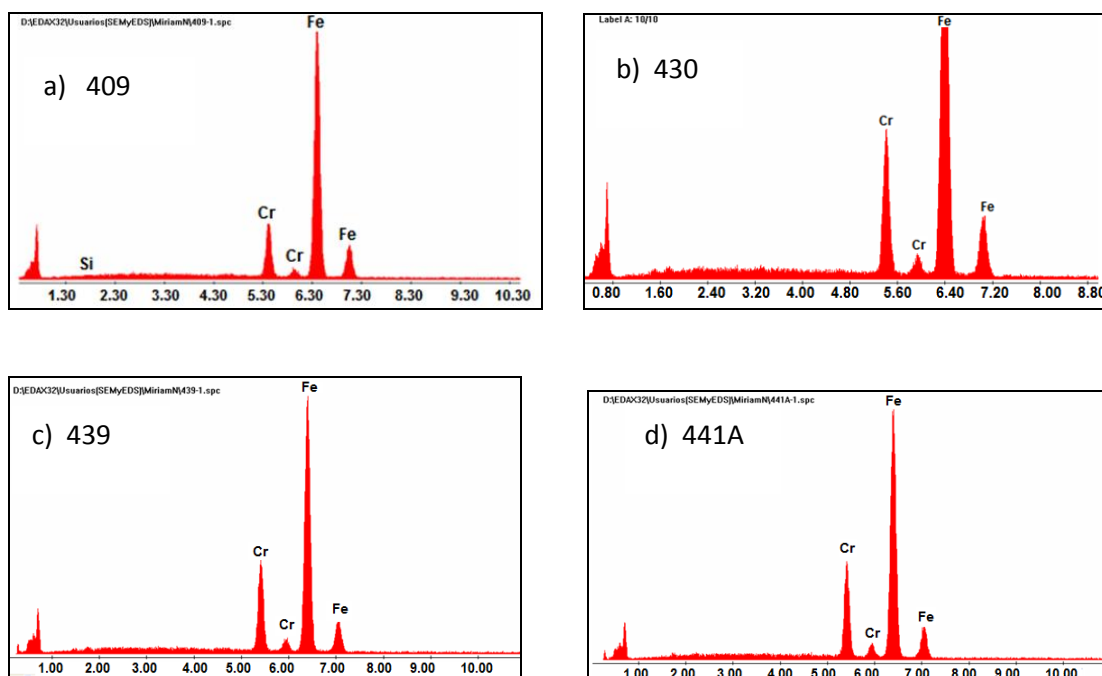
Los ensayos de Dureza Vickers, se realizaron en el mismo Laboratorio de CNEA ya citado. Se utilizó un microdurómetro Marca Leitz Wetzlar, Germany Modelo 733977, con una punta de tipo Vickers aplicando una carga de 0,2 kg. El valor de la microdureza para cada muestra se obtuvo promediando 3 medidas [Castillo Guerra R., 2013].

Tabla 6.3. Microdureza Vickers de los aceros inoxidable ferríticos

Aceros AISI	Microdureza (HV _{0.1})
409	144
430	173
439	173
444	205
441A	208

6.1.3 Espectroscopía de Energía Dispersiva

Se realizaron los ensayos de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDX), en la Gerencia de Química, CNEA. Se utilizó un Microscopio Electronico de Barrido Philips 515 con EDX. Para poder identificar la composición elemental en cada uno de los aceros, se cortó una muestra de 10 mm x 10 mm x 0,5 mm. Se corroboró la presencia fundamental de Fe, Cr y Mo, como se observa en la Figura 6.2 y en la Tabla 6.4.



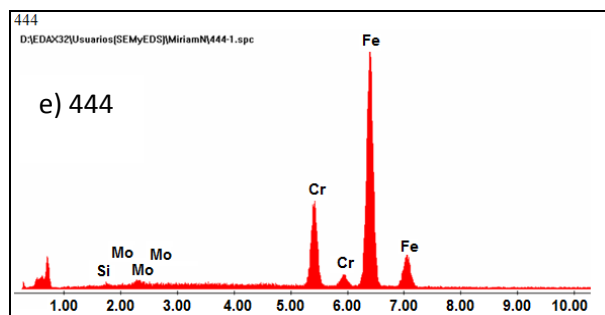


Figura 6.2. EDX del espectro de los aceros inoxidables AISI a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444.

Tabla 6.4. Resultados porcentuales en peso.

Peso (%)	AISI 409	AISI 430	AISI 439	AISI 441A	AISI 444
SiK $\geq$	1,14				0,66
CrK $\geq$	11,40	15,46	17,36	18,39	17,14
FeK $\geq$	87,46	84,54	82,64	81,61	80,17
MoL $\geq$					2,03

6.1.4 Determinación de textura cristalográfica

La determinación del diagrama y la textura cristalográfica por difracción de rayos X, fue realizada por el Grupo Unidad de Actividad de Ingeniería Nuclear, Gerencia de Área de Energía Nuclear, Centro Atómico Bariloche, CNEA. Las mediciones fueron realizadas con el difractómetro Empréan X-ray Diffraction System.

Se determinó la textura cristalográfica en muestras (40 mm x 40 mm x 0,5 mm) que corresponden a cada uno de los materiales. En la Figura 6.3 se muestra los ejes empleados en las figuras de polos: la dirección de laminación (DL) al norte, la dirección transversal (DT) al oeste y la normal al plano de la superficie (DN).

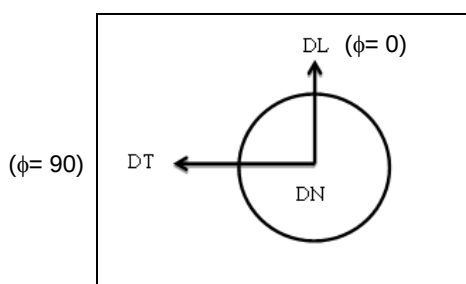


Figura 6.3. Ejes de identificación de la probeta [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].

Para determinar el tipo de acero ferrítico se midió un difractograma y se determinó el ángulo 2θ correspondiente a cada pico de difracción, seleccionando 3 reflexiones para medir la figura de polos. En la Figura 6.4, se muestra el difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2θ empleados.

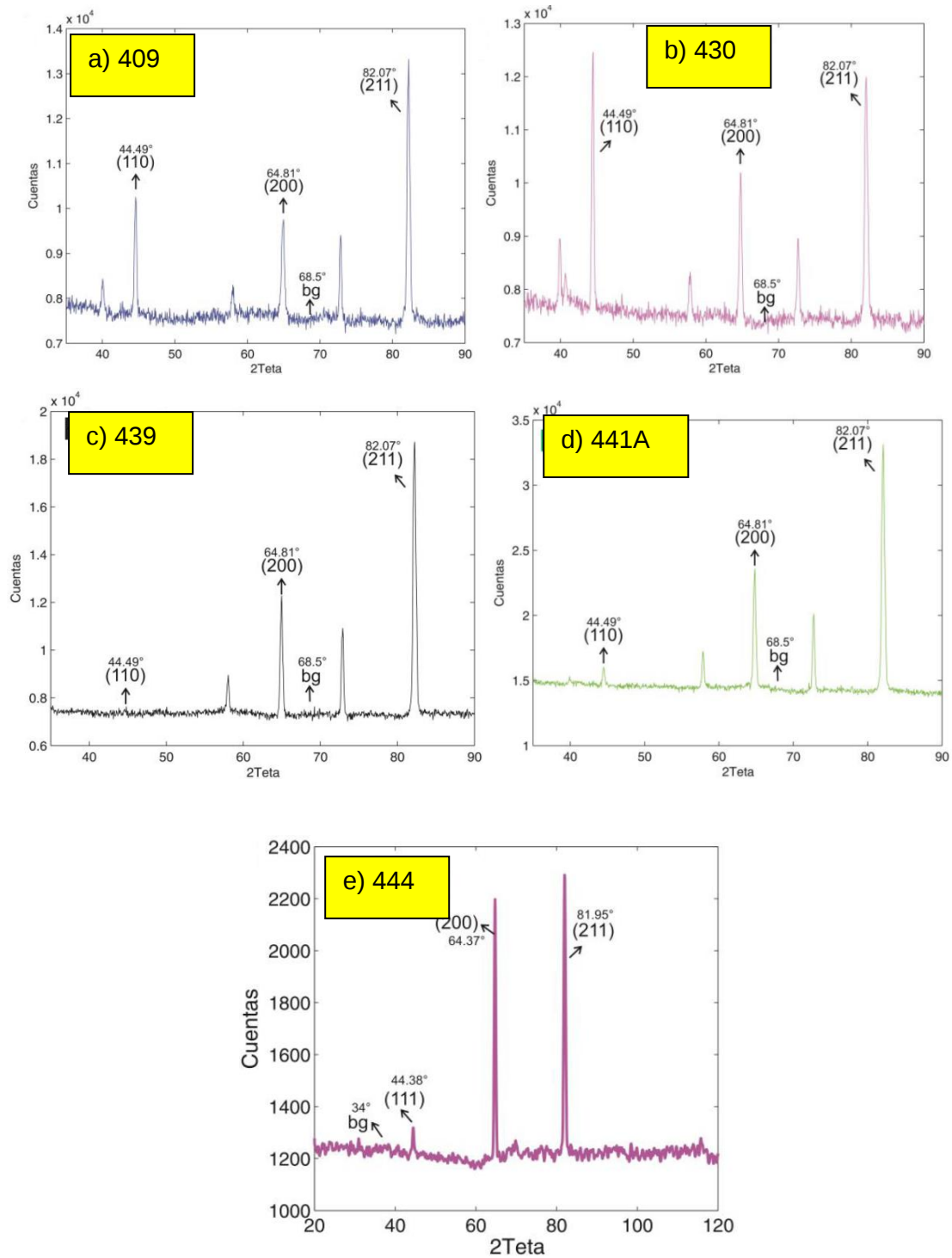
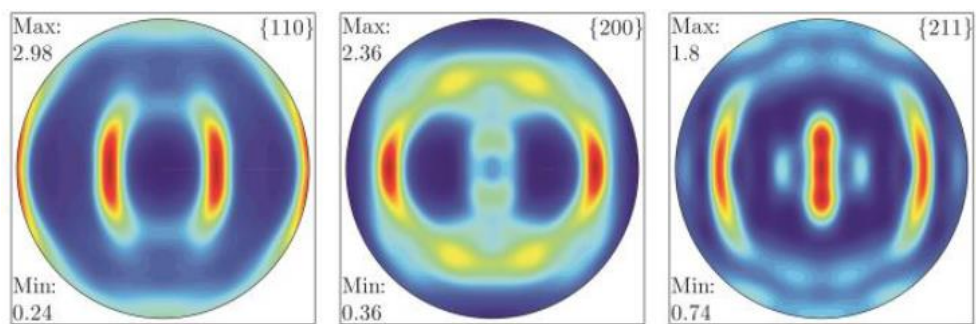


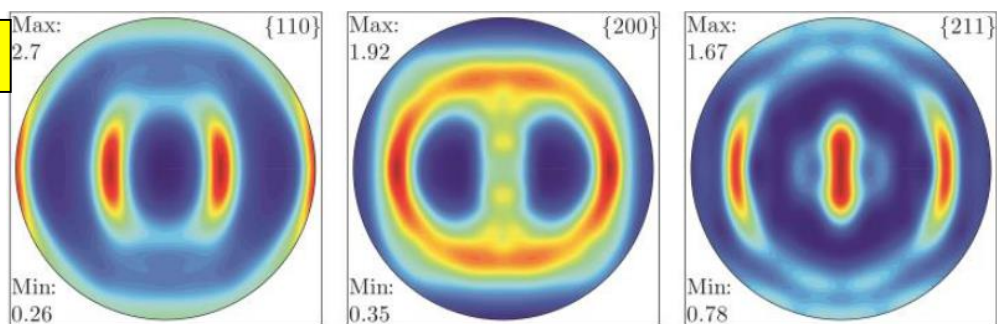
Figura 6.4. Difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2θ para: a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444 [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].

Para las mediciones de textura se utilizó el método de reflexión de Schulz, se seleccionaron figuras de polos de los planos (110), (200) y (211). Las figuras de polos fueron recalculadas a partir de la Función de Distribución de las Orientaciones (ODF) y son mostradas en la Figuras 6.5.

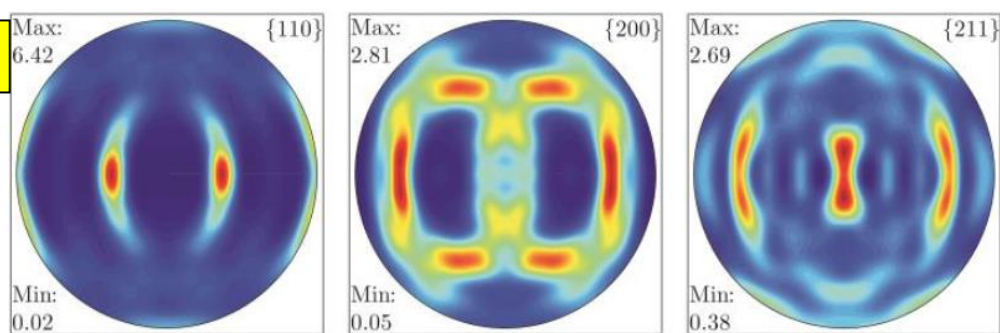
a) 409



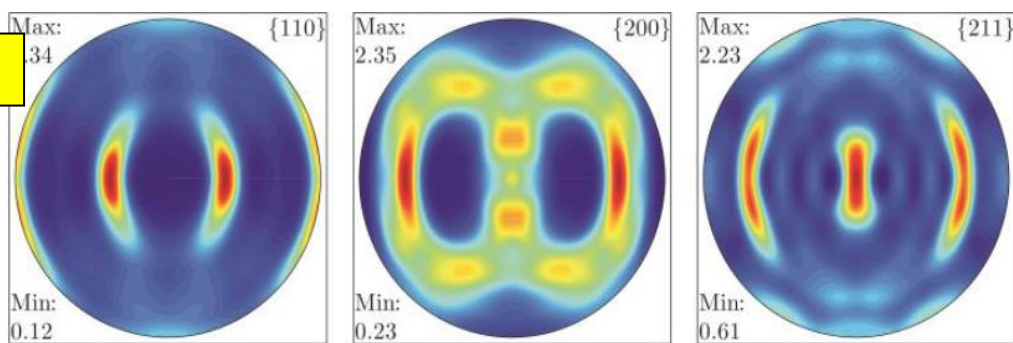
b) 430



c) 439



d) 441A



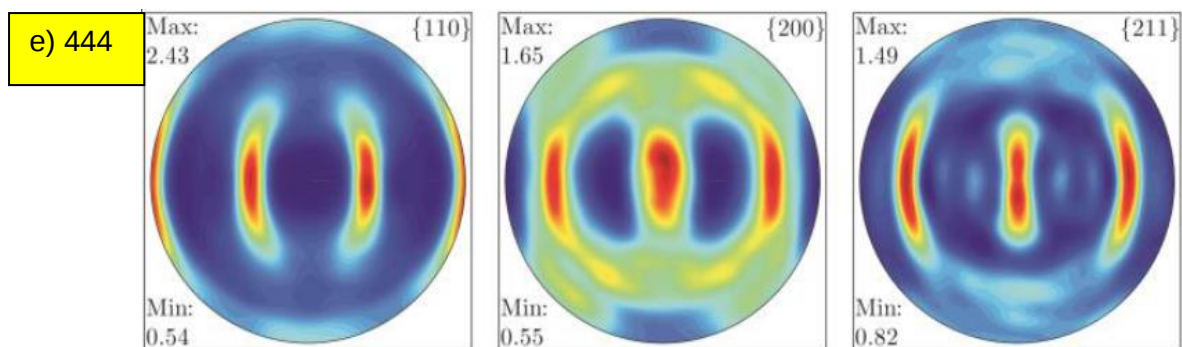


Figura 6.5. Figuras de polos de los aceros AISI: a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444 [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].

Con el objetivo de caracterizar cuantitativamente las muestras, se determinó la fracción de volumen porcentual correspondiente a cada una de las orientaciones principales. Para ello, se calculó el porcentaje de cristalitos en el espacio de Euler dentro de una esfera de 10° centrada en cada orientación, a partir de la ODF obtenida para cada muestra. La interpretación cristalográfica de los ángulos de Euler de las orientaciones características de cada muestra, deben leerse de la siguiente manera:

{uvw} <hkl> = indica que el plano {uvw} se encuentra paralelo a la superficie de la chapa con la dirección <hkl> apuntando en la dirección de laminación.

En la Figura 6.6 se muestran los cortes de las ODFs para $\phi_2=45^\circ$ de las distintas muestras ferríticas y en las Tablas 6.5 y 6.6 los componentes principales de textura y su fracción de volumen.

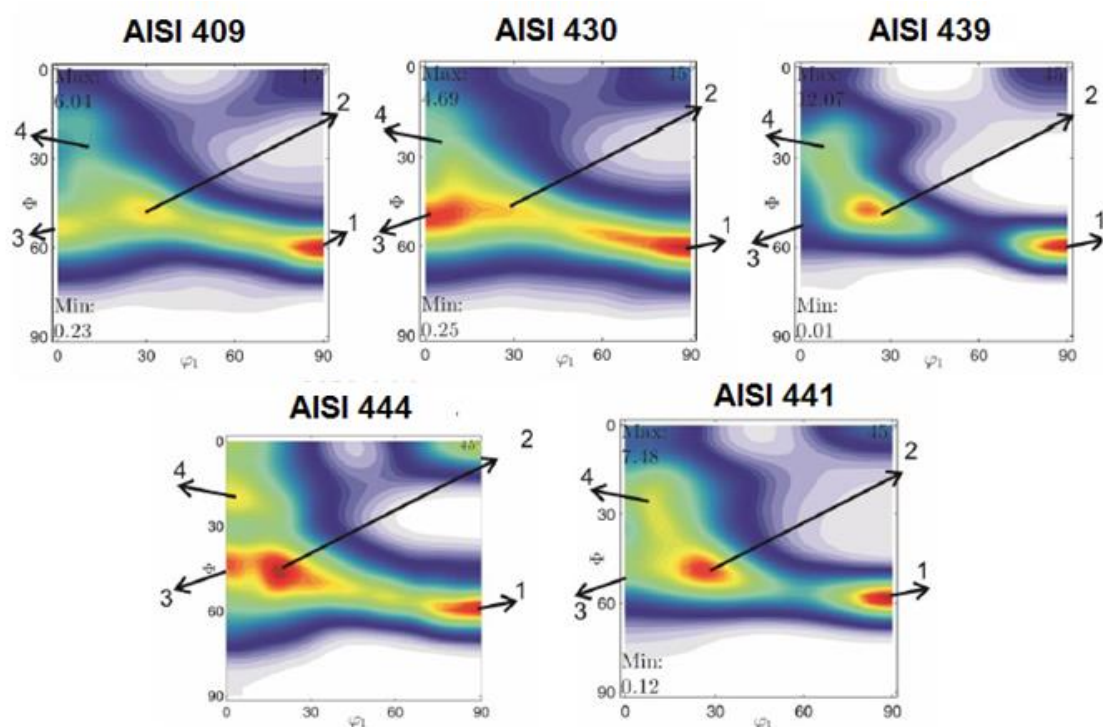


Figura 6.6. Cortes de la ODF para $\phi_2=45^\circ$ de las distintas muestras ferríticas presentando las componentes de textura principales indicadas numéricamente de 1 a 4, Tabla 8 [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].

Tabla 6.5. Componentes principales de textura

Orientación	Ángulos de Euler			Componente
	Phi1	Phi	Phi2	
1	90	60	45	{554} <-2-25>
2	30	47	45	aprox. {111} <1-21>
3	0	53	45	{111} <1-10>
4	10	27	45	10° rotado de {113} <1-10>

Tabla 6.6. Fracción de volumen de cada componente de textura para las distintas muestras estudiadas

AISI/orientación	Volumen (%)			
	1	2	3	4
409	5,81	9,48	4,58	6,26
430	4,83	7,93	4,17	6,16
439	10,05	14,2	2,99	12,86
441	7,48	10,91	3,46	10,28
444	9,21	8,87	8,34	7,78

6.2 Ensayos mecánicos, magnéticos y acústicos

En este apartado se describen los ensayos magnéticos, mediciones de conductividad, ciclo de histéresis y los ensayos mecánicos, además se detallan las mediciones de RMB y EMA.

6.2.1 Mediciones de conductividad

Las mediciones de conductividad se llevaron a cabo en el Departamento de Micro y Nanotecnología, CAC, CNEA. Se usó una fuente de corriente marca Agilent E3634A System Power Suply, midiendo la diferencia de potencial obtenida con un nanovoltímetro marca KEYTHLEY Modelo 2000. Las probetas (80 mm x 56 mm x 0,5 mm), fueron agujereadas a 10 mm de cada borde menor del rectángulo, aplicándose en ellos los bornes de la fuente de corriente y midiéndose la diferencia de potencial. Se hicieron 4 mediciones con diferentes corrientes. En la Tabla 6.7 se indica el valor final promedio de todas las mediciones.

Tabla 6.7. Valor de conductividad en cada acero inoxidable.

AISI	Conductividad ($S\ m^{-1}$)
409	$(0,587 \pm 0,003) \times 10^6$
430	$(0,568 \pm 0,11) \times 10^6$
439	$(0,174 \pm 0,001) \times 10^6$
441A	$(0,269 \pm 0,003) \times 10^6$
444	$(0,413 \pm 0,001) \times 10^6$

6.2.2 Mediciones del ciclo de histéresis

Se midió el ciclo de histéresis con el fin de determinar la permeabilidad magnética relativa. Este valor fue empleado para calcular la profundidad del efecto magnético (δ) en cada uno estos aceros. Las mediciones se llevaron a cabo con el Magnetómetro de Muestra Vibrante, Modelo Versalab, marca Quantum Design, del Departamento de Física de la Materia Condensada, Gerencia de Investigación y Aplicaciones, GAIyANN, CNEA, CAC.

Se realizaron las mediciones en 5 pequeñas muestras (virutas de 1 mm x 1 mm x 0,5 mm). En la Figura 6.7, se muestran el ciclo de histéresis para cada material, tal como fue provisto por el fabricante.

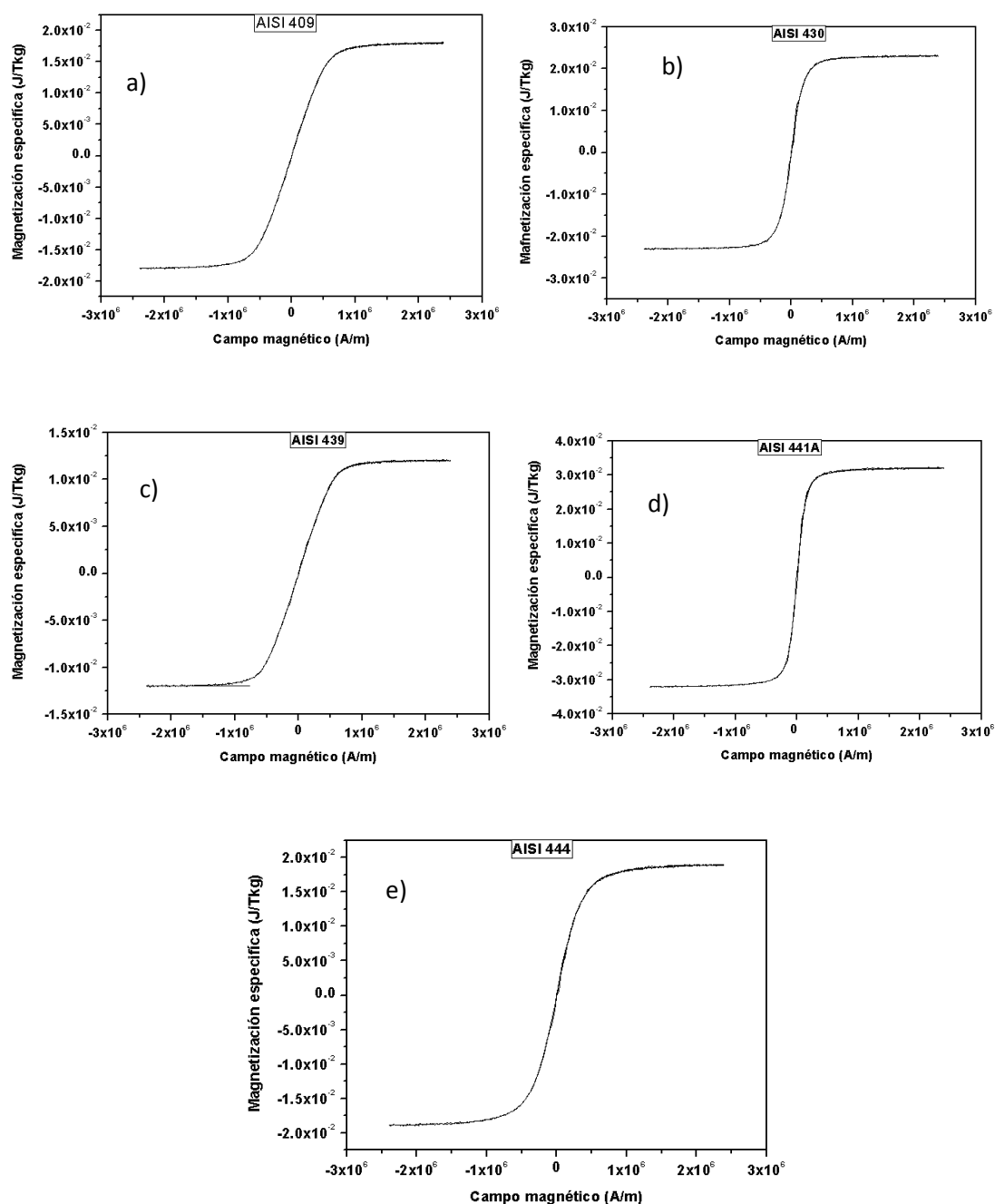


Figura 6.7. Ciclo de histéresis de los AISI: a) 409, b) 430, c) 439, d) 441 A y e) 444.

En la Tabla 6.8 a partir del ciclo de histéresis, se muestran los resultados de la permeabilidad magnética relativa de cada uno de los aceros, observándose que son iguales despreciando las cifras no nulas después del quinto lugar decimal.

Tabla 6.8. Permeabilidad magnética relativa de cada uno de los aceros inoxidables

AISI	Permeabilidad relativa
409	1
430	1
439	1
441A	1
444	1

La profundidad de penetración se calculó empleando la ecuación 2.8 ya citada. En la Tabla 6.9, se indica la profundidad de excitación magnética para 10 Hz en cada uno de los aceros en estudio.

Tabla 6.9. Profundidad de penetración de cada uno de los aceros inoxidables

AISI	Profundidad de penetración (mm)
409	0,52
430	0,53
439	0,96
441A	0,77
444	0,62

Teniendo en cuenta la frecuencia de excitación de 10 Hz y el espesor de cada una de las placas (0,5 mm), la profundidad de penetración del campo magnético de excitación abarca el espesor de las placas de todos los materiales.

6.2.3 Propiedades mecánicas

Debido a la geometría de las placas originales, para los ensayos de tracción uniaxial se pudieron cortar por láser: 4 probetas de 0° y 7 de 90° bajo Norma [ASTM E8, 2004]. En la Figura 6.8, se observa una fotografía de una de las probetas para ensayos de tracción según la Norma indicada.

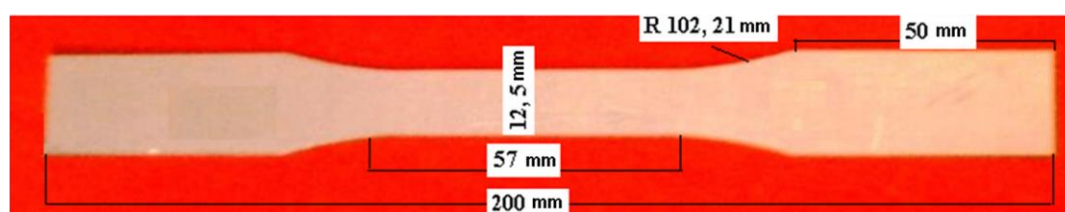


Figura 6.8. Dimensiones de la probeta según la Norma ASTM E8.

Para obtener las propiedades mecánicas de estos tres materiales seleccionados, se ensayó hasta ruptura una probeta de 0° y otra de 90°. Los ensayos se realizaron en la Gerencia de Materiales, División Materiales Avanzados, Laboratorio SUR 100, utilizando la máquina de tracción Shimadzu de 100 kN controlada por un ordenador, donde se registraron las mediciones de carga en función del alargamiento, ya que no se disponía de “strain gauges”. Las mediciones se realizaron de forma continua y simultánea con la carga instantánea aplicada y el alargamiento resultante. Se utilizó una celda de carga de 100 kN. El ensayo se realizó a una velocidad constante de 1 mm/min, siguiendo una Norma [IRAM IAS-U500-102]. El ensayo de tracción hasta la ruptura final, tuvo una duración total de varios minutos. En la Figura 6.9 y 6.10 se muestra una fotografía de la máquina de ensayo y de las probetas ensayadas, indicándose la posición de la fractura con una elipse amarilla.



Figura 6.9. Fotografía de la máquina usada para los ensayos de tracción a ruptura, Shimadzu de 100 kN.

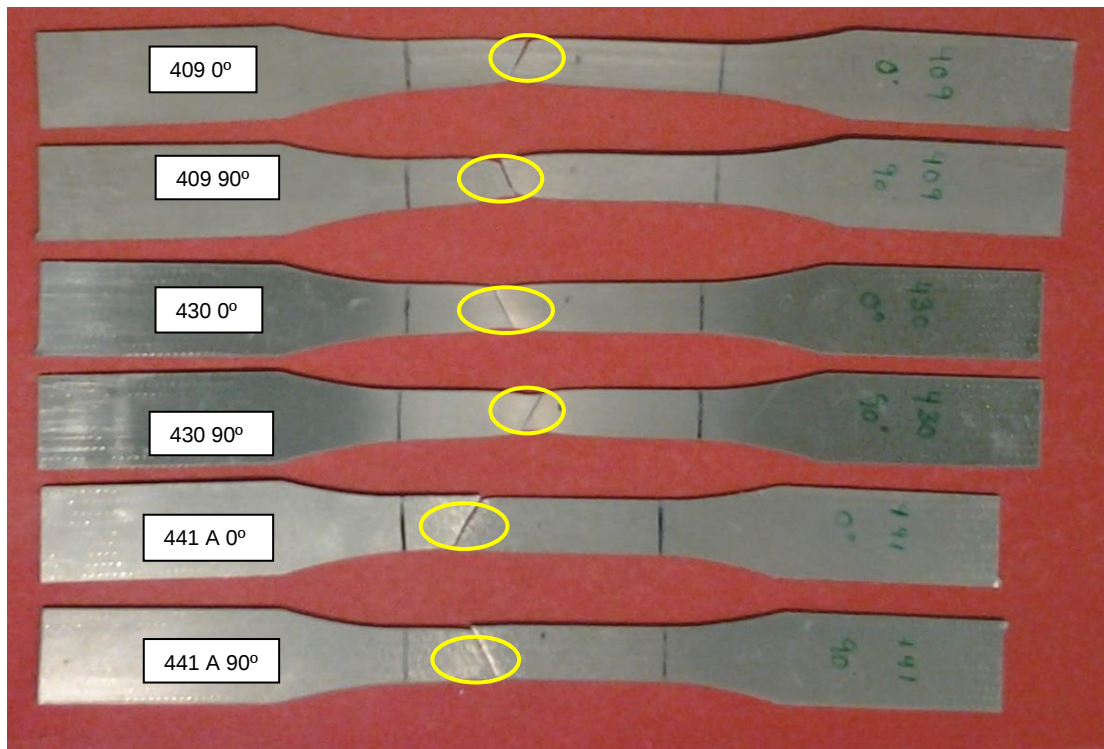
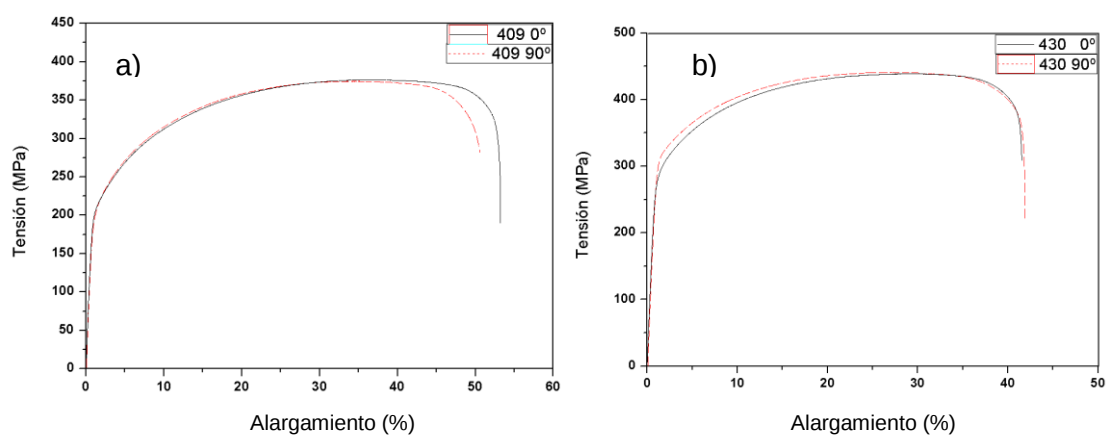


Figura 6.10. Fotografía de las probetas ensayadas hasta la ruptura, se indica la ruptura con una elipse amarilla.

En la Figura 6.11 se presentan las curvas superpuestas (0° y 90°) de tensión-alargamiento de los aceros inoxidables: 409, 430 y 441A. Las curvas muestran un aspecto redondeado sin ningún punto de inflexión que indique el límite elástico para el material, por lo cual se debe escoger la tensión correspondiente al 0,2 % de la deformación plástica como su límite.



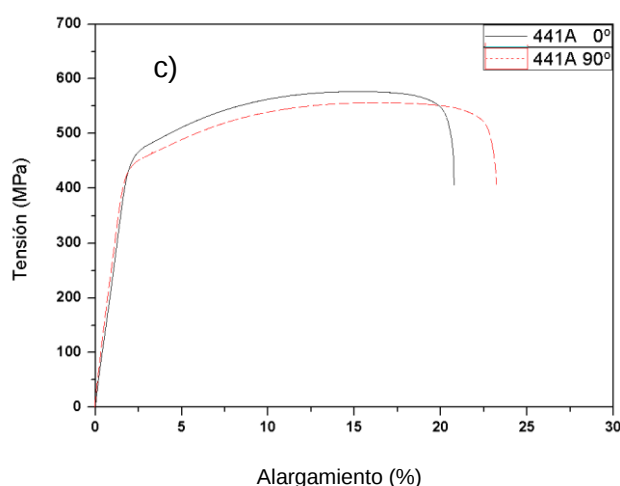


Figura 6.11. Curvas superpuestas (0° y 90°) de tensión-alargamiento de las probetas ensayadas AISI a) 409, b) 430 y c) 441A, para 0° y 90° .

La curvatura del gráfico tensión-alargamiento depende de varios factores como por ejemplo, la composición química, el nivel de trabajado en frío y la dirección de las tensiones en el material. Esto se puede observar claramente en las Figuras 6.10 y 6.11, donde se ve que el acero que tiene menor porcentaje de Cr (AISI 409) presenta mayor ductilidad (mayor deformación plástica), seguido del 430 y por último el 441 A (ver Tabla 6.1). En la Tabla 6.10, se muestran las propiedades mecánicas de los aceros en estudio, obtenidas de las curvas de ensayos a tracción para 0° y 90° .

Tabla 6.10. Propiedades mecánicas de los aceros inoxidables AISI: 409, 430 y 441A.

Aceros AISI	Límite elástico σ_y (MPa)	Tensión de fluencia σ_s (MPa)	Tensión de rotura σ_f (MPa)
409 0°	207	376	287
409 90°	202	374	282
430 0°	290	439	379
430 90°	288	442	350
441 0°	434	577	405
441 90°	423	557	406

6.2.4 Mediciones de RMB y EMA

Se presentan los diferentes ensayos experimentales de las técnicas aplicadas de RMB y EMA en diferentes probetas en estos aceros.

6.2.4.1 Estudio de anisotropía magnética, probetas “cuasi cuadradas”.

Para estudiar la anisotropía magnética inducida por el proceso de laminación original, se utilizó la técnica de RMB en estos aceros inoxidable ferríticos. Si bien también se implementó simultáneamente el sistema de medición de EMA, ésta no pudo ser visualizada por encima del umbral del ruido electrónico, debido a que el campo magnético adecuado para medir el RMB, no era suficientemente grande para la EMA. Por lo tanto en este caso no se pudo medir la EMA.

Por cada placa se obtuvo una probeta denominada “cuasi cuadrada” con dimensiones de: 157 mm x 125 mm x 0,5 mm. Como son 5 materiales diferentes se obtuvo un total de 5 probetas.

El campo de excitación del yugo se lograba con una corriente sinusoidal de 10 Hz con una amplitud de 1 V, producida por el generador de funciones LeCroy ARB Studio 1102, amplificadas con un amplificador de potencia. La bobina sensora del RMB estaba colocada en el centro del yugo. El yugo fue ubicado sobre la dirección 0°-180° de una circunferencia dibujada sobre la probeta, de modo que la dirección de laminación y las líneas del campo coincidieran con la dirección 0°-180° (ver Figura 6.12). Luego se variaba la dirección del campo girando el yugo cada 15° hasta completar la circunferencia. En la Figura 6.13 se muestra una fotografía del sistema de medición experimental.

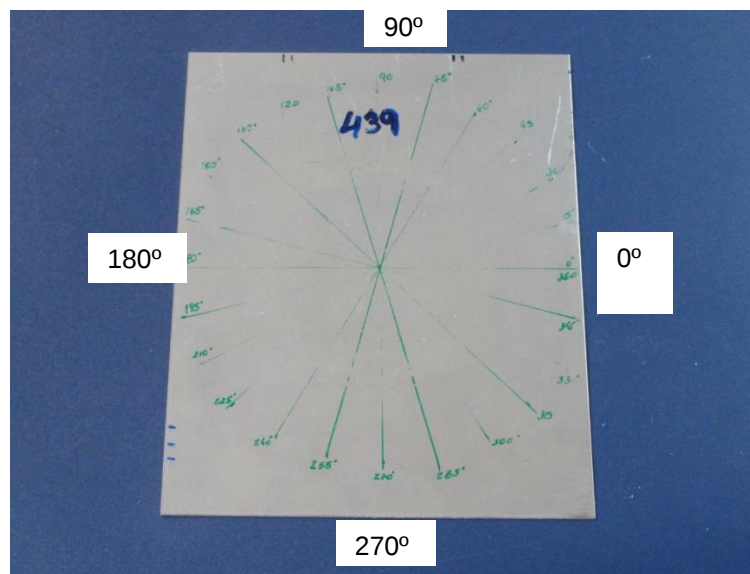


Figura 6.12. El yugo se ubicó en el centro de la muestra y se fue rotando cada 15° de acuerdo con los ángulos indicados.

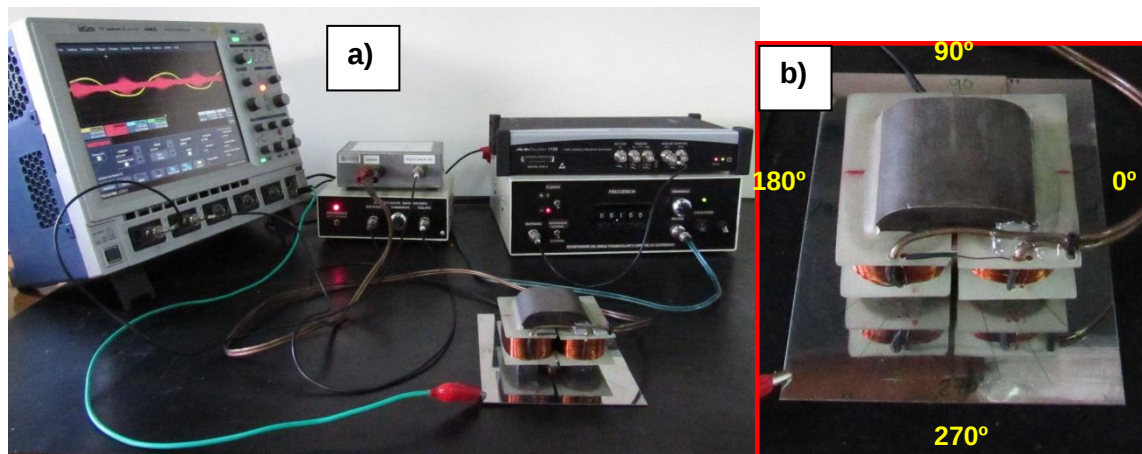


Figura 6.13. a) Fotografía del sistema experimental de medición del RMB, b) detalle de la posición del yugo.

6.2.4.2 Ensayos de RMB y EMA en probetas rectangulares

Como la EMA no fue detectable con el campo magnético generado por el yugo, se construyó especialmente un solenoide que pudiera “envolver” a las probetas, generando así un mayor campo magnético.

Para estos estudios se midieron el RMB y la EMA sobre probetas rectangulares obtenidas a partir de las placas originales. Las dimensiones de las probetas eran: 85 mm x 210 mm x 0,5 mm. Por cada placa se obtuvieron dos probetas una en el sentido de laminación (0°) y otra en su dirección perpendicular (90°). Como eran cinco materiales diferentes se obtuvo un total de 10 probetas.

El solenoide se construyó con 1500 vueltas, una longitud de 18 cm y diámetro interno de 9,5 cm. Las probetas fueron introducidas en el solenoide, generando el mayor campo magnético en el centro del mismo. Para capturar la EMA se empleó un equipo de EA de 2 canales, un canal para el sensor resonante de 150 kHz (PAC R15I-AST S/N DN32) y otro canal para el sensor de banda ancha (WD, 100-800 kHz, PAC WD S/N AE65), cada uno con un preamplificador externo de 40 dB con bajo nivel de ruido ($< 7 \mu\text{V}$). Entre los sensores y la superficie del material se creó un acoplante adecuado. Tanto la bobina sensora de RMB como los dos sensores de EMA se sujetaron sobre la cara superior de la probeta con cinta aisladora (ver Figura 6.14). La bobina en la zona central y los dos sensores de EA aproximadamente a 80 mm. En la fotografía de la Figura 6.15 se puede apreciar la disposición experimental completa.

La excitación utilizada sobre la bobina fue una señal sinusoidal de 10 Hz; producida por un generador de funciones LeCroy ARB Studio 1102, con una amplitud de 1 V que luego fue amplificada por un Amplificador de Potencia especialmente construido. La máxima corriente circulante en la bobina era de aproximadamente de 0,15 A. Los valores fueron obtenidos midiendo la caída de tensión en una resistencia de 10 Ohm, en serie con la bobina excitadora. La bobina sensora del RMB se conectó a un amplificador especialmente diseñado, con una banda de paso de 1-500 kHz con bajo nivel de ruido.

Se digitalizaron simultáneamente en el osciloscopio LeCroy todas las señales, de acuerdo con el siguiente detalle: canal 1: señal de RMB, canal 2: señal de EMA del sensor de Banda Ancha, canal 3: señal de EMA del sensor Resonante, y en el canal 4 la caída de potencial en la resistencia. Para conocer la influencia del campo magnético de excitación sobre los sensores de EMA, se hicieron ensayos previos

donde se verificó que no se producía ninguna interferencia [Neyra Astudillo M. R. et al., 2015].

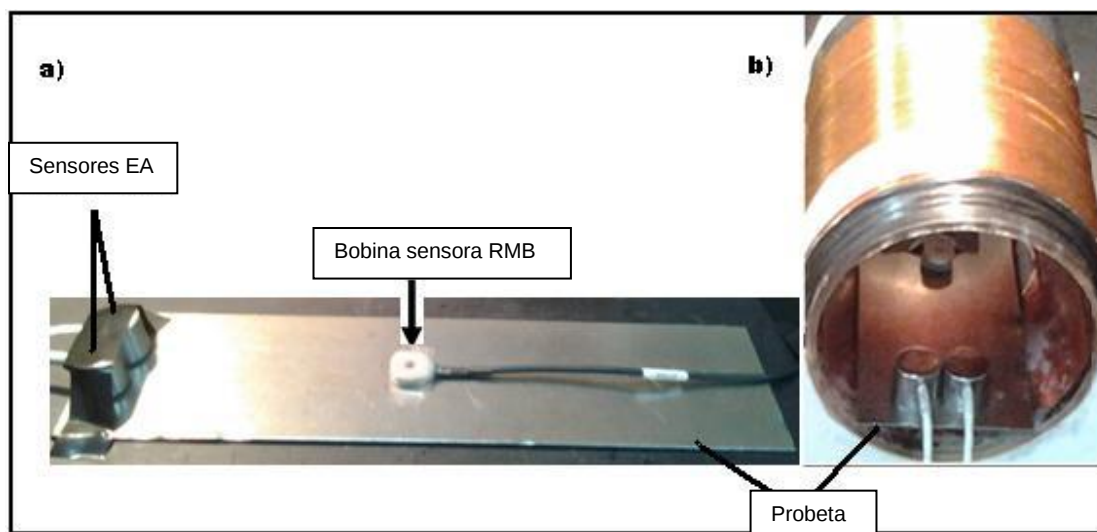


Figura 6.14. a) Fotografía de una probeta con el sensor de RMB y los 2 sensores de EA. b) Fotografía de la probeta dentro del solenoide con los 3 sensores acoplados.

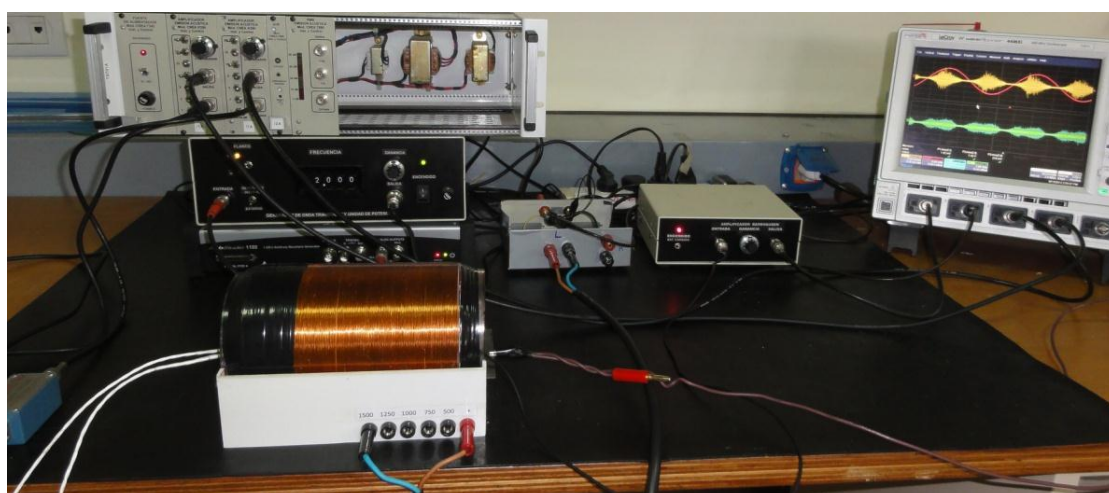


Figura 6.15. Fotografía del sistema experimental de medición del RMB y EMA.

6.2.4.3 Ensayos de tracción con varias etapas de deformación

Las probetas de AISI 409 de 0° y 90°, se sometieron a ensayos de tracción uniaxial con diferentes grados de deformación, empleándose la máquina de tracción Shimadzu, con las mismas condiciones de velocidad de deformación anterior (1 mm/min). Llegado el turno de realizar los ensayos con los otros dos materiales (AISI 430 y 441 A), ante la imposibilidad de satisfacer las condiciones requeridas por el Laboratorio SUR 100, se tuvo que recurrir a completar los ensayos en otro Laboratorio. Se accedió al Laboratorio del Grupo Componentes Estructurales y Combustibles de Muy Alta Densidad, Gerencia Ciclo de Combustible Nuclear, donde se pudo emplear la máquina universal de ensayos EMIC DL10000 No. 11205 NS 443, de 10000 kgf controlada por una PC con el programa Tesc versión 3.04. En la Figura 6.16 se muestra la máquina de ensayo de tracción EMIC.



Figura 6.16. Fotografía de la máquina de tracción EMIC con su extensómetro.

Las probetas de 0° y de 90° de los tres materiales, fueron deformadas en cuatro etapas sucesivas. Las tres probetas de un mismo material fueron deformadas hasta una deformación de D_1 ; y luego ensayada en el Laboratorio de EA midiéndose el RMB y la EMA empleando el solenoide. A continuación se deformó hasta D_2 ; repitiéndose los ensayos de RMB y EMA. El mismo procedimiento se empleó hasta la deformación D_4 .

Debido a la geometría rectangular de las placas originales, se pudo obtener una mayor cantidad de probetas de 90° que de 0° . Esto permitió solamente en el caso de 90° , separar como “testigo” una de las probetas en cada etapa de deformación (D_1 a D_4) para posteriormente analizar su microestructura y la anisotropía magnética de la zona de mayor deformación.

En la máquina de tracción EMIC, se medía la carga instantánea aplicada (con una celda de carga de 50 kN) y la deformación resultante con un extensómetro Trd 6, de 50 mm de apertura inicial. Los ensayos se realizaron también a una velocidad constante de 1 mm/min.

En las Figuras 6.17 a 6.19 se muestra la reconstrucción de las sucesivas etapas de deformación, para las probetas de los aceros AISI: 409, 430 y 441A (0° y 90°). Comparando esas Figuras con las Figuras 6.9, se observa que las probetas fueron deformadas apenas un poco más de la zona de fluencia. Las incongruencias en la continuidad de las distintas etapas de deformación (Figura 6.18 y 6.19) se podrían deber a deslizamientos en los soportes de la máquina de tracción y a la falta de calibración inicial que fuera informada posteriormente a la realización de estos ensayos. Dado que no se disponía de más material para hacer otras probetas, los ensayos no pudieron repetirse.

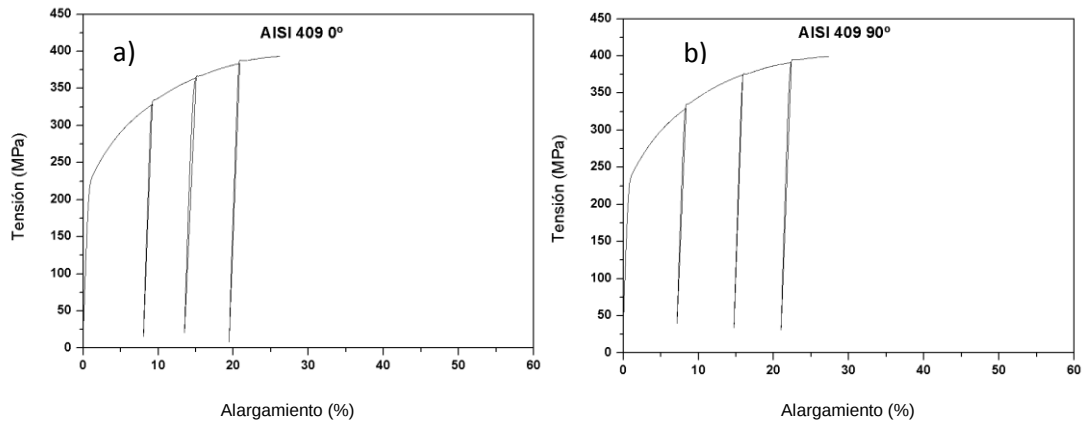


Figura 6.17. Reconstrucción de la curva de tensión-alargamiento del AISI: 409 para a) 0° y b) 90° (máquina Shimadzu).

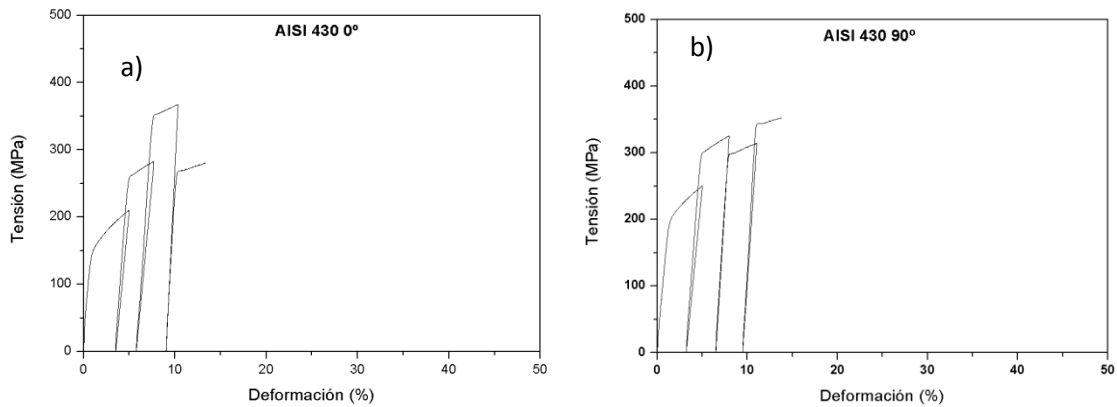


Figura 6.18. Reconstrucción de la curva de tensión- deformación del AISI: 430 para a) 0° y b) 90° (máquina EMIC).

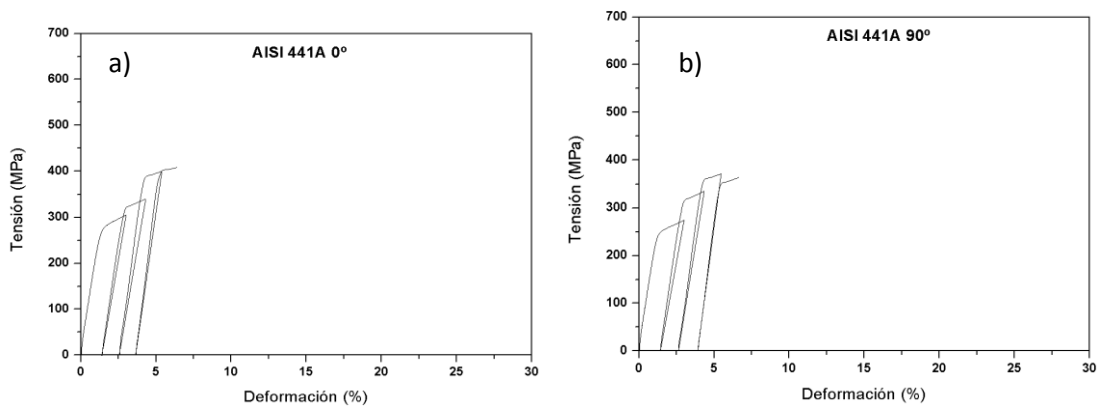


Figura 6.19. Reconstrucción de la curva de tensión-deformación del AISI: 441 para a) 0° y b) 90° (máquina EMIC).

6.2.4.4 Ensayos de RMB y EMA en probetas deformadas

En toda esta etapa para medir el RMB y la EMA, las probetas fueron excitadas a través del campo magnético dentro del solenoide. Este era excitado por una onda sinusoidal de 10 Hz, producida por un generador de funciones con amplitud de 1,5 V,

incrementada a través de un amplificador de potencia. La intensidad de corriente máxima fue de 0,6 A, medida en una resistencia de 10 Ohm en serie con el solenoide, produciendo un campo magnético máximo de 4,4 kA/m. La bobina sensora de RMB se conectaba a un amplificador con una banda de paso (1-500) kHz con bajo nivel de ruido. Para capturar la EMA, se utilizaron los mismos sensores que en 6.2.4.2, uno resonante y otro de banda ancha. La bobina sensora del RMB se ubicaba en la zona central de la probeta y los 2 sensores de EA en cada uno de los extremos de la misma. La dirección del campo producido por el solenoide era paralela a la dirección axial de la probeta. Para mantener todo el conjunto en la zona central del solenoide (mayor campo magnético) se construyó un soporte de plástico adecuado.

Después de cada etapa de deformación plástica, se hicieron los ensayos de RMB y EMA en cada una de las probetas deformadas para cada tipo de acero, para 0° y 90°. Todas las señales fueron registradas en el osciloscopio digital LeCroy con la misma configuración anterior (ver 6.2.4.2). En la Figura 6.20 se muestra la fotografía del sistema de medición y la ubicación de los sensores de RMB y EA.

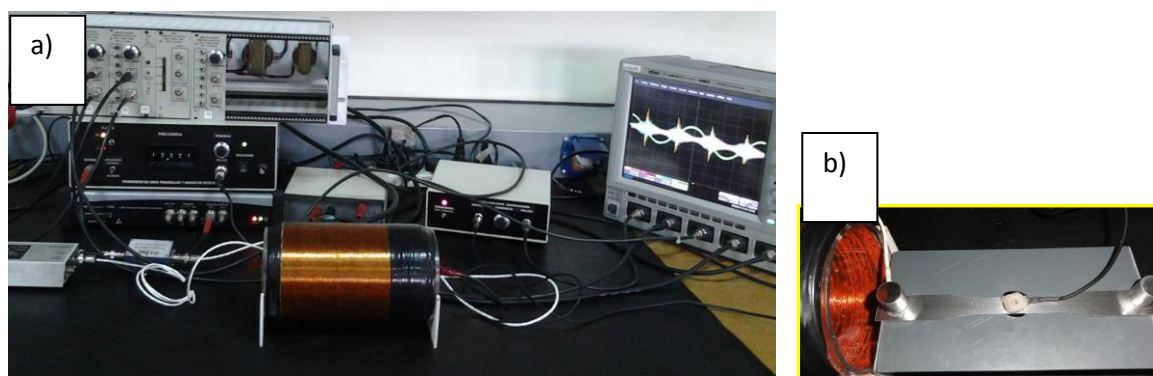


Figura 6.20. a) Fotografía del sistema experimental de medición del RMB y EMA, b) detalle de la ubicación de los sensores de RMB y EA.

6.2.4.5 Estudio de anisotropía magnética en probetas deformadas

Como ya se dijo (ver sección 6.2.4.3) para el estudio de la anisotropía magnética y el análisis microestructural, sólo se pudieron utilizar las probetas uniaxiales cortadas perpendicularmente al sentido de laminación (90°). Una vez alcanzada cada una de las deformaciones parciales D_1 a D_4 , se desmontaba la probeta y en el Laboratorio del Departamento ICES y Ondas Elásticas, se realizaban las mediciones de anisotropía magnética con el RMB.

Para estos ensayos se construyó un pequeño yugo de tamaño tal que pudiera describir un giro completo en la zona central de mayor deformación de la probeta (ver Figura 6.21). El campo magnético de excitación se lograba con una corriente sinusoidal de 10 Hz producida por el generador de funciones LeCroy ARB Studio 1102, amplificada con un amplificador de potencia. La bobina sensora del RMB estaba colocada en el centro de las patas del pequeño yugo. La probeta fue ubicada sobre la dirección 90°-270° del gráfico polar, de modo que la dirección de laminación coincidiera con la dirección 0°-180° del gráfico (ver Figura 6.22). La dirección de 0° coincidía con el campo magnético inicial, luego se variaba la dirección del campo girando el yugo cada 30° hasta completar la circunferencia.

Todas las señales fueron grabadas en el osciloscopio LeCroy, en el canal 1 la señal RMB y en el canal 2, el voltaje de excitación sobre una resistencia de 10 Ohm.

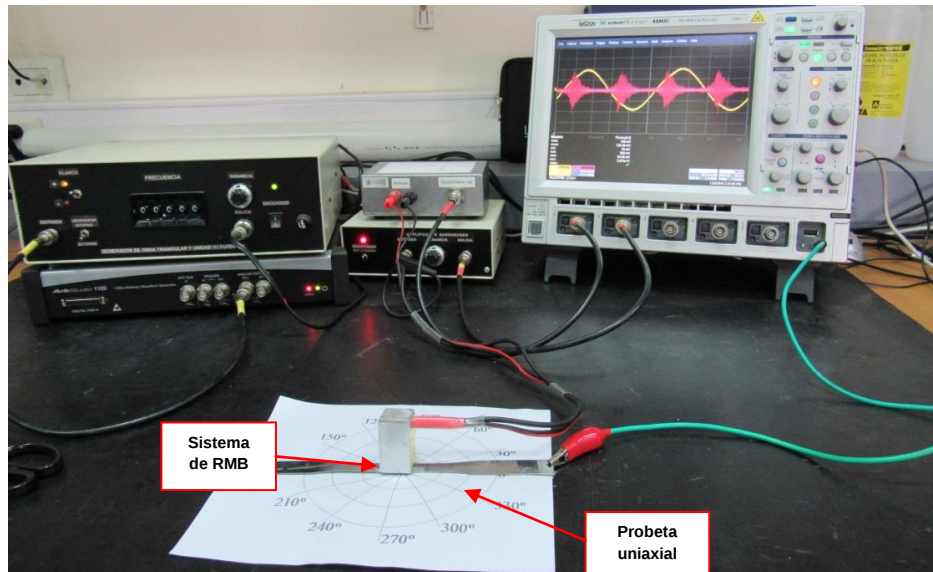


Figura 6.21. Esquema del sistema experimental de medición del RMB para las probetas de 90°.

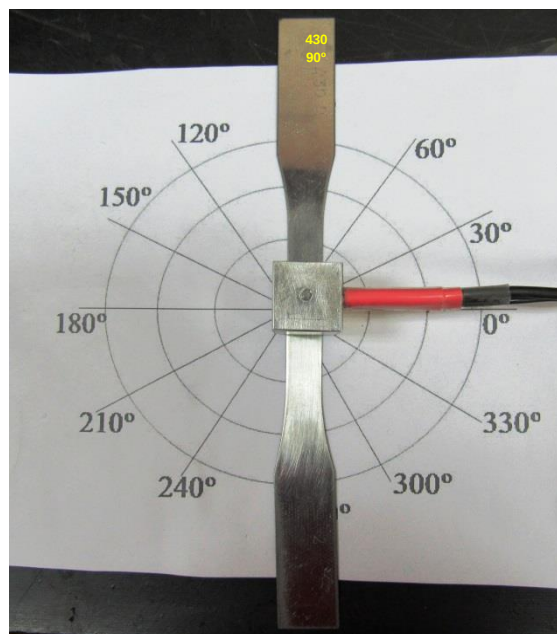


Figura 6.22. Fotografía de una vista ampliada del sistema de medición del RMB en una probeta de 90°.

6.3 Resultados y discusión

En este apartado se presenta la caracterización de los materiales en estado original y con cada etapa de deformación, relacionándolas con el RMB y la EMA.

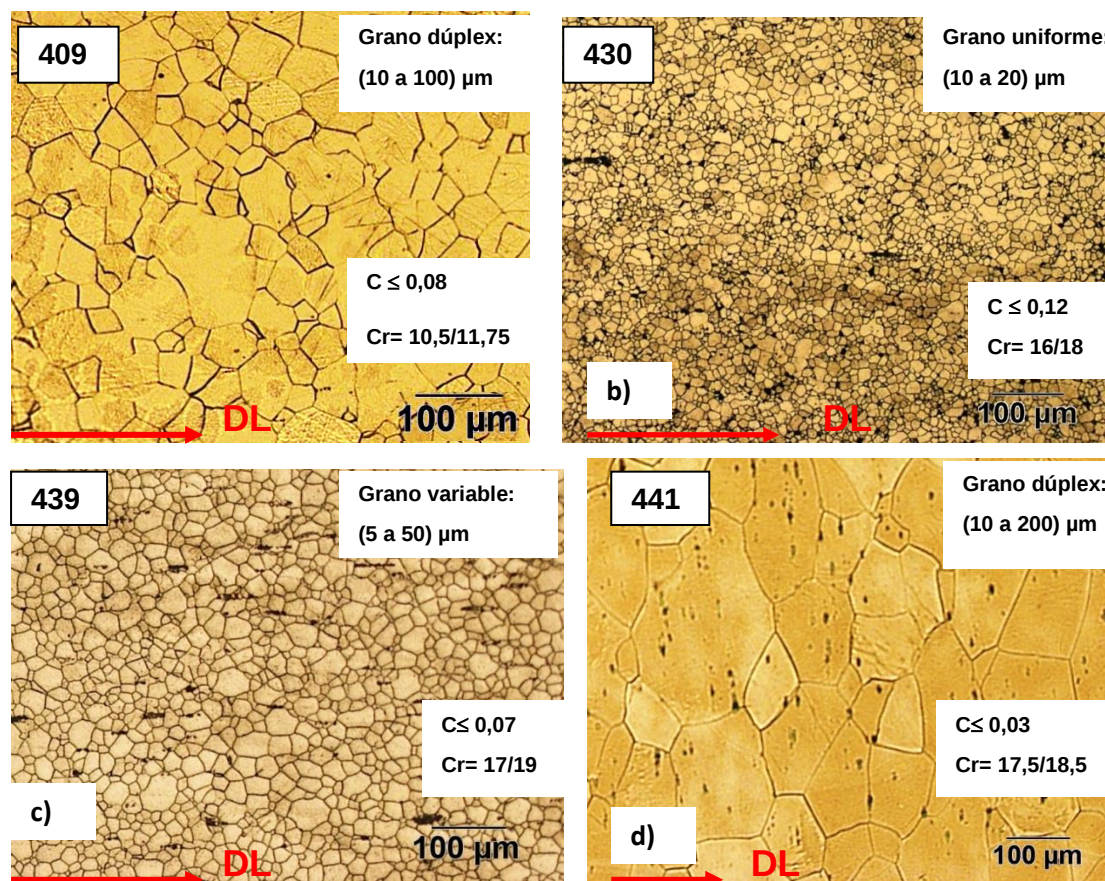
6.3.1 Caracterización, materiales en el estado original

En esta sección se presentan los resultados obtenidos respecto a la composición química, microestructural y textura cristalina, en el estado de recepción de todas las placas y su relación con el RMB y la EMA medidos.

6.3.1.1 Análisis microestructural

Para corroborar la composición química del fabricante se realizó un análisis por EDX, en muestras de cada uno de los materiales. Se observó que los resultados obtenidos por EDX están dentro de los porcentajes presentados por el fabricante (ver Figura 6.2 y Tabla 6.4).

En la Figura 6.23 se presentan las metalografías de estos aceros sin deformar, indicándose con una “flecha” de color rojo la dirección de laminación. Estas placas fueron laminadas en frío y recocidas, seguidas de un decapado, con un espesor final de 0,5 mm [Carbó M. H, 2008]. Presentan una microestructura constituida por una matriz ferrítica y granos recristalizados en forma equiaxial. Para los cinco materiales, no se manifestó nítidamente la deformación producida por la laminación ya que no se ven granos alargados. En a) el acero 409 presenta grano dúplex con pequeños granos recristalizados que varían de 10 μm a 100 μm ; en b) el 430 presenta un tamaño de grano uniforme de 10 μm a 20 μm , con carburos dispersos de manera uniforme; c) el AISI 439 presenta a pequeños granos recristalizados que varían entre 5 a 50 μm ; d) el 441A, muestra también un tamaño de grano dúplex con variación entre de 10 μm a 200 μm y en e) el AISI 444, presenta pequeños granos recristalizados que varían entre 5 a 50 μm . [Castillo Guerra, 2012].



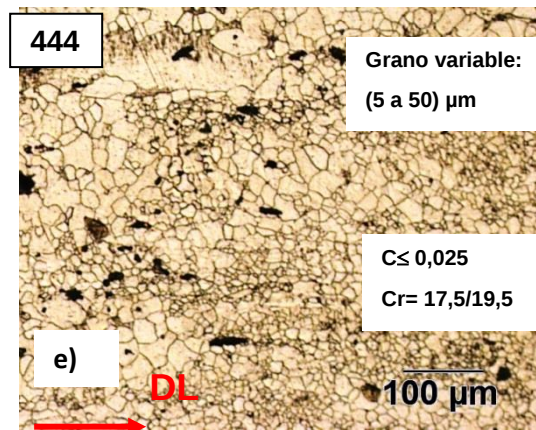


Figura 6.23. Fotografías de las microscopías ópticas de las probetas de los aceros inoxidables AISI a) 409, b) 430, c) 439, d) 441A y e) 444 sin deformar. La flecha roja indica el sentido de laminación.

6.3.1.2 Análisis de textura cristalográfica

En la Figura 6.5 se ven las FDP de los planos (110), (200) y (211) para los materiales originales sin deformar. En el caso de textura aleatoria, los polos se distribuyen uniformemente en la proyección, pero si existe textura como tal, los polos aparecerán alrededor de algunas orientaciones preferenciales dejando las demás áreas desocupadas. La dirección de laminación (DL) está usualmente situada hacia el norte de la superficie, y la dirección transversal (TD) hacia el oeste de la figura de polos. El centro del círculo corresponde a la dirección normal (DN) del plano de la muestra. Con los colores se indican los niveles de intensidad de las reflexiones desde un valor máximo y un mínimo. En la FDP (110) para todos los materiales, se registran los valores de mayor intensidad en la DT y a aproximadamente a 30° lo largo del plano DN - DT. Para las FDP (200), se observan componentes de textura en la tres direcciones: DN, DT y DL y en la FDP (211) se ve que en todos los aceros hay una mayor intensidad en la DN y a y aproximadamente a 70° del pano DN-DT.

El análisis de textura realizado muestra características similares con los tradicionales aceros ferríticos laminados en frío y recocidos [Pimentel Fraga G., 2014]. De la Figura 6.6 se observa en el corte ODF para $\phi_2 = 45^\circ$ la existencia de cuatro componentes de textura: $\{111\} \langle 1-21 \rangle$, $\{111\} \langle 1-10 \rangle$, $\{554\} \langle -2-25 \rangle$ y una rotada $10^\circ \{113\} \langle 1-10 \rangle$. Las fracciones de volumen varían entre 2,99 % y 14,02 % (ver Tablas 6.5 y 6.6), con una mayor intensidad en las orientaciones que pertenecen a los planos $\{111\}$, presentes en las orientaciones 2 y 3 que corresponden a los mecanismos de nucleación de alta energía, por el proceso de recrystalización (ver Figura 6.24). La textura de recrystalización depende de la textura inicial de la laminación en frío y de la microestructura. La recrystalización de la laminación en frío procede en gran parte por el crecimiento anormal de subgranos en la vecindad de los bordes de grano. A diferencia de los aceros al C, las bandas de cizallamiento en el grano no son prevalentes y, por lo tanto, no actúan como sitios primarios para la nucleación de la recrystalización [Raabe D et al. 1993, Ferreira Filho A. et al. 2008]. Raabe D. et al. (1993), establecen que la variación del contenido del Nb y Ti no producen cambios en la textura de estos aceros inoxidables, pero sí el contenido de Cr, en algunas componentes. Por el contrario, Ferreira Filho A. et al. (2008), indicaron que la adición de elementos aleantes como el Ti y Nb provocan una disminución en algunas componentes de la textura de laminación en frío.

En los resultados de estas Tesis, considerando las Tablas 6.1 y 6.6, se observa que el acero 430, que no contiene Nb ni Ti, es el que presenta menor volumen porcentual total (23,09 %) en las componentes identificadas.

En la Figura 6.6, se observa que los cortes de la ODF para $\phi_2=45^\circ$ en los casos del 430 y del 444 las imágenes coloreadas son bastante similares entre sí, pero diferentes al resto.

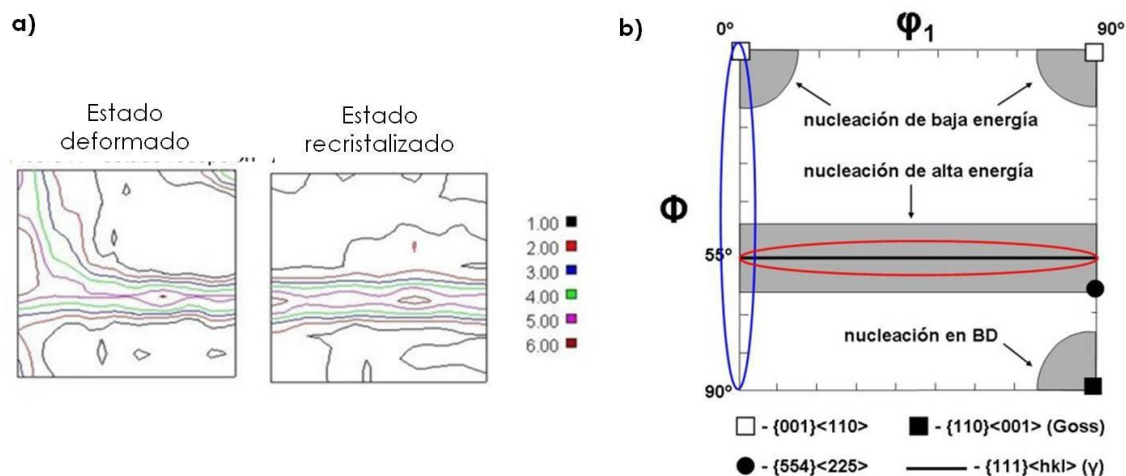


Figura 6.24. (a) Textura de un acero ferrítico convencional en el estado deformado y recrystalizado y (b) principales orientaciones y mecanismos de nucleación asociados. BD=Bandas de deformación. Las fibras γ y α se señalan con un círculo azul y rojo, respectivamente [Pimentel Fraga G., 2014].

Debido a la complejidad del análisis de la información de la textura no se pudo hasta ahora hallar una definida correlación con las características microestructurales físicas y magnética de los distintos materiales. Queda este tema como una de las tareas pendientes de esta Tesis.

6.3.1.3 Análisis de las señales de RMB y EMA

Se presenta en esta sección el estudio de la anisotropía magnética mediante el RMB (probetas “cuasi cuadradas”) y el análisis de las señales de RMB y EMA, de los cinco tipos de aceros en las placas rectangulares con las dimensiones apropiadas para su empleo dentro del solenoide de excitación magnética.

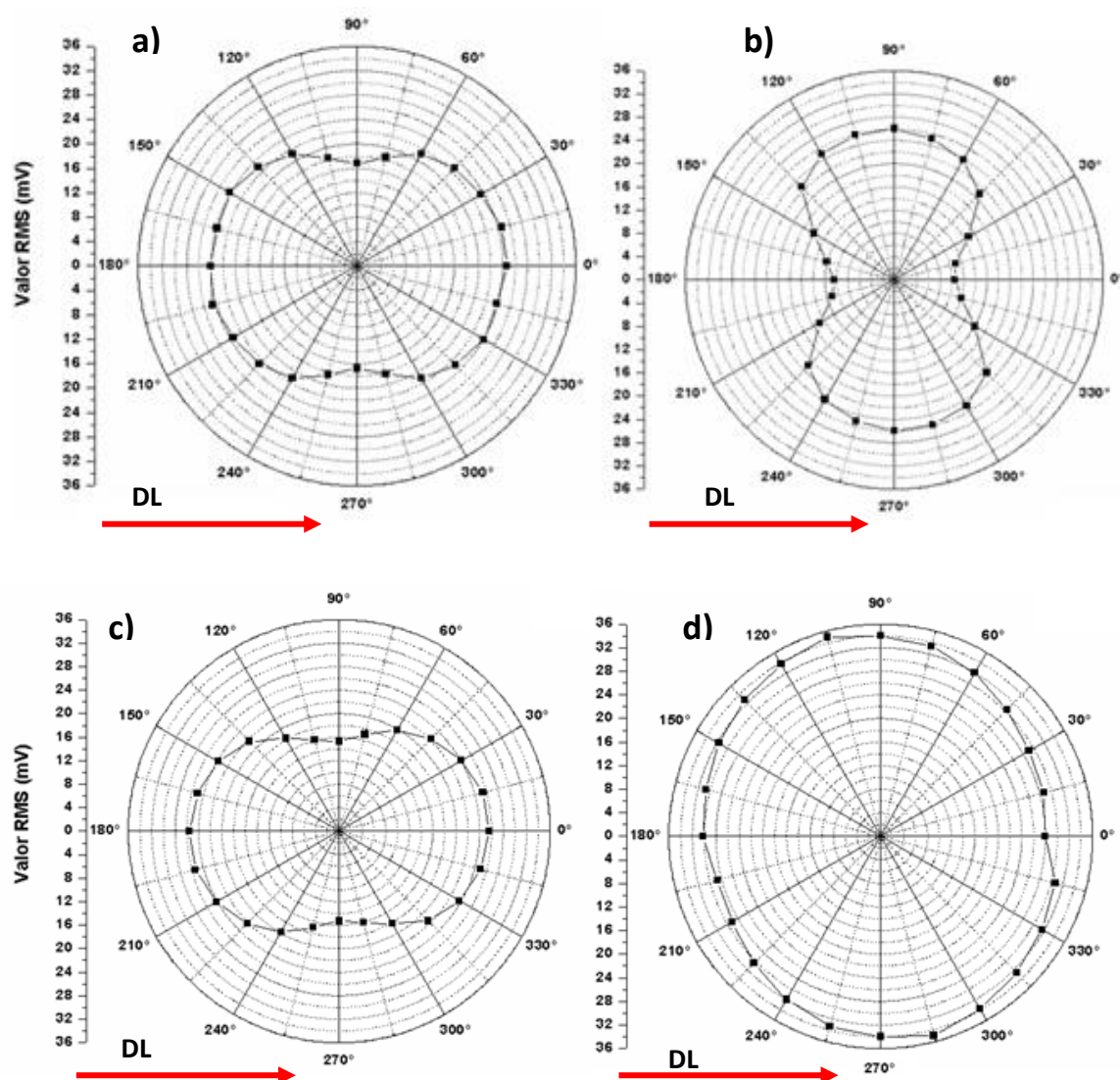
6.3.1.3.1 Estudio de la anisotropía magnética, probetas “cuasi cuadradas”

En esta sección se presenta la anisotropía magnética que está relacionada con el eje de fácil magnetización. El eje de fácil magnetización se identifica mediante un diagrama polar del valor RMS del RMB [Stefanita C. G, 2008]. En esta sección se presentan estos diagramas para las probetas “cuasi cuadradas” de los 5 aceros inoxidables ferríticos. El propósito de estas mediciones fue analizar la influencia de la dirección de laminación en la magnetización. Las mediciones angulares se hicieron cada 15° , con frecuencia de excitación de 10 Hz y amplitud de 1 V sobre el yugo.

En la Figura 6.25 se muestra el diagrama polar del valor RMS del RMB para cada acero inoxidable, sin deformar. Para el 409 (a) y para el 439 (c), la forma de la gráfica revela la dirección de un eje de fácil magnetización (mayores valores de RMB) coincidente con la dirección de laminación (DL), corroborándose así la indicación del fabricante. Para el 430 (b) y para el 444 (e), el eje de fácil magnetización es perpendicular a la DL, revelando una discrepancia con los datos del fabricante. Estos resultados muestran coincidencias con el trabajo de Caldas Morgan M, (2012) para el acero 430. En la sección anterior se analizó la textura cristalográfica de todos los aceros, allí también se encontraron diferencias en estos dos últimos aceros respecto

del resto. Estas diferencias en las texturas podrían ser responsables de la rotación de los correspondientes mapas de anisotropía magnética. Para el 441A (d), se ve una distribución casi uniforme, no presentando una anisotropía magnética claramente distinguible, probablemente debido a que es el material con mayor dureza. Los resultados de la anisotropía magnética para: 430, 441A y 444, también podrían deberse a las tensiones generadas en el proceso de laminación que provocan tensiones residuales compresivas en dirección longitudinal, y de tracción en la dirección perpendicular. Debido al fenómeno de la magnetostricción inversa, los dominios magnéticos tienden a alinearse paralelamente a las tensiones de tracción y perpendicularmente a tensiones compresivas (ver Figura 6.26), lo que resulta en una mayor cantidad de dominios magnéticos alineados perpendicularmente a dirección de laminación al final del proceso [Cullity B. D., Graham C. D; 2009, Stefanita C. G., 2008; De Olivera Praxedes T., 2012; Neyra Astudillo M. R. et al., 2017].

Además en general, el análisis de las metalografías revela que las deformaciones provocadas en el proceso de laminación y posterior recocido, no modificaron sustancialmente la forma equiaxial de los granos.



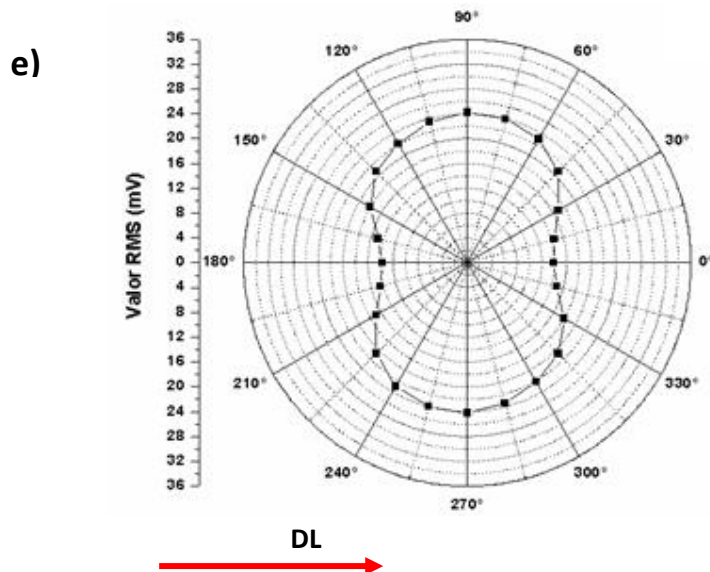


Figura 6.25. Mapa de anisotropía magnética, valores RMS de las señales de RMB en las placas de aceros AISI a) 409, b) 430, c) 439, d) 441 y e) 444. La flecha roja muestra la dirección de laminación (DL) tal como fue indicada por el fabricante.

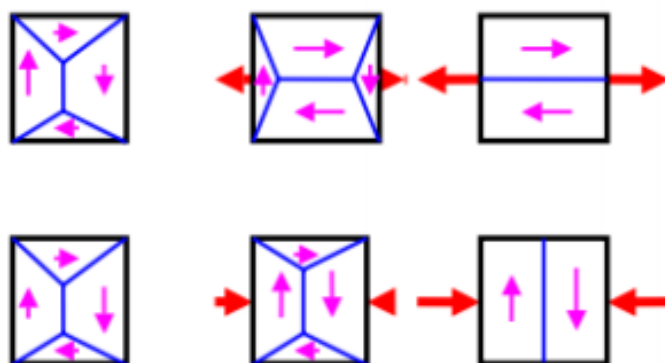


Figura 6.26. Efecto magnetoelástico: los dominios se alinean paralelamente a la dirección de tracción y perpendicularmente a la dirección de compresión [De Olivera Praxedes T., 2012].

6.3.1.3.2 Estudio de las señales de RMB y EMA, placas rectangulares

Para estos estudios se midieron el RMB y la EMA sobre probetas rectangulares obtenidas a partir de las placas originales (ver sección 6.2.4.2.) empleándose el solenoide como generador del campo magnético. Por cada placa se obtuvieron dos probetas una en el sentido de laminación (0°) y otra en su dirección perpendicular (90°). Como eran cinco materiales diferentes se obtuvo un total de 10 probetas.

En cada ensayo se obtuvo un archivo por cada sensor de EMA (resonante y de banda ancha), otro por la corriente de excitación y uno por el sensor de RMB. Así se procedió para cada dirección de corte de las probetas (0° y 90°). Es decir, un total de 8 archivos por cada acero ensayado. Las señales del osciloscopio fueron

digitalizadas con una frecuencia de 2,5 MSamples/s. Las señales de RMB y EMA se procesaron con la ayuda de Matlab, calculándose su envolvente y su valor RMS.

En una primera etapa se analizaron todas las señales de la EMA para el sensor de banda ancha y el sensor resonante. Se observó que el comportamiento de las señales para ambos sensores coincidía, por lo tanto aquí sólo se presenta el análisis de las señales del sensor resonante que es el que tiene mayor sensibilidad. A modo de ejemplo, en la Figura 6.27 se muestran, superpuestas, las señales del RMB de los aceros 441A y 409 (máxima y mínima dureza respectivamente) para 0° y 90° . Los valores de las ordenadas están expresados en Número de Cuentas, sabiendo que entre dos cuentas consecutivas hay $0,4 \mu\text{s}$. Se puede ver allí que hay visibles diferencias en las señales de RMB, comparadas tanto en los materiales, la dirección de corte de las probetas, sus amplitudes y formas de las señales. Los mayores valores de amplitud corresponden al acero 441 A (máxima dureza), tanto en a) como en b).

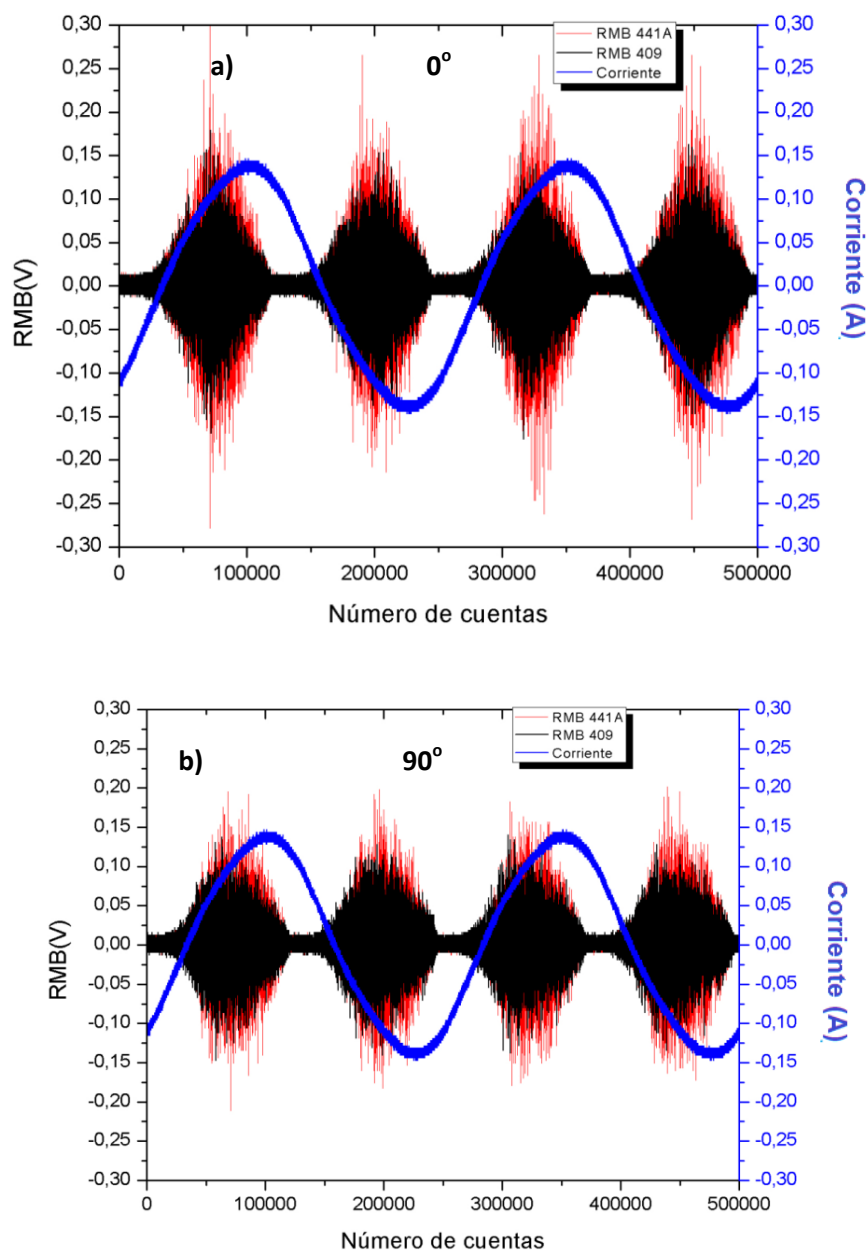


Figura 6.27. Señales superpuestas de RMB en los aceros 409 y 441A. a) para 0° y b) para 90° .

La misma representación se emplea en la Figura 6.28 para las señales de la EMA. También se pueden apreciar las diferencias en la forma y amplitud de las señales tanto para dirección de laminación (0°) como para el sentido perpendicular (90°). Pero en este caso la señal de mayor amplitud corresponde al acero con menor dureza (409). Así las señales de EMA y de RMB, tienen en este caso un comportamiento inverso.

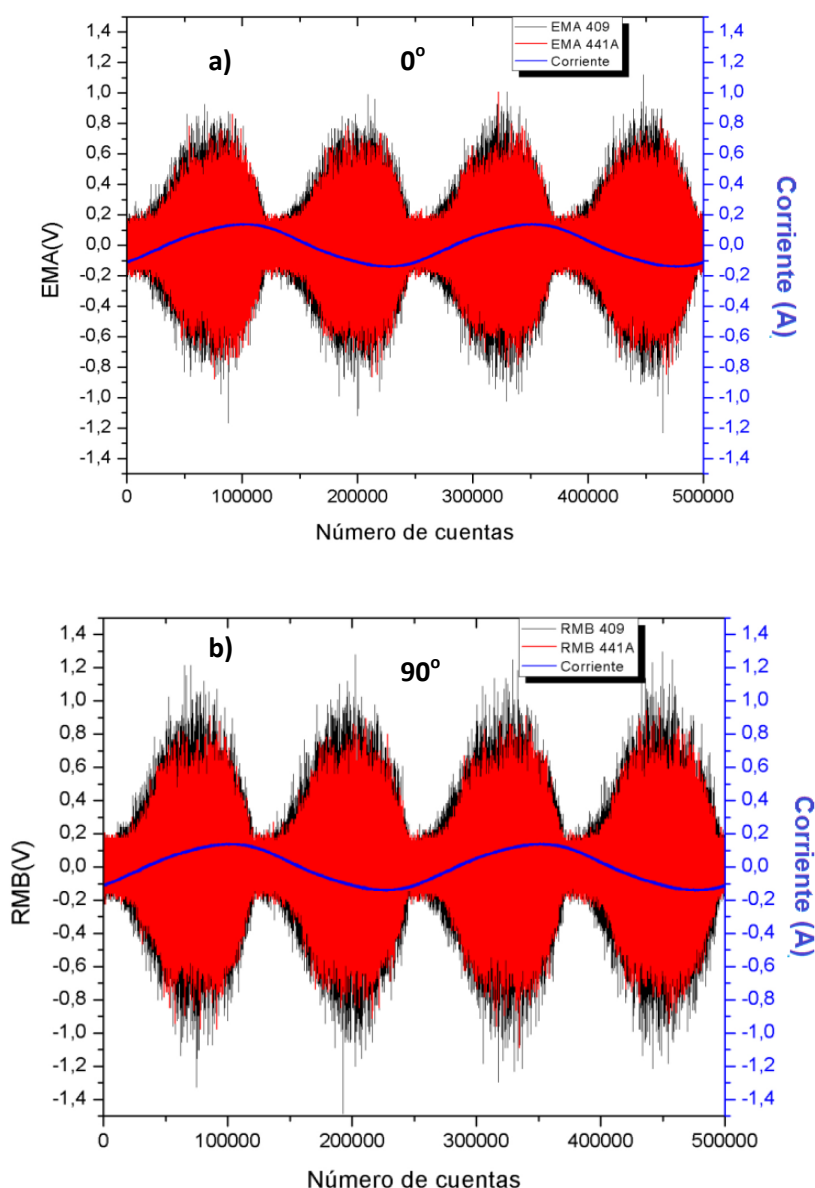


Figura 6.28. Señales superpuestas de EMA en los aceros 409 y 441A. a) para 0° y b) para 90° .

En la Figura 6.29 se muestran las envolventes de las señales del RMB para todos los aceros, a la izquierda para 0° y a la derecha para 90° . Se observa que existen diferencias notables en las formas de las envolventes para un mismo acero, y también entre todos los aceros para la misma dirección.

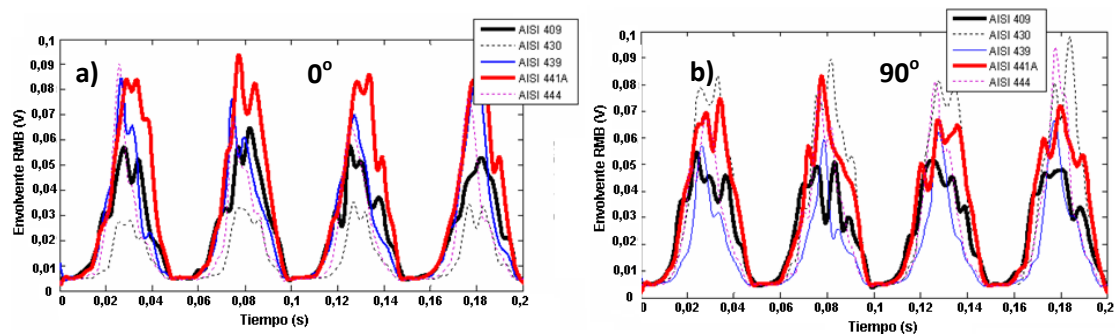


Figura 6.29. a) Envolvente de la señal RMB para 0° y b) para 90° para todos los aceros en estudio.

Con el mismo procedimiento en la Figura 6.30, se muestran las envolventes de las señales de la EMA, para todos los aceros. Se observa que las envolventes para 90° tienen en general mayor amplitud respecto a las obtenidas para las probetas en el sentido de laminación (0°), además se observan diferencias en las formas de las envolventes de cada acero. Aquí también la EMA presenta un comportamiento diferente en cada situación.

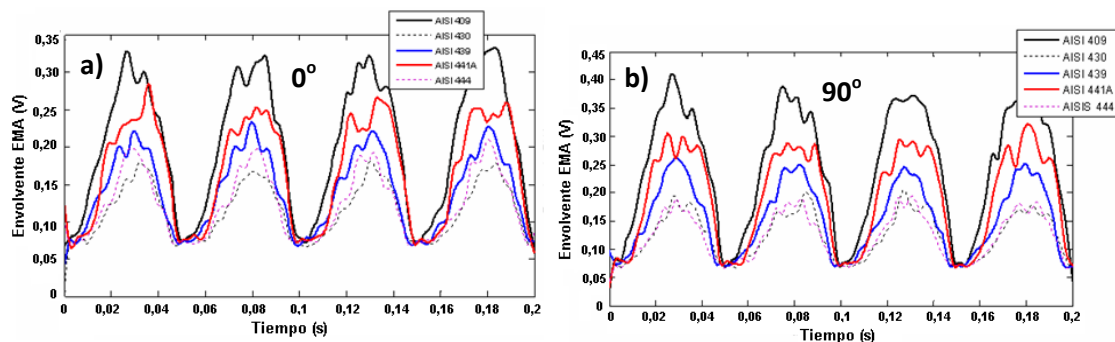


Figura 6.30. a) Envolvente de la señal EMA para 0° y b) para 90° para todos los aceros en estudio.

Las Figuras 6.29 y 6.30 también están evidenciando influencias del tamaño de grano, porcentaje de Cr y otros aleantes, dado que cada acero tiene su microestructura diferente.

Observando las envolventes de las señales del RMB para el sentido de laminación (Figura 6.29 a) se ve que la envolvente del 441A es la que tiene la mayor amplitud y el de menor amplitud es el 430. La microestructura del 430 presenta un tamaño de grano uniforme de $10\ \mu\text{m}$ y $20\ \mu\text{m}$ y la del 441A presenta tamaño de grano dúplex, de $50\ \mu\text{m}$ y $200\ \mu\text{m}$. Según Freddy A., et al., (2007), en regiones del material con tamaño de grano grueso y baja densidad de dislocaciones, se obtiene un menor número de PDM en movimiento. También el aumento en la distancia entre dislocaciones y bordes de grano reduce las emisiones pero aumenta sus amplitudes y con el aumento de tamaño de grano disminuye la envolvente de la señal. Este comportamiento no se observa en las envolventes de las señales del RMB (ver Figura 6.29), debido probablemente al tipo de grano dúplex con la convivencia simultánea de varios tamaños de grano.

En la Figura 6.31 se graficó el valor RMS calculado para el RMB, en cada acero según el contenido de Cr (Tabla 6.1), junto con su microdureza, para 0° y 90° . El mismo tipo de gráfico se hizo en la Figura 6.32 para el valor RMS calculado de la EMA. Se observa que el valor de la microdureza Vickers aumenta según el contenido

de Cr y de algunos aleantes. El acero 409, con sólo 11% de Cr en promedio, es el que tiene menor microdureza. Se ve también que el acero 430 y el 439 tienen igual microdureza Vickers, esto se puede deber a que difieren muy poco en su contenido de Cr pero el 439 tiene un pequeño porcentaje de Ti, el cual actúa como un elemento alfégeno que se disuelve principalmente en la ferrita y la estabiliza reduciendo su energía libre. El 441A, igual en contenido de Cr al 439, tiene una mejor resistencia a la fluencia a altas temperaturas debido a la mayor cantidad de Nb y es el más duro. El acero 444 tiene excelente resistencia a la corrosión gracias a la presencia de aproximadamente 2 % de Mo en la aleación. [Carbó M. H., 2008; Cardarelli F.; 2008; Jiles D. 1995; Anteri G., 2012]. Estas explicaciones justifican las distintas microdurezas de estos aceros y el orden elegido para su representación gráfica en las Figuras 6.31 y 6.32. Es importante aclarar que en estos gráficos, los valores de las ordenadas están en función de la denominación de cada acero y representan solamente una relación creciente en el contenido de Cr.

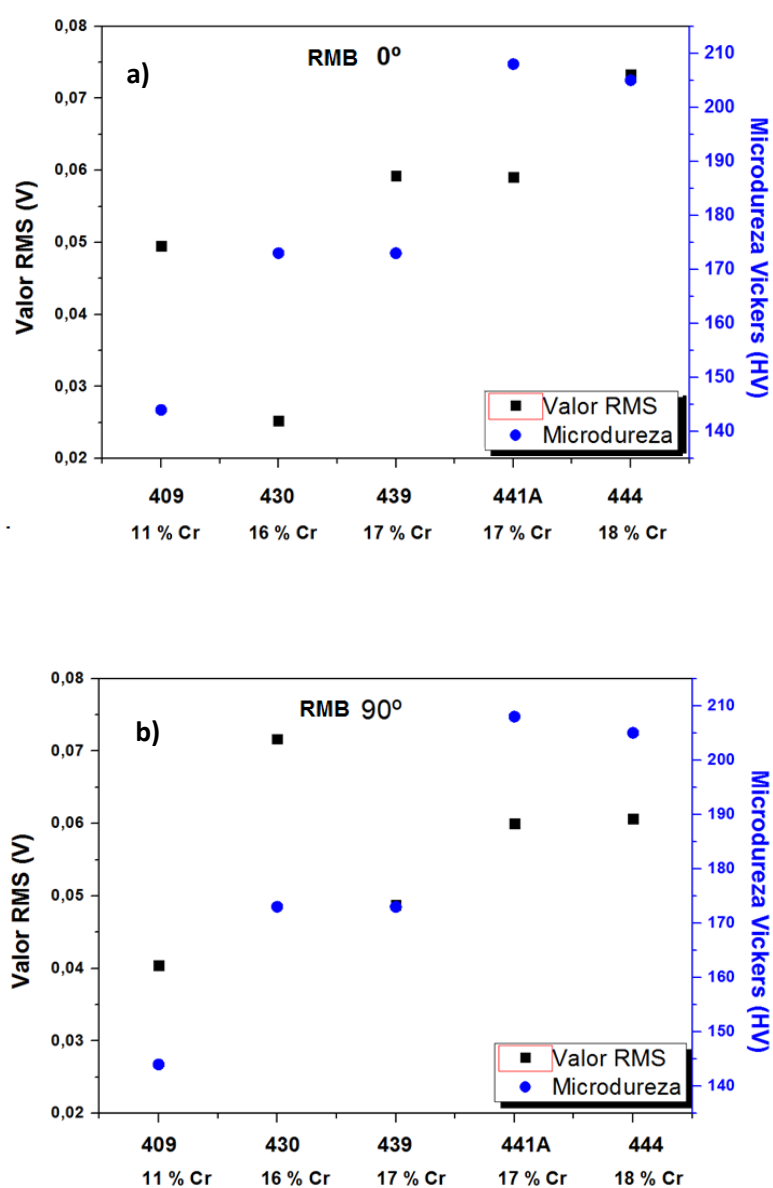


Figura 6.31. Gráfico del valor RMS del RMB para los aceros según el contenido de Cr, junto con su microdureza: a) 0° y b) 90°.

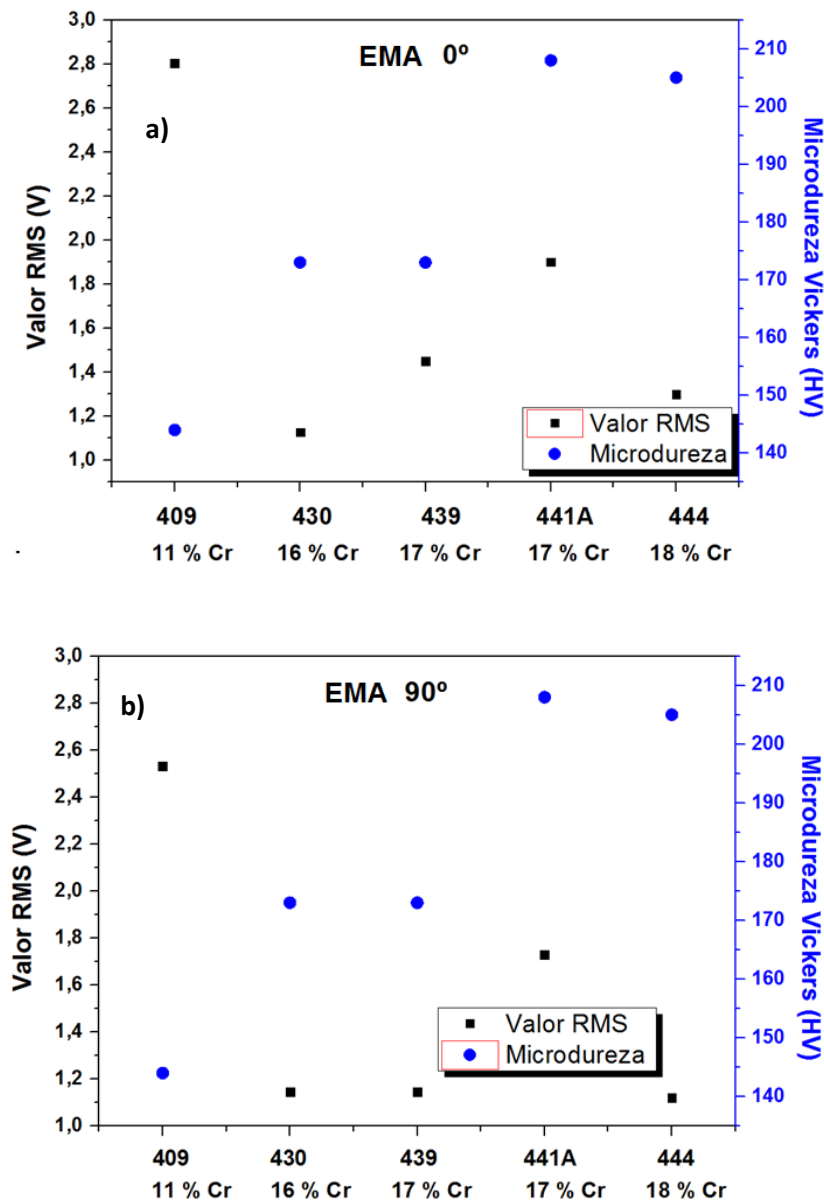


Figura 6.32. Gráfico del valor RMS del EMA para los aceros según su contenido de Cr, junto con su microdureza: a) 0° y b) 90°.

En los gráficos anteriores, para 0° se ve que el menor valor de RMS, se da en el acero 430 con 16 % de Cr y el mayor para el 409 con el menor contenido de Cr (11 %). Para las probetas de 90° se observa un comportamiento inverso. En el caso de la EMA los mayores valores del RMS se dan en el 409 con el menor porcentaje de Cr (11 %) [Neyra Astudillo M. R. et al., 2015].

6.3.2 Caracterización de los materiales deformados

En esta sección se presentan los resultados obtenidos respecto a la microestructura, el análisis del ciclo de histéresis y su relación con el RMB y la EMA en las diversas etapas de deformación de las probetas de tracción uniaxial.

6.3.2.1 Caracterización microestructural

Para el análisis microestructural, en las probetas uniaxiales deformadas, sólo se tuvieron en cuenta las probetas cortadas en la dirección perpendicular al sentido de laminación (90°) ya que no se disponía de suficiente material para obtener más probetas de 0° . En la Figura 6.33, a modo de ejemplo, se observa la fotografía de la reconstrucción de las probetas ensayadas del AISI 409, mostrando sobre ellas, las inclusiones metalográficas extraídas de la parte de mayor deformación de cada una (D1 con 5 % de deformación final; D2 con 10 %; D3 con 15 % y D4 con 20 %).



Figura 6.33. Fotografía de las probetas deformadas (90°).

En la Figura 6.34, se muestran las metalografías del acero AISI 409, para las probetas deformadas en los ensayos de tracción uniaxial: a) 5 %, b) 10 %, c) 15 % y d) 20 %. No se observa cambios significativos a medida que aumenta la deformación.

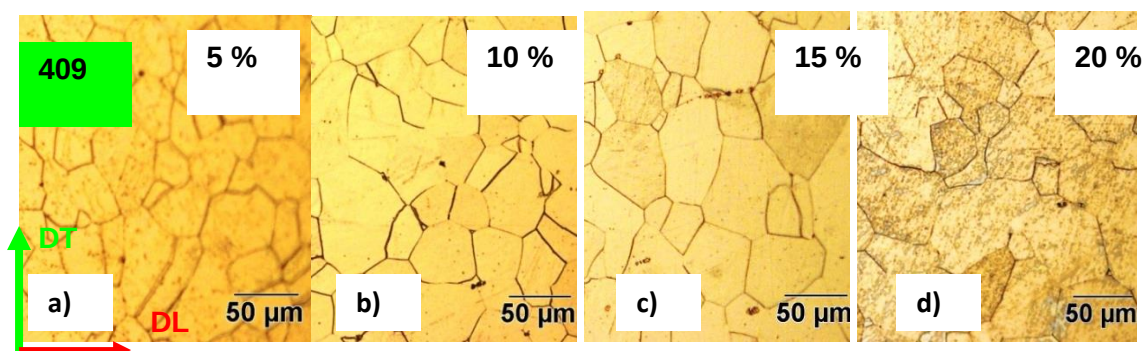


Figura 6.34. Fotografías de las metalografías del acero inoxidable AISI 409, para diferentes porcentajes de deformación a) 5 %, b) 10 %, c) 15 % y d) 20 %. La flecha roja indica el sentido de laminación (DL) y la flecha verde el sentido de la tracción (DT).

En la Figura 6.35, se muestran las metalografías del acero AISI 430, para las probetas deformadas en los ensayos de tracción uniaxial: a) 5 %, b) 8 %, c) 9 % y d) 13 %. No se observa cambios significativos a medida que aumenta la deformación.

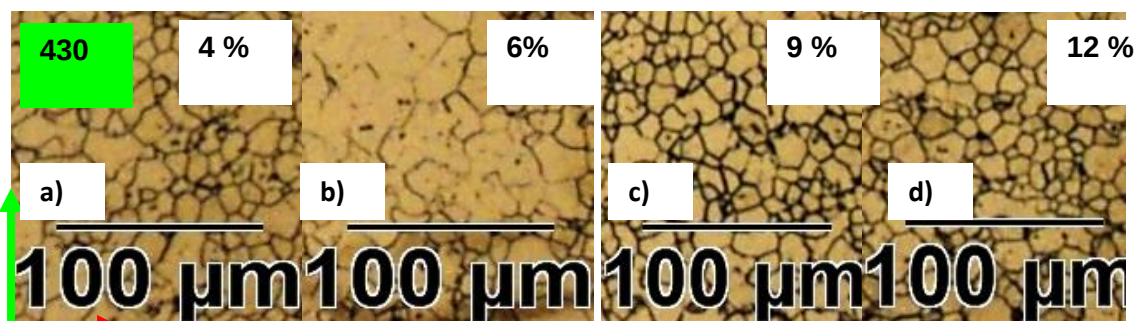


Figura 6.35. Fotografías de las metalografías del acero inoxidable AISI 430, para diferentes porcentajes de deformación: a) 4 %, b) 6 %, c) 9 % y d) 12 %. La flecha roja indica el sentido de laminación (DL) y la verde el sentido de la tracción (DT).

En la Figura 6.36, se muestran las metalografías del acero AISI 441A, para las probetas deformadas: a) 3 %, b) 4 %, c) 5 % y d) 7 %. Debido a que las deformaciones no son muy grandes no se distinguió un nítido alargamiento de los granos en la dirección de tracción (DT).

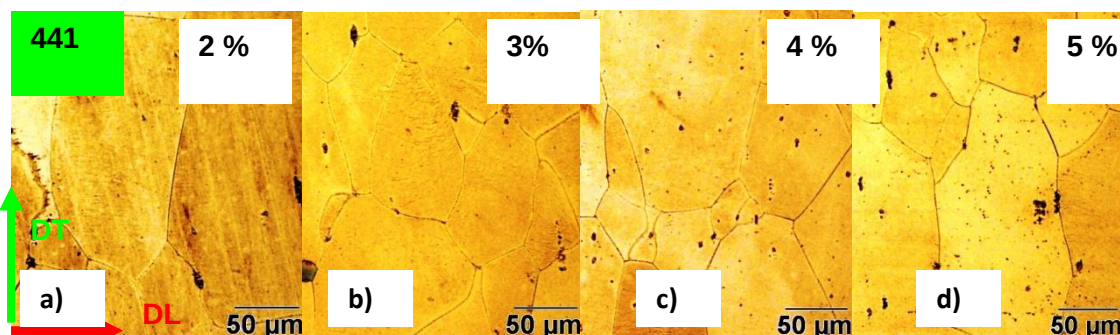


Figura 6.36. Fotografías de las metalografías del acero inoxidable AISI 441A, para diferentes porcentajes de deformación: a) 2 %, b) 3 %, c) 4 % y d) 5 %. La flecha roja indica el sentido de laminación (DL) y la verde el sentido de la tracción (DT).

En la Tabla 6.11 se muestran los resultados de la microdureza Vickers para cada probeta en los diferentes porcentajes de deformación. Se observa que hay un aumento de la microdureza con el aumento de la deformación plástica, esto es debido al endurecimiento del material. El mecanismo exacto del endurecimiento no se conoce con precisión, pero durante la deformación se crean nuevas dislocaciones que interactúan con las ya existentes, creando enredos de dislocaciones. La densidad de dislocaciones aumenta con la deformación, haciendo que sea más difícil el movimiento de éstas a través de las dislocaciones ya existentes y entonces el material disminuye su ductilidad endureciéndose [Callister W. D., 2002].

Tabla 6.11. Mediciones de microdureza Vickers para cada probeta en los diferentes porcentajes de deformación.

AISI 409		AISI 430		AISI 441A	
Alargamiento (%)	Microdureza Vickers ($HV_{0.2}$)	Deformación (%)	Microdureza Vickers ($HV_{0.2}$)	Deformación (%)	Microdureza Vickers ($HV_{0.2}$)
0	164	0	198	0	226
5	195	4	207	2	237
10	211	6	209	3	254
15	222	9	219	4	256
20	230	12	229	5	259

6.3.2.2 Análisis del ciclo de histéresis

El ciclo de histéresis de estas probetas deformadas fue realizado de acuerdo con lo descrito previamente. Por inconvenientes técnicos, sólo se pudieron medir los lazos de histéresis para los aceros 430 (0° y 90°) y 441A (0° y 90°). En la Figuras 6.37 y 6.38 se muestra, la superposición del ciclo de histéresis para las probetas del 430 y 441A, cortadas en el sentido de laminación (0°), para una muestra sin deformar y otra con la máxima deformación alcanzada.

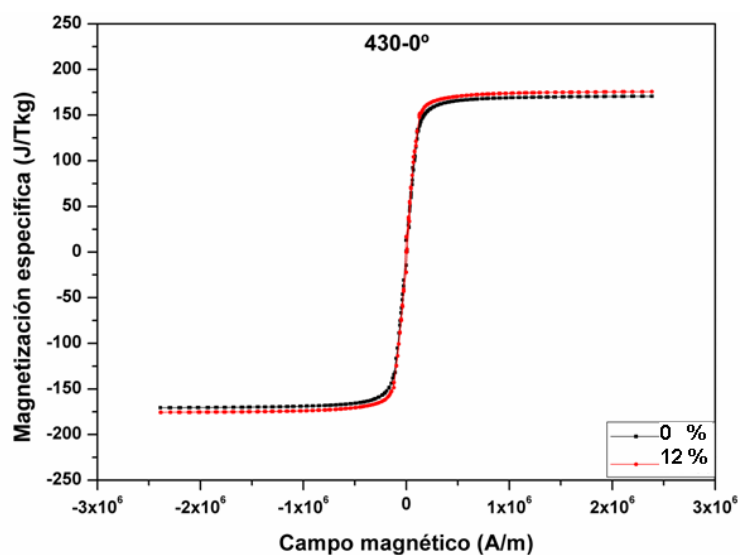


Figura 6.37. Superposición de ciclos de histéresis, probetas AISI 430 0° , con 0% y 12% de deformación.

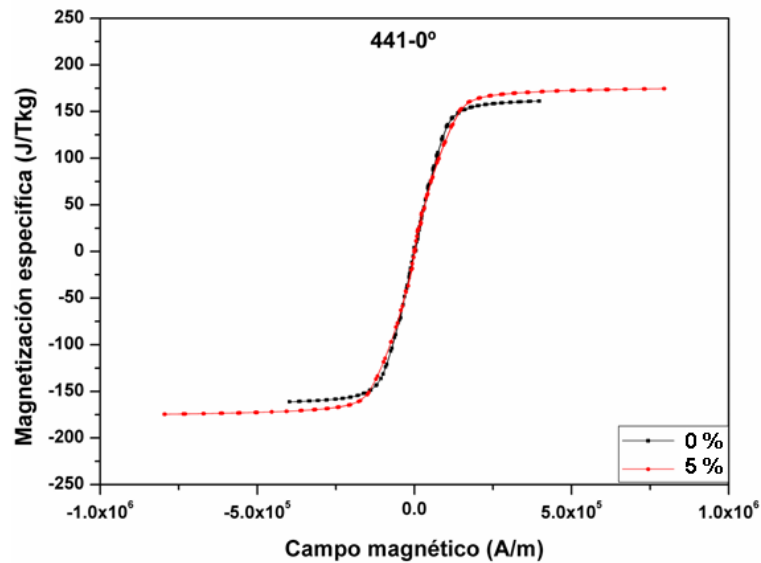


Figura 6.38. Superposición de ciclos de histéresis, probetas AISI 441A 0°, con 0% y 5 % de deformación.

Para las probetas de 0°, no se observa un cambio abrupto en la pendiente en la zona central, para los dos aceros. Debido a la “estrechez” de los ciclos de histéresis no se pudo determinar la coercitividad del material. Se ve que a medida que aumenta el porcentaje de deformación, se produce una rotación del ciclo de histéresis en el sentido anti horario. Cuando mayor es la deformación, mayores son los valores de permeabilidad magnética para un mismo campo magnético, haciendo que la curva gire en el sentido antihorario, presentando mayores valores de magnetización. Esta apreciación coincide con lo expresado por Olivera Praxedes T. (2012).

En la Figuras 6.39 y 6.40 se muestra la superposición del ciclo de histéresis para las probetas 430 y 441A cortadas en el sentido transversal al de laminación (90°), para una muestra sin deformar y para los diferentes porcentajes de deformación. Para las probetas del 430, la pendiente central del lazo disminuye para 4 % y 6 % de deformación y luego tiende a aumentar para 9 % y 12 %. Para 441A la pendiente central del lazo aumenta para 2 % y 3 % y luego tiende a disminuir para 4 % y aumenta para 5 %. Este comportamiento se puede deber a que los dominios magnéticos pueden moverse fácilmente en la dirección del campo externo por la deformación aplicada que fomentó la aparición de un eje de fácil magnetización [Tschuida Y. et al. 2017]. La configuración final de las tensiones residuales de tracción en la red cristalina, facilita el proceso del movimiento de las PDs y la rotación de los dominios haciendo que las muestras deformadas presenten mayores valores en la magnetización [Neyra Astudillo M. R. et al. 2017]. Este último comportamiento se da para el 430, ya que el 441 con la máxima deformación alcanzada (5 %) se encuentra muy próximo a la zona de fluencia de la curva tensión-deformación.

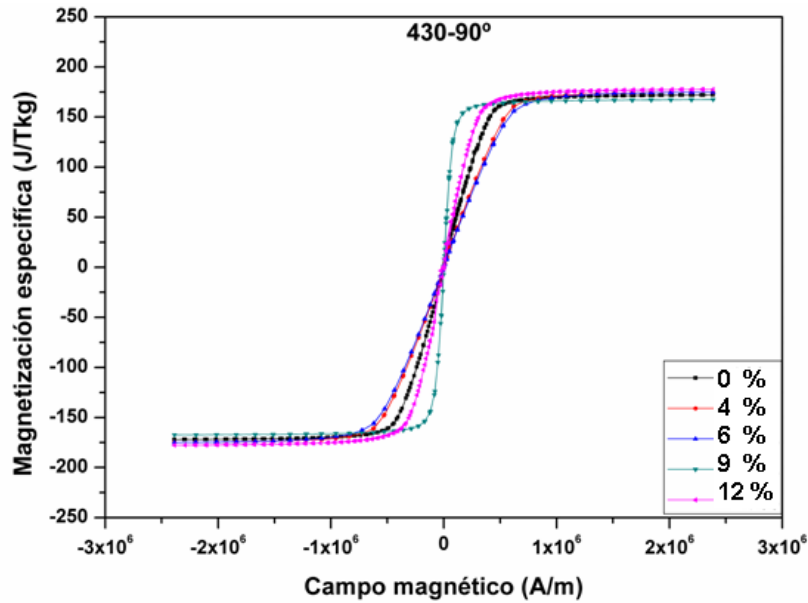


Figura 6.39. Superposición de cinco ciclos de histéresis del AISI 430 90° para 0%, 4%, 6%, 9% y 12% de deformación plástica.

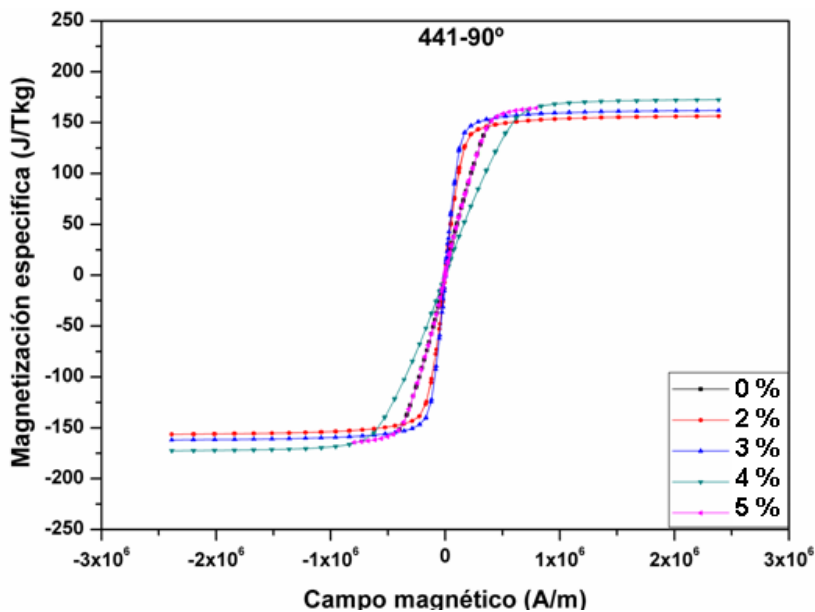


Figura 6.40. Superposición de cinco ciclos de histéresis del AISI 441A 90°, para 0 %, 2 %, 3 %, 4 % y 5 % de deformación plástica.

Existe otro factor que influye en la variación de los ciclos de histéresis mostrados. Se trata de las tensiones residuales. Estas últimas se producen en los procesos de fabricación de los materiales y en el caso de la deformación plástica dan lugar a deformaciones no uniformes. Las tensiones residuales influyen en la forma de la inclinación del ciclo de histéresis debido al efecto magnetoelástico, también llamado magnetostricción reversa [Cullity, 1972; Olivera T., 2012]. Además, debe tenerse en cuenta la morfología particular de las muestras usadas para la determinación del ciclo de histéresis, debido a la anisotropía de forma. En este caso se trató de pequeñísimas muestras de aproximadamente de 1 mm x 1 mm x 0,5 mm.

6.3.2.3 Análisis de las señales de RMB y EMA

Se presenta en esta sección el estudio de la anisotropía magnética en los tres materiales (409, 430 y 441A), mediante los ensayos de RMB en las probetas “testigo” de cada deformación. También se incluye el análisis de las señales de RMB y EMA en las probetas en cada etapa de deformación.

6.3.2.3.1 Estudio de la anisotropía magnética en probetas “testigo”, 90°

Como ya se dijo, las tres probetas de un mismo material fueron deformadas en distintos porcentajes, quedando en cada etapa de deformación una como “testigo”.

En la Figura 6.41, se muestra el diagrama polar del valor RMS de las señales de RMB, para los aceros con las cuatro deformaciones, medidos sobre cada probeta “testigo”, en la zona central de mayor deformación, ubicando sobre ella un pequeño yugo excitador y la bobina sensora. Se observa que la anisotropía magnética inducida en este proceso coincide con la dirección de tracción (DT), aumentando constantemente el RMB con la deformación, incrementándose también la dureza (ver Tabla 6.11). Se indican las direcciones de laminación (DL) y de tracción (DT).

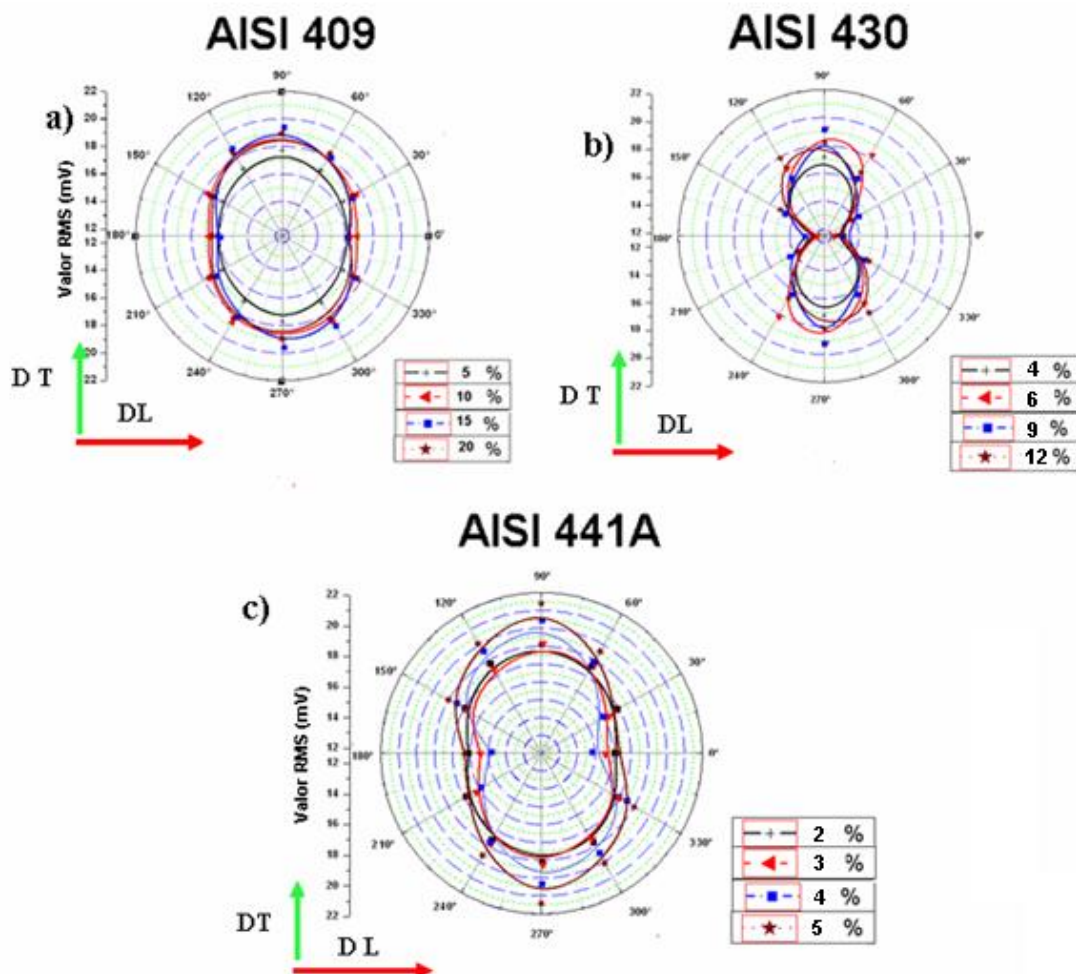


Figura 6.41. Mapa de anisotropía magnética usando el valor RMS, probetas traccionadas, AISI a) 409, b) 430 y c) 441A, para los diferentes porcentajes de deformación axial. Se indican las direcciones de laminación (DL) y de tracción (DT).

En las Figuras 6.41 (a) y (c), para el AISI 409 y 441A se observa, comparando con las Figuras 6.25 (a) y (d) (mapa de anisotropía, sin deformar), que al aumentar la deformación plástica se produce un eje de fácil magnetización coincidente con la dirección de tracción (DT), pero perpendicular a la DL (probetas de 90°), es decir hay una rotación. En el caso del 430 (b), ahora sí se observa la anisotropía con mayores valores de RMB en la dirección de tracción (DT) [Neyra Astudillo M. R. et al., 2017]. Las deformaciones mecánicas fuerzan los granos de un material en una dirección preferencial y esto induce una anisotropía en las propiedades magnéticas. Al aumentar la deformación, aumenta la anisotropía y por ello el RMB se incrementa, pues aumenta la cantidad de dominios en la dirección de deformación y la cantidad de eventos Barkhausen y su amplitud también [Alberteris Campos et al., 2007].

6.3.2.3.2 Análisis de las señales de RMB y EMA, probeta 0° y 90°

En esta etapa del trabajo de Tesis, se analizan los resultados de los ensayos de las señales de RMB y EMA realizados en las probetas de ensayo de tracción uniaxial, para 0° y 90°. El objetivo principal de esta parte, es estudiar el comportamiento tenso-deformacional de los aceros inoxidables ferríticos AISI: 409, 430 y 441A deformados en frío, con el propósito de relacionar la deformación plástica con la dirección de laminación y analizar las correlaciones entre los diferentes parámetros de las señales de RMB y EMA. De cada medición, se registraron 4 archivos: uno para la tensión de excitación, otro para el RMB y dos para la EMA (sensores de banda ancha y resonante). Así, en las dos direcciones de corte de las probetas (0° y 90°), se obtuvieron 24 archivos registrados para cada acero. Todas las señales se digitalizaron con una frecuencia de 2,5 MSamples/s. En todos los casos se analizan las señales correspondientes a un ciclo completo de excitación. Se procesó las señales con la ayuda de los códigos Matlab y Origin.

6.3.2.3.2.1 Análisis de RMB

El sensor de RMB se colocó en el centro de la zona calibrada de las probetas. En cada material y para cada dirección se ensayaron tres probetas: 0°-1, 0°-2, 0°-3; 90°-1, 90°-2 y 90°-3. Debido a la repetibilidad obtenida, a modo de ejemplo se muestran solo los resultados de una de las probetas en cada dirección. Teniendo en cuenta la frecuencia de digitalización empleada, se obtuvieron señales correspondientes a dos ciclos de excitación.

En la Figura 6.42, se muestra una señal de RMB para dos ciclos de excitación, tal como fue adquirida en el osciloscopio, indicándose en un recuadro verde la porción de señal denominada “bucle”. Como se observa en la Figura 6.42, esta señal no está libre de ruido. Este ruido pudo ser producido por la bobina de magnetización, y de los equipos electrónicos empleados o el ruido eléctrico proveniente de otros laboratorios.

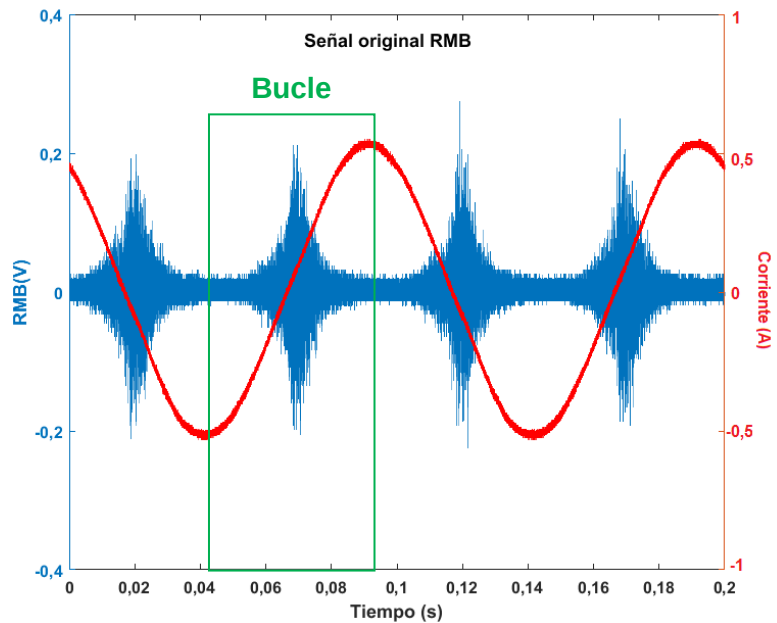


Figura 6.42. Señal de RMB en función del tiempo

Una gran parte de ese ruido se puede disminuir mediante el uso de un filtro digital. Con el objeto de mantener una respuesta lo más plana posible en la banda pasante, se realizó un filtrado con Matlab mediante un filtro pasabanda de tipo Butterworth, de orden 4, con una banda de paso de 5 kHz-200 kHz (ver Figura 6.43).

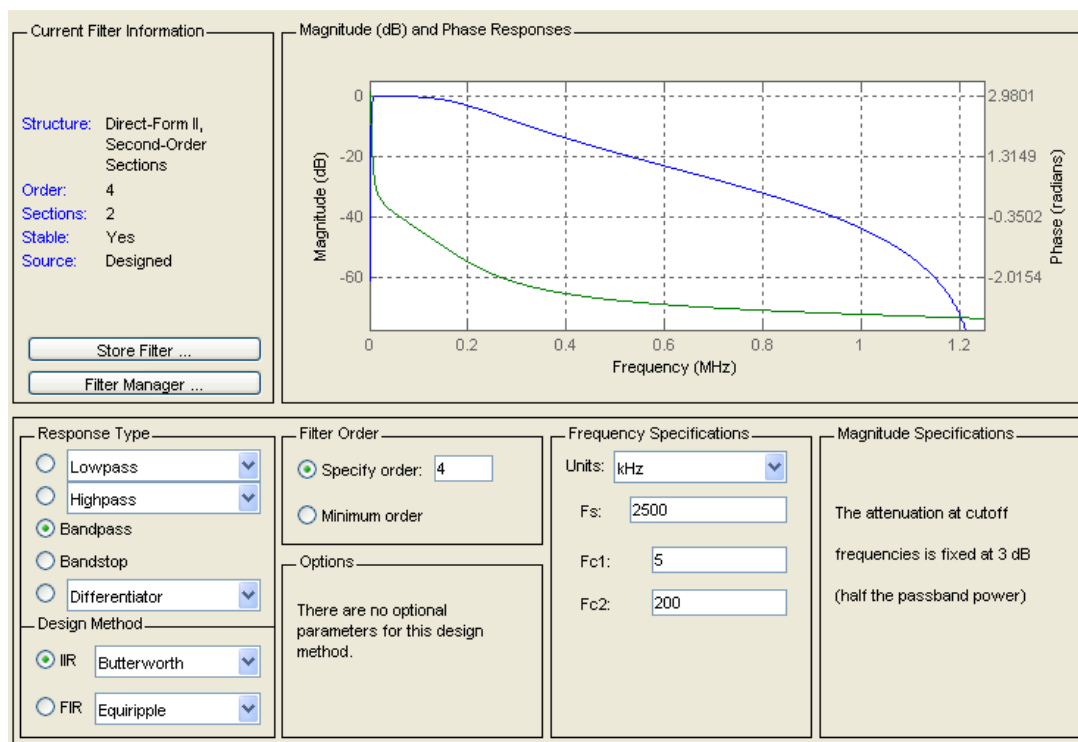


Figura 6.43. Filtro Butterworth, características.

En la Figura 6.44 se presentan el resultado obtenido en la evolución temporal del RMB después del filtrado. Por razones fortuitas, las señales fueron digitalizadas con un retraso (“delay”) respecto del máximo, de modo que para poder analizar dos bucles completos de RMB, se estudió el registro temporal entre dos mínimos sucesivos de la corriente de excitación, es decir, las señales de RMB

correspondientes al aumento y disminución de la corriente. Todas las señales fueron filtradas con las condiciones indicadas.

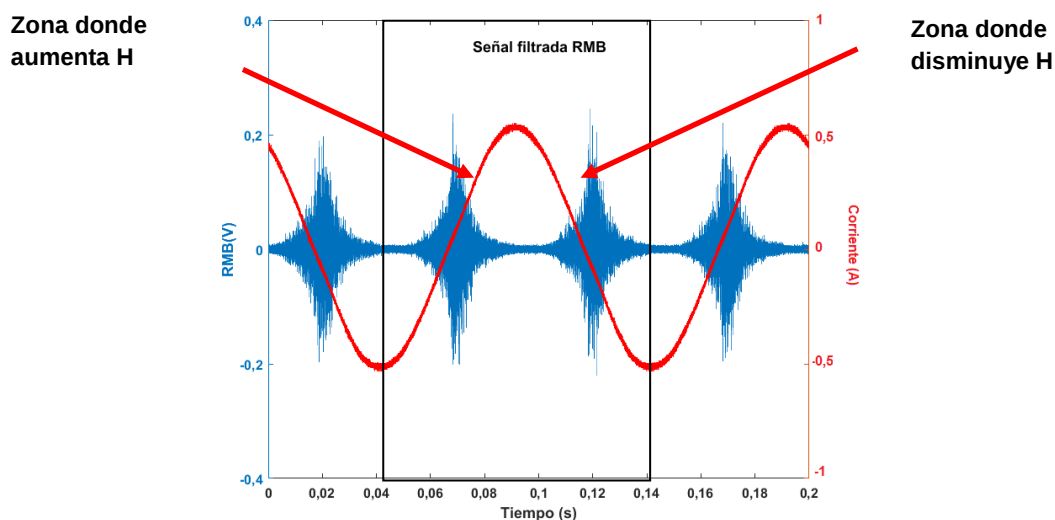


Figura 6.44. Señal filtrada de RMB en función del tiempo

En las Figuras 6.45 a 6.47, se exponen las señales superpuestas de RMB para las probetas (0° y 90°) de cada acero, obtenidas en los diferentes porcentajes de deformación. Las señales correspondientes al AISI 409 para las muestras sin deformar, no se presenta aquí, debido a que las mismas no fueron registradas en las mismas condiciones experimentales que las demás, no permitiendo poder hacer un análisis comparativo.

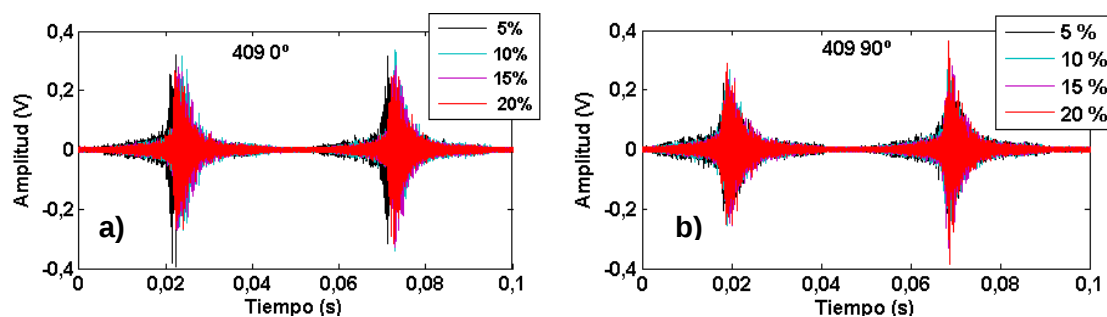


Figura 6.45. Señales de RMB para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90° , AISI 409.

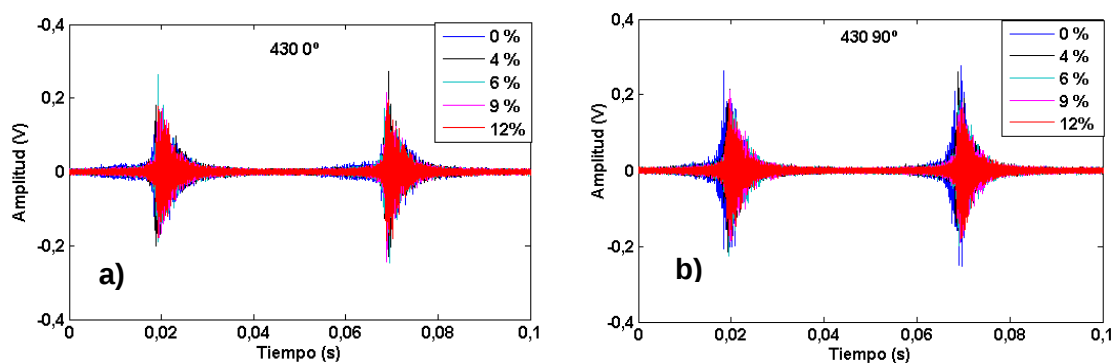


Figura 6.46. Señales de RMB para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90° , AISI 430.

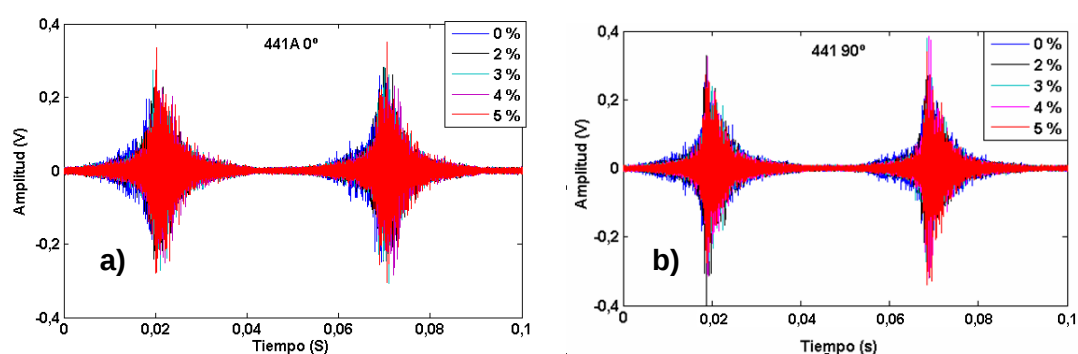


Figura 6.47. Señales de RMB para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90° , AISI 441A.

Se observa que, con el incremento de la deformación final, aumenta la amplitud de las señales y hay también un ligero corrimiento de las mismas hacia la derecha. Esto implica que hace falta un mayor campo magnético para poder empezar a mover las PDs y una mayor energía para lograrlo, ya que a mayor deformación aumentan la cantidad de sitios de anclajes que se oponen al movimiento. Este efecto se observa tanto en la dirección de 0° como de 90° [Neyra Astudillo M. R. et al., 2014].

Para el estudio de las señales en el dominio frecuencial, se recurrió a un estimador del espectro de potencia que redujera la varianza de los resultados, ya que las señales en cuestión son de carácter aleatorio. Así se eligió el método de Welch [Proakis J. y Manolakis D., 2007; Kypris et al., 2014] para este procesamiento. En todos los análisis que siguen, se desprecian las frecuencias mayores que 0,5 MHz, ampliándose algunas zonas para una mayor claridad en las figuras.

En la Figura 6.48 se muestran conjuntamente, los espectros de potencia del RMB para los tres diferentes aceros sin deformar, en las dos direcciones (0° y 90°). Se pueden apreciar claramente las diferencias entre los distintos materiales. Los máximos se observan para frecuencias de aproximadamente 0,02 MHz [Neyra Astudillo M. R. et al., 2014].

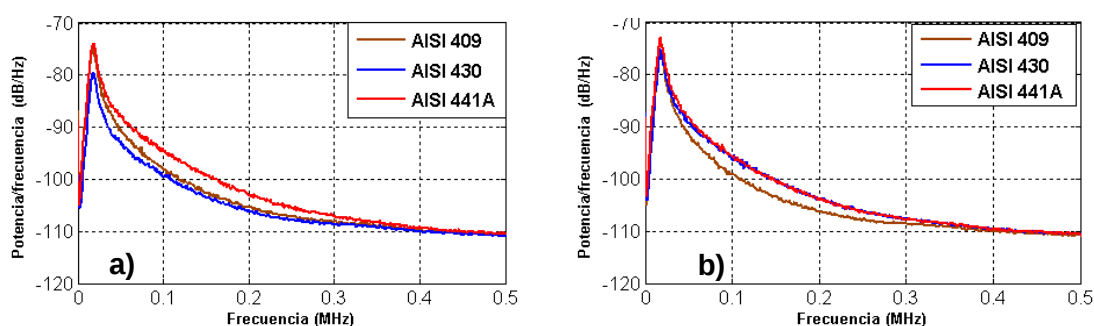


Figura 6.48. Espectro de potencia del RMB para los aceros: 409, 430, 441a, a) para 0° y b) para 90° .

De la Figura 6.48, el análisis espectral indica una tendencia similar para los aceros 409 y 441A, en sus dos direcciones (0° y 90°). Para el acero 430 se observa una mayor potencia en la dirección de 90° . Esto podría deberse a que las PDs necesitan mayor energía para poder superar los obstáculos porque los granos se

encuentran “alargados” en la dirección de laminación [Miriam Rocío Neyra Astudillo et al., 2014].

En las Figuras 6.49 a 6.51 se muestran la densidad espectral de potencia para los mismos aceros, pero ahora, deformados con distintos porcentajes de deformaciones. En todos los casos se mantuvieron invariables las condiciones del campo magnético aplicado.

En la Figuras 6.49, se muestran los espectros de potencia del RMB para el AISI 409, con diferentes porcentajes de deformación, en las dos direcciones. Se observa que el nivel de potencia máximo se encuentra por debajo de los 0,02 MHz, en todas las etapas de deformación, y luego va disminuyendo en forma monótona. También se ve que hay un corrimiento del máximo del espectro hacia la derecha y un aumento de la potencia con el aumento de la deformación plástica. Según algunos trabajos en aceros, a bajas frecuencias del espectro del RMB, la potencia disminuye al aumentar la deformación plástica [Hwang D.G.; Kim H. C., 1988]. En otros estudios se encontró que a bajas frecuencias la potencia se incrementaba con la deformación plástica [Jagadish C., et al. 1990], es decir no hay tendencia definida.

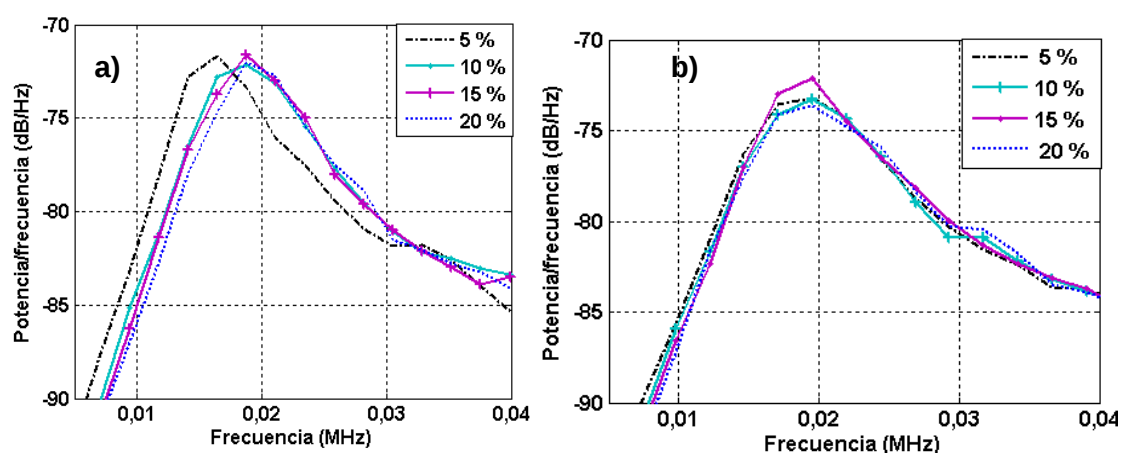


Figura 6.49. Espectro de potencia del RMB para diferentes porcentajes de deformación para el 409, a) para 0°, b) para 90°.

En la Figura 6.50 se muestran los espectros de potencia para el AISI 430, para los diferentes porcentajes de deformación, en las dos direcciones de corte de las probetas. Se observa que el nivel de potencia máximo es menor que el caso anterior y también se encuentra próximo a 0,02 MHz, para todas las etapas de deformación, y luego va disminuyendo en forma monótona. Para las probetas 0° del 430, se observa la menor amplitud para la deformación nula. Para las probetas 90° del 430, se observa un comportamiento inverso.

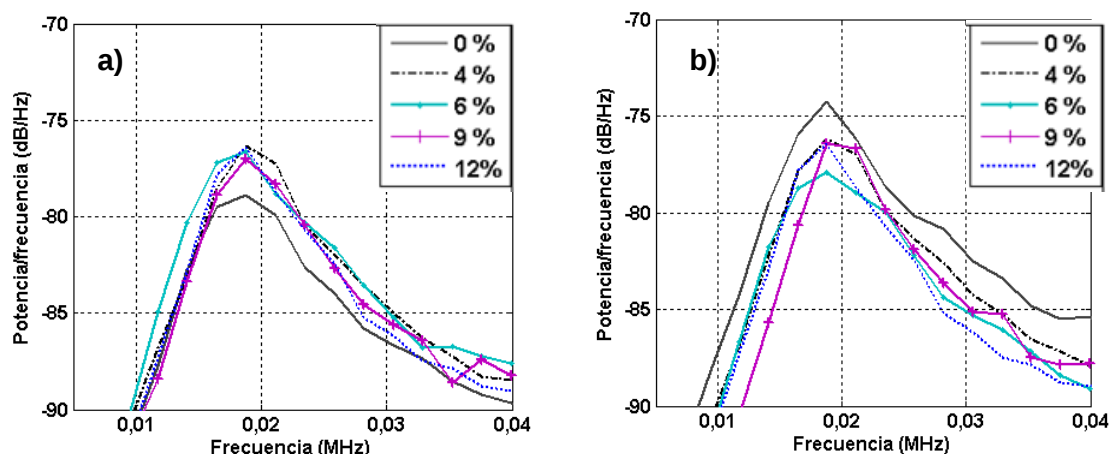


Figura 6.50. Espectro de potencia del RMB para diferentes porcentajes de deformación para el 430, a) para 0°, b) para 90°.

En la Figura 6.51, se muestran los espectros de potencia para el AISI 441A (0° y 90°), con diferentes porcentajes de deformación. En el caso de 0°, se observa que el nivel máximo de potencia, igual que en los casos anteriores, está próximo a 0,02 MHz, en todas las etapas de deformación, y luego va disminuyendo. Además se ve que con el aumento de la deformación plástica, aumenta la potencia de la densidad espectral y se manifiesta el mismo el corrimiento hacia la derecha, como en el caso del AISI 409.

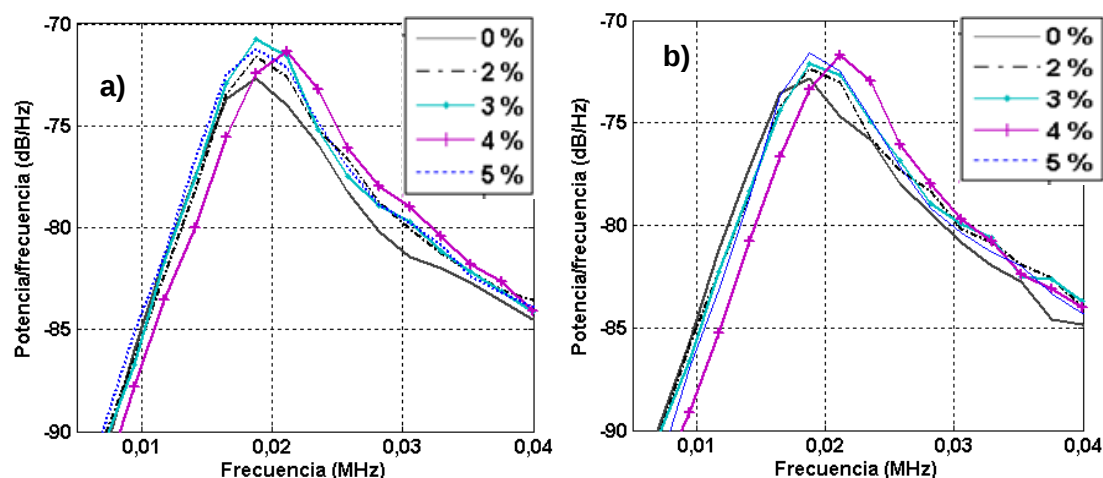


Figura 6.51. Espectro de potencia del RMB para diferentes porcentajes de deformación para el 441A, a) para 0°, b) para 90°.

Los resultados para los aceros AISI 409 y 441A revelan el incremento de la amplitud del espectro, con el aumento de la deformación plástica respecto a la mínima deformación. Esto sugiere que la influencia de las tensiones es más compleja de lo que se creía originalmente. Es posible que un cambio en la energía de los puntos de anclaje de las PDs, pudiera dar cuenta de un cambio de altura de la distribución de potencia.

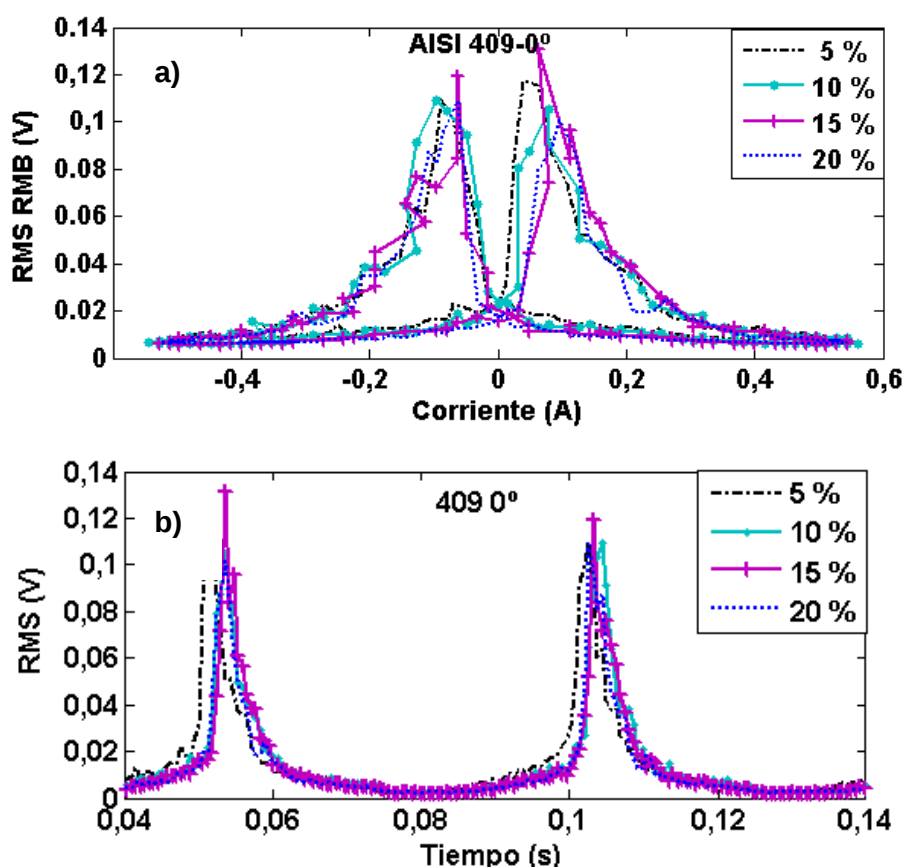
La tendencia no definida de las curvas del espectro respecto a la deformación aplicada, se puede atribuir a la no homogeneidad en las diferentes muestras y ensayos. Este hecho se puede atribuir a la presencia de tensiones locales en el borde de grano, que aumentan el movimiento de las PDs de 90°. Sin embargo, esta

anomalía puede también atribuirse al desbalance de tensiones entre la superficie y el resto del material [Rodríguez J. L. et al., 2007].

En la siguiente Sección se hace un análisis de la función RMS del RMB en función del tiempo y de la corriente aplicada, para un ciclo de excitación, teniendo en cuenta las diferentes etapas de deformación. La forma de “ala de mariposa” de estos gráficos obedece al hecho de considerar un ciclo completo de la corriente, es decir desde valores negativos a positivos. Como la tendencia de las señales del RMB fue la misma en los ensayos repetitivos (3 probetas de 0° y 3 de 90°) con cada uno de los aceros, solo se muestra los resultados de una probeta para cada tipo de ensayo.

En las Figuras 6.52 a 6.57 se muestran lo indicado para los aceros AISI 409, 430 y 441A, con los diferentes porcentajes de deformación, para las dos direcciones de corte de las probetas (0° y 90°). Si bien las curvas dentro de un mismo ciclo son similares tienen ligeras diferencias.

En la Figura 6.52 se muestra: a) función RMS vs. corriente aplicada, b) función RMS vs. tiempo, para un ciclo de excitación y c) función RMS vs. tiempo, para medio ciclo de excitación, para una probeta cortada 0° y en la Figura 6.53 (a), b) y c)) para una probeta de 90°.



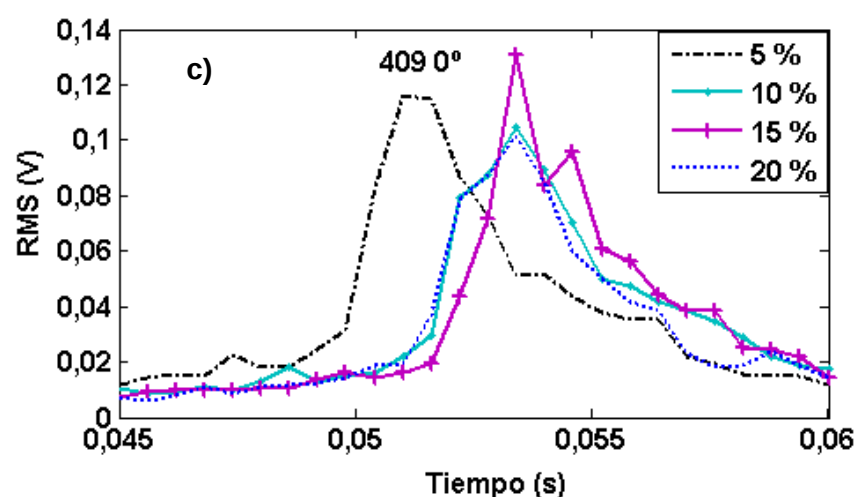
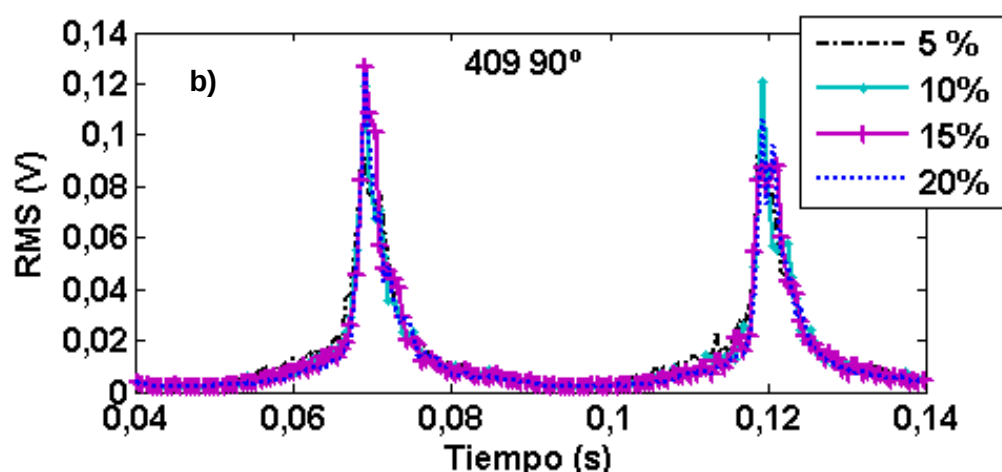
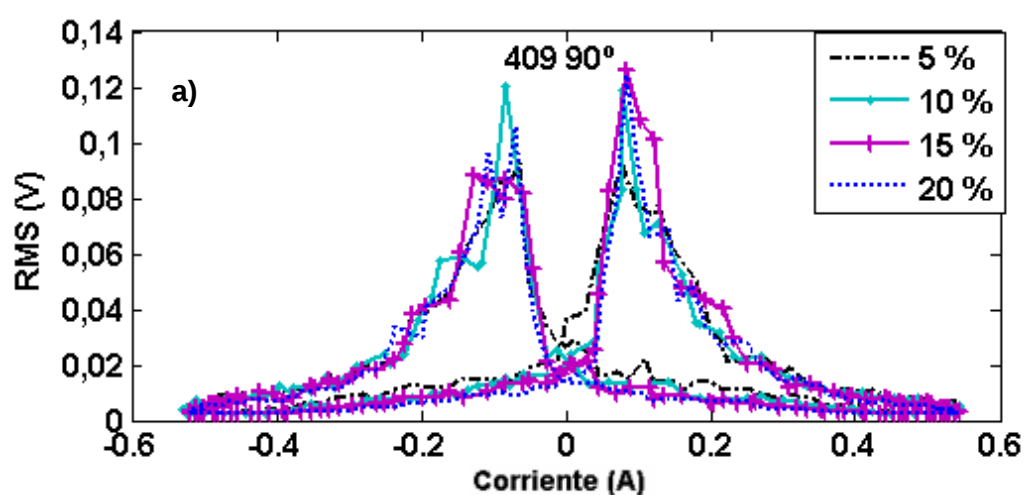


Figura 6.52. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 409, probeta 0°.



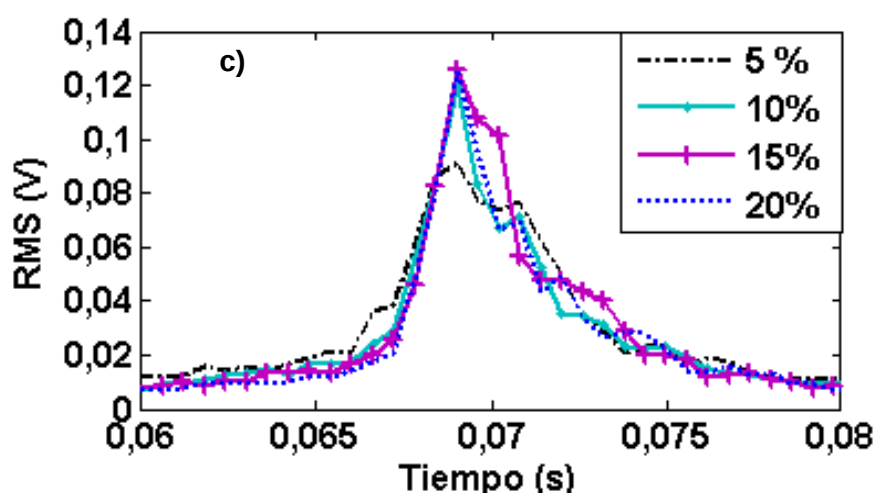


Figura 6.53. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 409, probeta 90°.

Para el AISI 409 en sus dos direcciones (0° y 90°), se observa que la corriente de magnetización máxima es de 0,5 A. La forma de la función del RMS no cambia significativamente para las diferentes deformaciones. A mayor deformación se observa que disminuye el número de picos de la función. También se ve que aumenta la amplitud de la función a medida que aumenta la deformación, hecho que refuerza la teoría de que, a estos niveles de deformación, la densidad de dislocaciones no alcanzó un valor crítico como para influenciar negativamente la generación de avalanchas de RMB por el movimiento de las PDs [Albereteris Campos M., 2012].

La otra característica de la función RMS es el desplazamiento de sus valores máximos, hacia valores de campo (corriente) más altos para las muestras más deformadas. Esto está de acuerdo con el hecho de que la intensidad de RMB observada debe correlacionarse con la coercitividad, ya que es la región de campo donde tienen lugar la mayoría de los eventos de las PDs de anclaje y desanclaje. No siempre es así ya que también hay otro mecanismo de generación de señal del RMB, que son los procesos de creación y aniquilación de las PDs, que tienen lugar en las regiones de campo donde se ven las "rodillas" de los ciclos de histéresis [Piotrowski L. et al. 2010, 2011]

El mismo criterio anterior se aplicó para la presentación de los resultados en la Figura 6.54 (a), b) y c)) para el 430, correspondiente a 5 etapas de deformación, para una probeta de 0°, y en la Figura 6.55 (a), b) y c)) para una probeta de 90°.

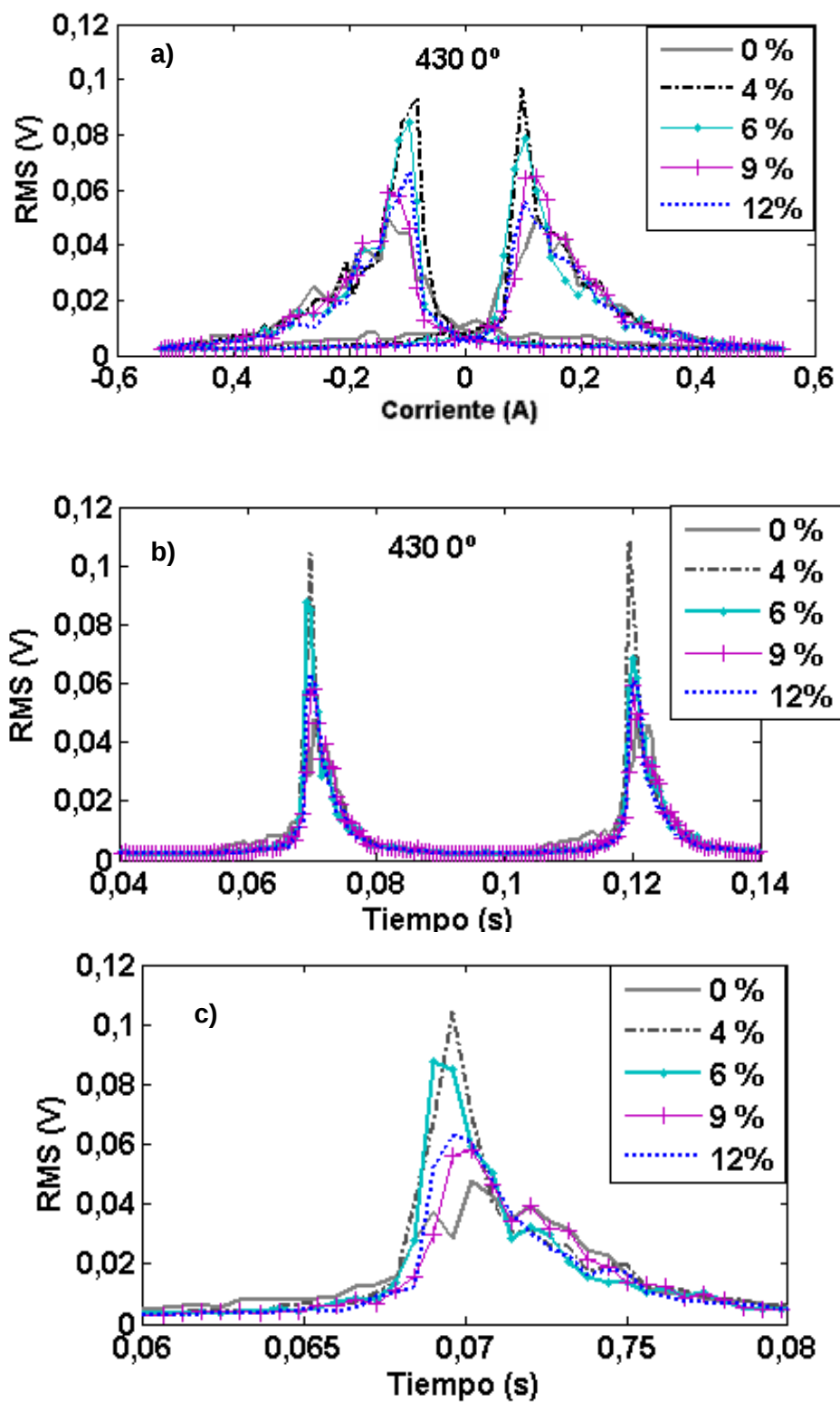


Figura 6.54. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 430, probeta 0°.

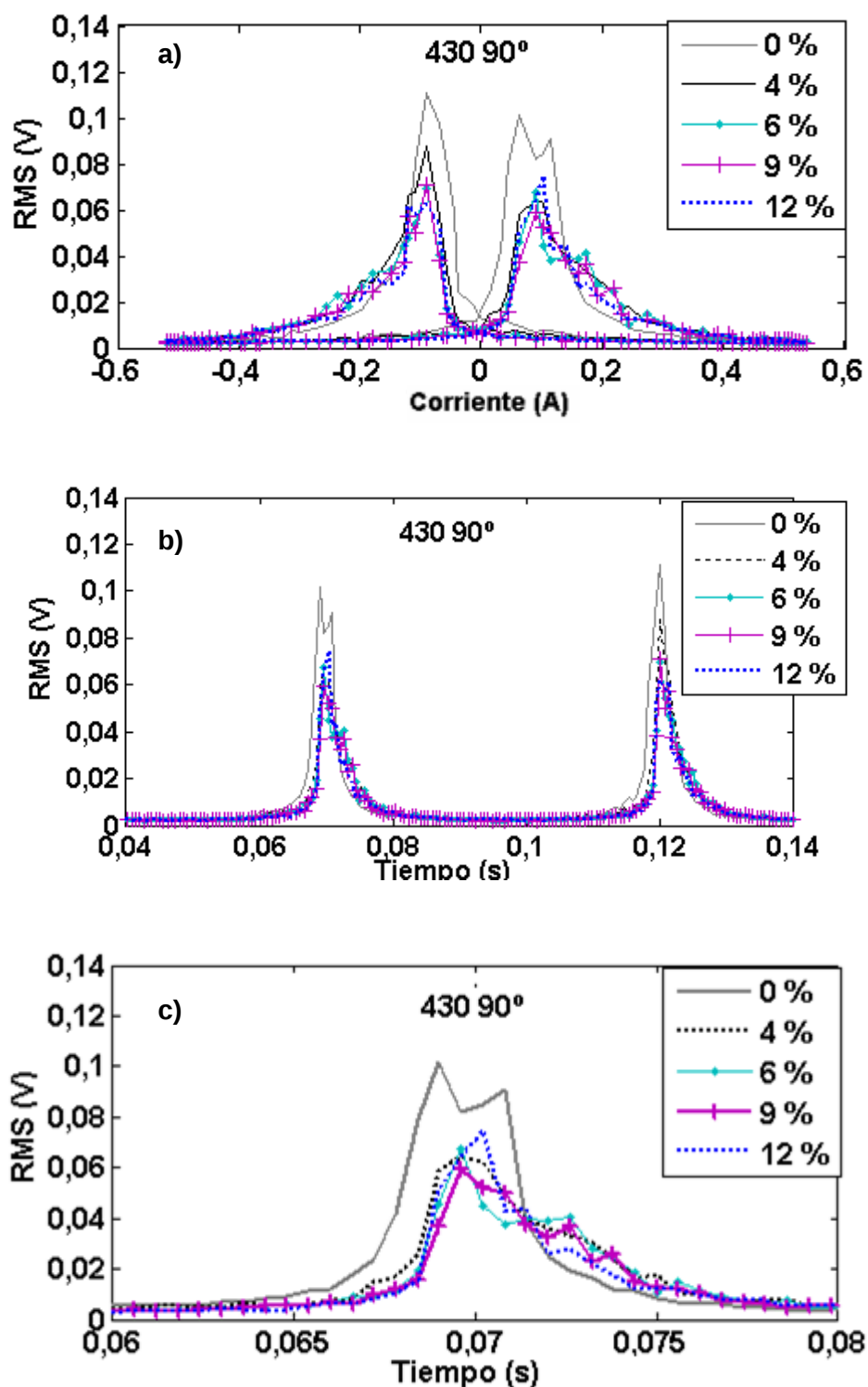
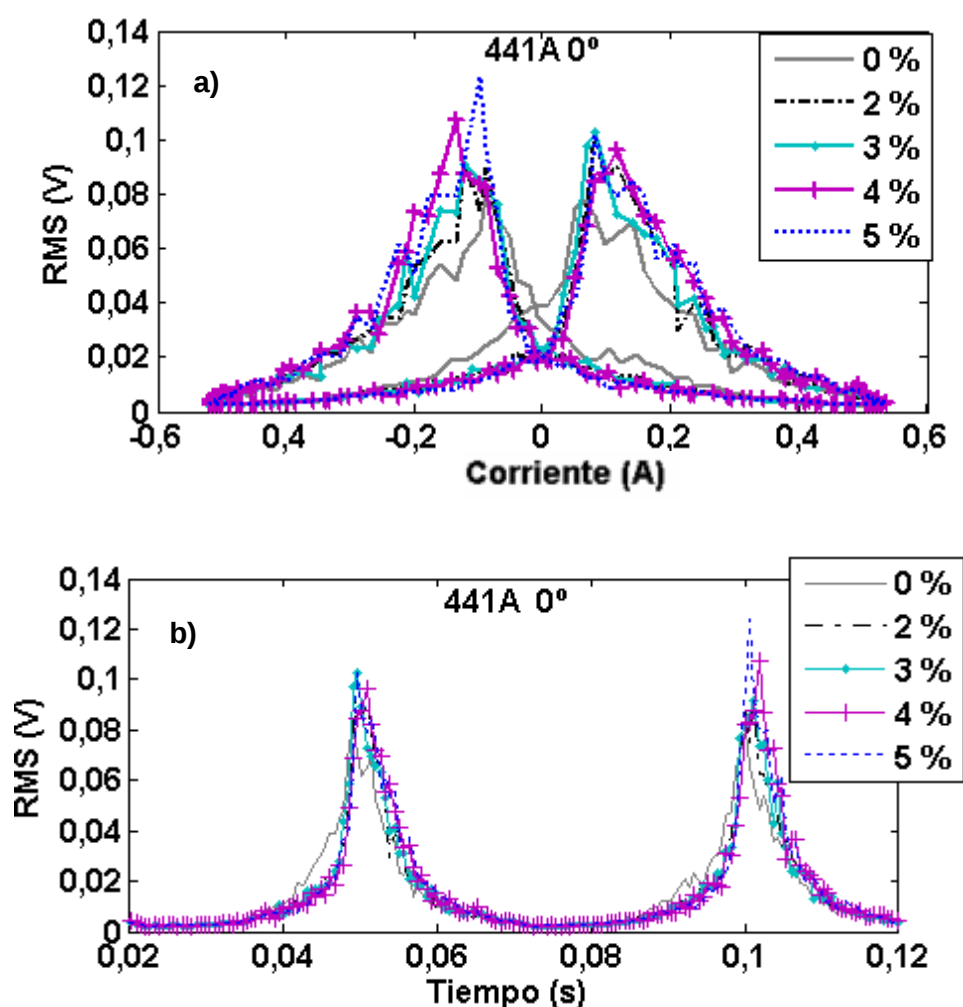


Figura 6.55. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 430, probeta 90°.

Para el AISI 430 en sus dos direcciones (0° y 90°), se observa que la forma de la función RMS sin deformación, cambia significativamente con la deformación. La estructura de dos picos observada inicialmente desaparece, incluso para las muestras con el nivel más bajo de deformación plástica. Se observa el mismo comportamiento que con el 409, a mayor deformación disminuye el número de picos de la función RMS y se produce el desplazamiento de sus valores máximos, hacia

valores de campo (corriente) más altos para las muestras más deformadas. Para las probetas de 0° , se ve que aumenta la amplitud de la función hasta el 4 % y luego disminuye, y para las de 90° se muestra que disminuye hasta el 9% y luego aumenta para la última deformación. La disminución de la función RMS, se podría explicar porque el RMB está afectado por la generación de tensiones microescalares compresivas. La razón de este comportamiento está relacionada con la actividad de las PDs de 90° y 180° en presencia de las tensiones residuales. Las tensiones residuales de tracción amplían las PDs de 180° mientras que las tensiones residuales de compresión aumentan las PDs de 90° . Debido a esta distorsión del volumen elástico, el movimiento de las PDs de 90° necesita mayor campo magnético en comparación con los de 180° , esta es la razón de por qué son conocidas estas PDs como difíciles de mover. Como el RMB está directamente relacionado con el movimiento de las PDs, su amplitud máxima disminuye al aumentar las tensiones microresiduales de compresión [SheikhAmiri M., et al. 2014; Ping W., et al., 2008]

El mismo criterio para los dos aceros estudiados anteriormente se aplicó para la presentación de los resultados en la Figura 6.56 (a), b) y c)) para el 441A, correspondiente a 5 etapas de deformación, para una probeta de 0° , y en la Figura 6.57 (a), b) y c)) para una probeta de 90° .



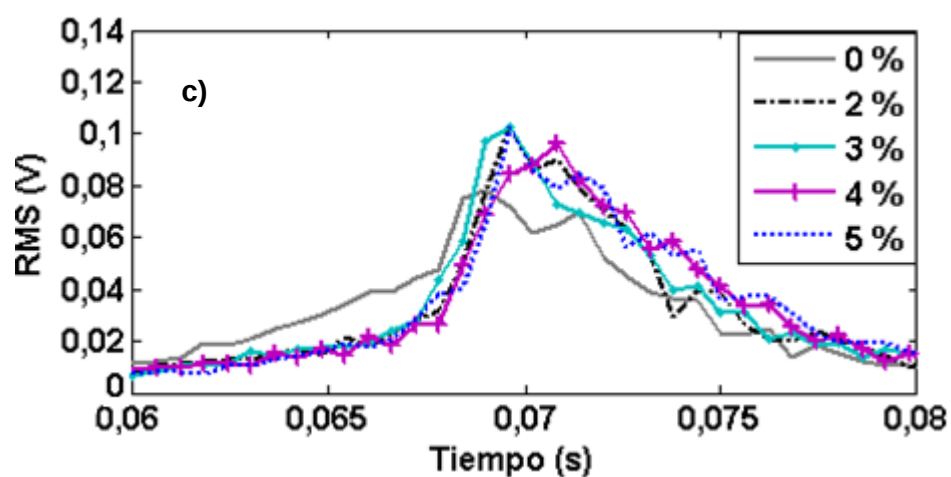
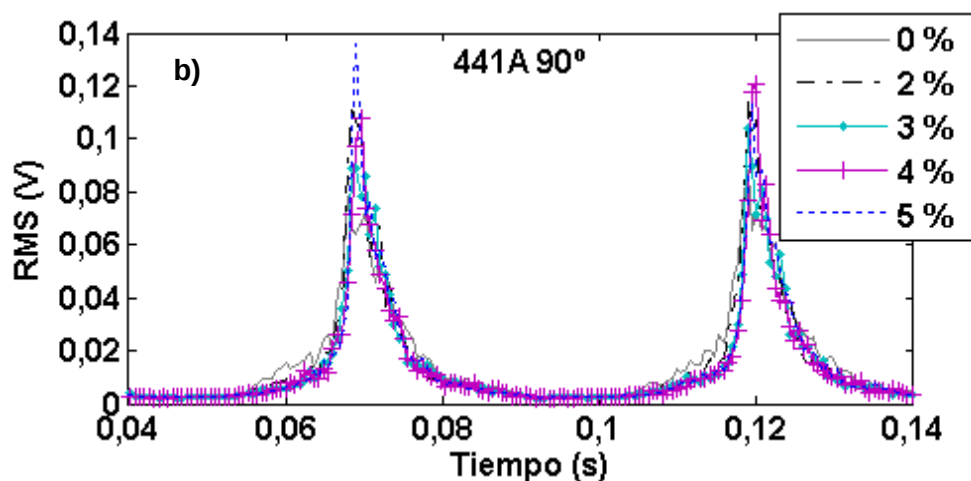
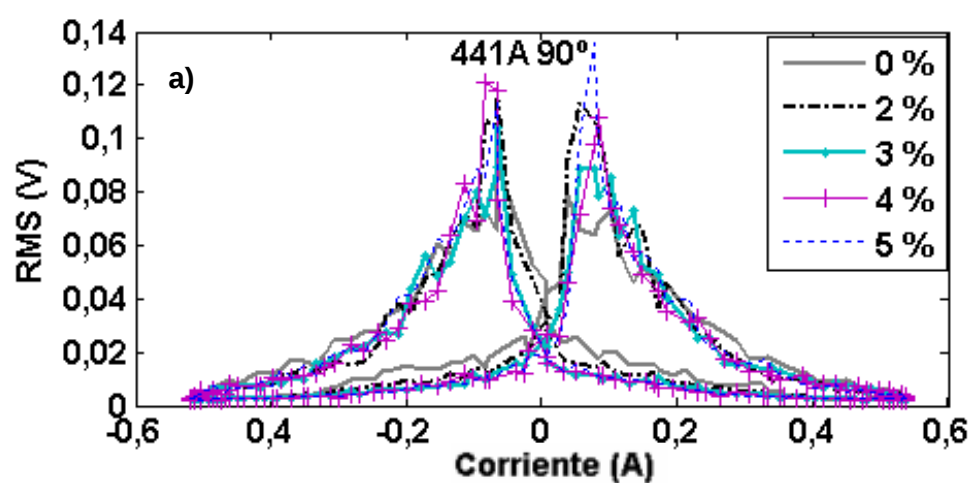


Figura 6.56. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 441A, probeta 0°.



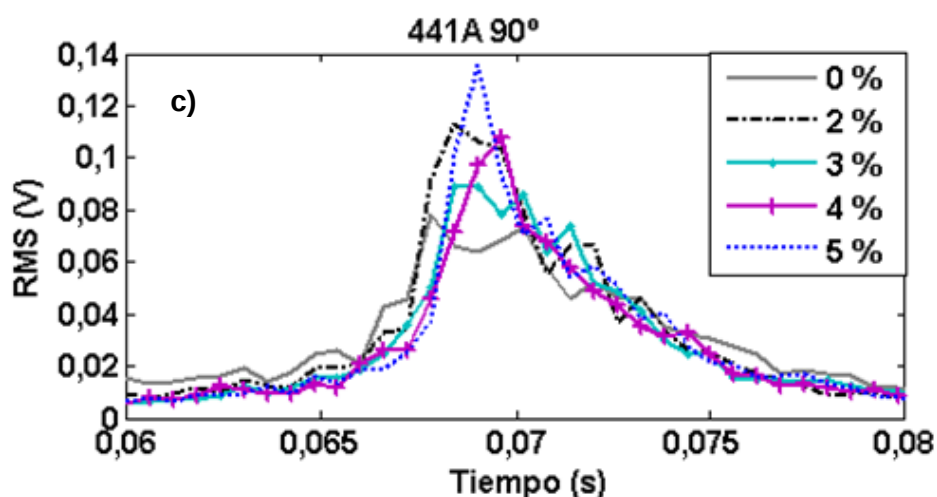


Figura 6.57. Función RMS: a) vs. corriente aplicada; b) tiempo para un ciclo de excitación c) tiempo para medio ciclo de excitación. Acero 441A, probeta 90°.

Para el AISI 441A en sus dos direcciones (0° y 90°), se observa que la forma de la función RMS, sin deformación, cambia significativamente con la deformación, al igual que para el 430. Se observa como en los dos aceros anteriores, que disminuye el número de picos a medida que aumenta la deformación, aumenta la amplitud de la función RMS a medida que aumenta la deformación, y también se producen el desplazamiento de sus valores máximos, hacia valores de campo (corriente) más altos para las muestras más deformadas. Esto último implica que hace falta mayor energía para mover las PDs a medida que aumenta la deformación, ya que aparecen mayores trabas a su movimiento (dislocaciones, tensiones residuales, etc.).

El comportamiento de la función RMS del RMB en respuesta a compresión y tracción, generalmente se interpreta en términos del efecto magnetoelástico; es decir, para materiales con magnetostricción positiva, la aplicación de un esfuerzo de tensión alienta a la reorientación de dominio de manera que su dirección de magnetización se alinee a lo largo del eje de la tensión, con el fin de reducir la energía elástica. Para materiales con magnetostricción negativa, la magnetización de los dominios tenderá a alinearse a 90° del eje de la tensión para campos bajos. Además de los cambios en la estructura de dominios debido a la tensión aplicada existe la posibilidad de cambios en el volumen de los dominios [Jadashi, 1990, Cheng Kai, 1990; Kypris O. et al., 2014]. El RMB, que generalmente se asocia con el movimiento de las PDs de 180°, por lo tanto, aumentará cuando el campo magnético se encuentra en la misma dirección que la tensión aplicada, principalmente porque hay más paredes de 180° disponibles para moverse [Jadashi, 1990].

Como el acero inoxidable tiene magnetostricción positiva, al estar sometido a tensiones aplicadas o por el efecto de las tensiones residuales de tracción, en sentido paralelo al campo, el número de emisiones del RMB aumenta, debido a la facilidad de movimiento de las PDs en esa dirección [Branco da Silva Jorge P. M, 2015; Matos J. et al., 2012]. Por el contrario, cuando el campo de magnetización es perpendicular a la dirección de la tensión, una parte del proceso de magnetización es la rotación de los momentos magnéticos en las regiones de alto campo, y la contribución para la nucleación y aniquilación de las señales de RMB no sería tanto como el caso anterior [Cheng Kai, 1997].

Las Figuras 6.55 a 6.57, también muestran la dependencia del RMB sobre el campo aplicado para diferentes contenidos de C y Cr y diferentes porcentajes de deformación. Para las probetas AISI 409 y 441A con muy bajo contenido de C se

observa que la función RMS del RMB aumenta con la deformación plástica y además tienen mayor amplitud que para las probetas del AISI 430 con mayor contenido de C. En este último caso se observa un efecto inverso con la deformación plástica. Los mismos resultados en una muestra de AISI 430, fueron encontrados por O'Sullivan D. et al., (2004) y Mészáros I., (2005). Esto se puede explicar de la siguiente manera: la disminución del RMB con la deformación plástica se puede atribuir a que a medida que aumenta la deformación plástica, aumenta la densidad de dislocaciones y eso produce un cambio en la disposición de las dislocaciones en la muestra. Las PDs se bloquean o se mantienen en su sitio por las dislocaciones. Debido a las crecientes interacciones entre las PDs y las dislocaciones al aumentar la deformación plástica, la fuerza magnetizante no es lo suficientemente grande para liberarlos y reduce el movimiento de las PDs, disminuyendo el RMB. Esto también produce un mayor endurecimiento del material al aumentar la deformación [O'Sullivan D. et al., 2004; Mészáros I., 2005].

Para los aceros AISI 430 y 441A para las probetas sin deformación, en la función RMS se observan dos picos que corresponden a la nucleación y aniquilación de los dominios, y con alguna contribución del movimiento de las PDs de 180° [Piotrowski et al. 2010; Antonio, Pedro P. De C et al., 2014]. Baiotto R. et al. (2010) describieron una estructura de dos picos para una muestra sin deformar. Esta estructura inicial con el aumento de la deformación fue modificándose hasta formar una curva con un único pico para las deformaciones más elevadas. En este trabajo se mencionó que las microtensiones podrían influir en este comportamiento. Kleber X., et al. (2004), explicaron la presencia de dos picos en términos de dos mecanismos microestructurales: la nucleación y la aniquilación de las PDs de 90° . Cuando se aplica un campo magnético paralelo al eje de tensión durante las mediciones de RMB, en un material libre de tensiones, el primer paso es la reorganización de la microestructura magnética, se produce simplemente mediante el desplazamiento de las PDs 180° , mientras que después, también se requiere la creación y movimiento de las PDs de 90° para alcanzar el estado completamente magnetizado. Pérez Benítez J. et al. (2005), explicaron que el primer pico en el perfil del RMB se debe a las interacciones de las PDs con las partículas de segunda fase, y el segundo pico corresponde al proceso de reversión de dominios, que requiere un alto campo magnético.

Además se observa que las probetas de los aceros AISI 430 sin deformación, tienen menor amplitud de la función RMS que las probetas AISI 441A. Esto se podría deber que el acero AISI 430 presenta un tamaño de grano más pequeño y uniforme (10 a 20) μm , comparado el AISI 441 A (5 a 200) μm . En una muestra de Fe puro, Gatelier-Rothea C. et al. (1998), evaluaron el efecto del tamaño de grano en el RMB, encontrando que para granos pequeños, el número de dominios y de paredes que se pueden mover es mucho más grande que para granos más grandes, por lo tanto, se incrementa el RMB. Otros autores han obtenido resultados contrarios, con un menor tamaño de grano (mayor cantidad de borde de grano), es decir mayor cantidad de puntos de anclaje, mayor cantidad de saltos y por lo tanto mayor RMB [Freddy A. et al., 2007, Torres Pupo C., Perez Benítez J. A., 2009].

Para la función temporal del RMS, en los tres aceros estudiados y en las dos direcciones de corte, se observa que al aumentar el porcentaje de deformación plástica: (i) las funciones tienden a desplazarse hacia la derecha, y (ii) tiende a disminuir la cantidad de picos en cada curva, apareciendo solo un pico central.

El desplazamiento de las curvas hacia la derecha, es debido a que hace falta mayor energía (mayor corriente en el solenoide) para producir el movimiento de las PDs, dando cuenta del "tiempo de retraso" que tuvo cada función RMS desde el inicio hasta llegar al máximo, en cada etapa de deformación [Neyra Astudillo M. R., et al. 2014; Kypris et al, 2014].

La disminución de la cantidad de picos y su transformación en un pico central, se podría deber a que la señal de RMB se genera principalmente por los procesos conectados con la reorganización rápida de la estructura de las PDs, debido a la creación y aniquilación de los dominios. A medida que la deformación progresa, se crean los “enredos” de dislocaciones, y el mecanismo de fijación lentamente se vuelve predominante lo que lleva a la aparición y al posterior aumento de un pico central [Piotrowski L. et al., 2010].

Para el siguiente análisis se estudia la función RMS para un ciclo completo de excitación (250000 puntos), en 3 probetas de 0° y 3 de 90°, de cada material a través de sólo tres parámetros. Los parámetros que se analizan son:

1. Amplitud del pico: promedio entre los dos bucles.
2. Posición del pico: promedio entre los dos bucles, de la corriente correspondiente al pico máximo.
3. Valor cuadrático medio, RMS: promedio del valor RMS entre los dos bucles.

Los valores presentados corresponden al promedio de un ciclo de excitación (dos bucles) y se presentan unidos por líneas para facilitar su visualización.

Las Figuras 6.58 a 6.60 muestran la amplitud del pico en función de la deformación plástica para cada material, dirección (0° y 90°) y probeta.

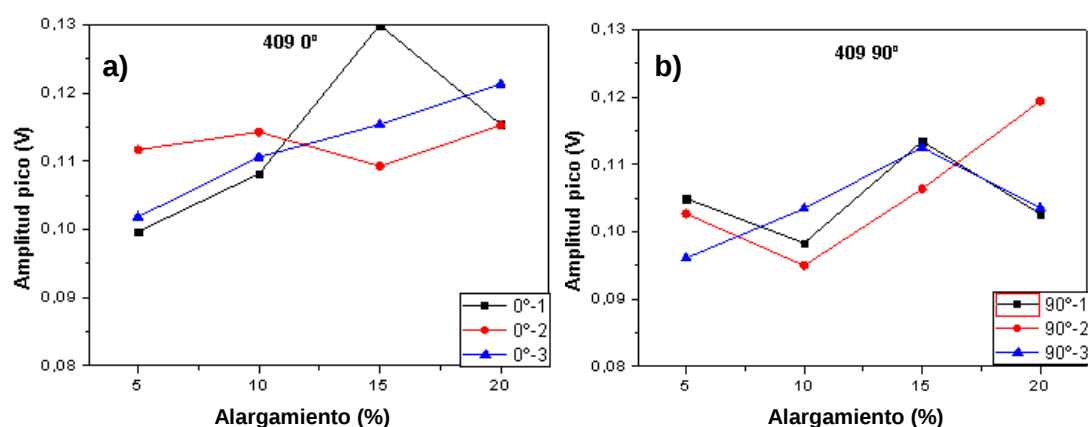


Figura 6.58. Amplitud del pico en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

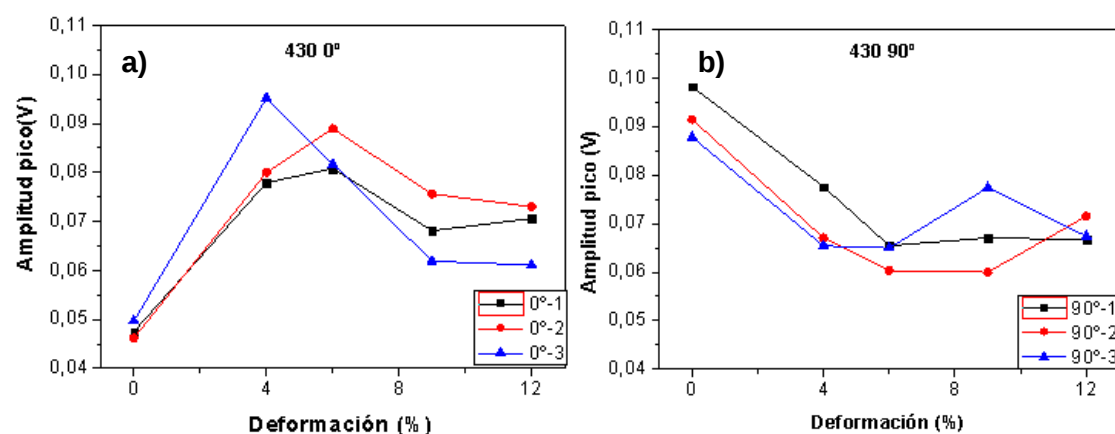


Figura 6.59. Amplitud de pico en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

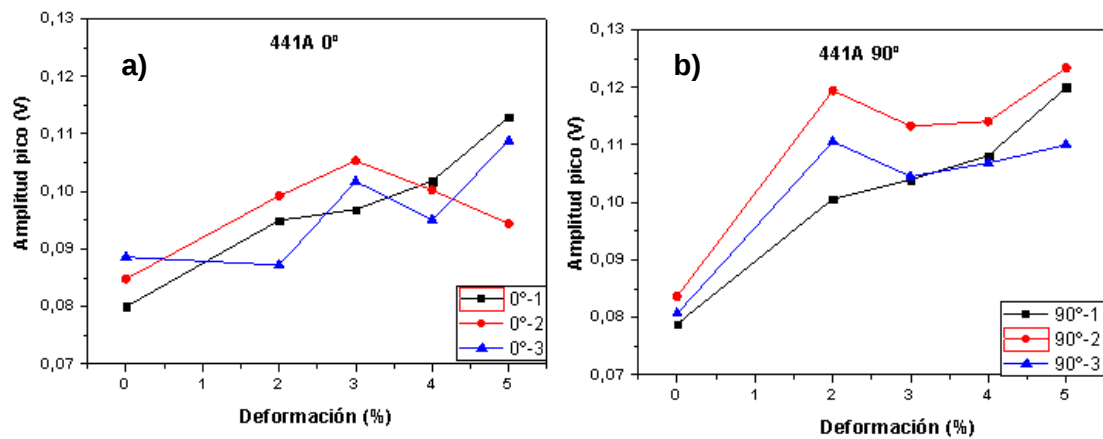


Figura 6.60. Amplitud de pico en función de la deformación, acero 441A a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

En el caso del AISI 409, en a) y b) para las probetas de 0° y 90°, se observa que tienen un comportamiento similar. Para el 430 a) en las probetas de 0°, se ve que en la primera deformación aumenta la Amplitud del pico y luego disminuye. En b) para las probetas de 90°, se observa que la Amplitud del pico tiende a disminuir y en el 441A tanto en a) y b) para las probetas de 0° y 90° se muestra que la Amplitud del pico aumenta con la deformación.

En las Figuras 6.61 al 6.63 se grafica la Posición del pico en función de la deformación plástica. La Posición de pico se define como el valor de la corriente de magnetización que corresponde al máximo de la función RMS.

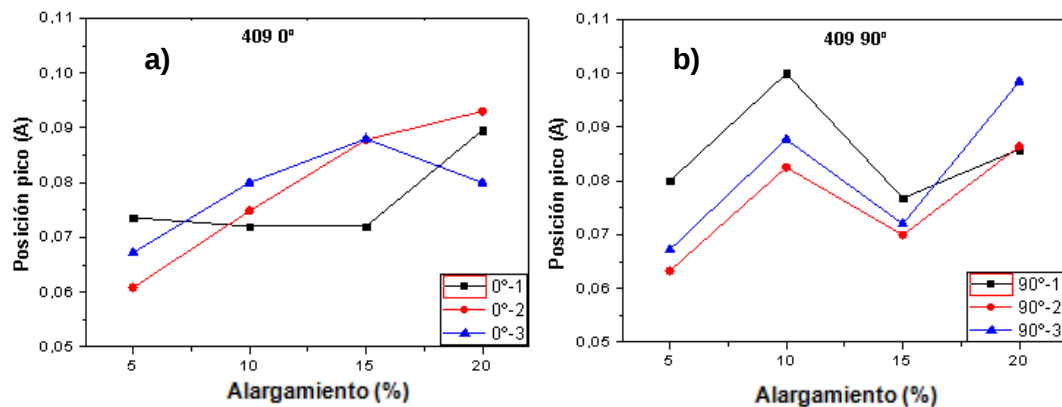


Figura 6.61. Posición de pico en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

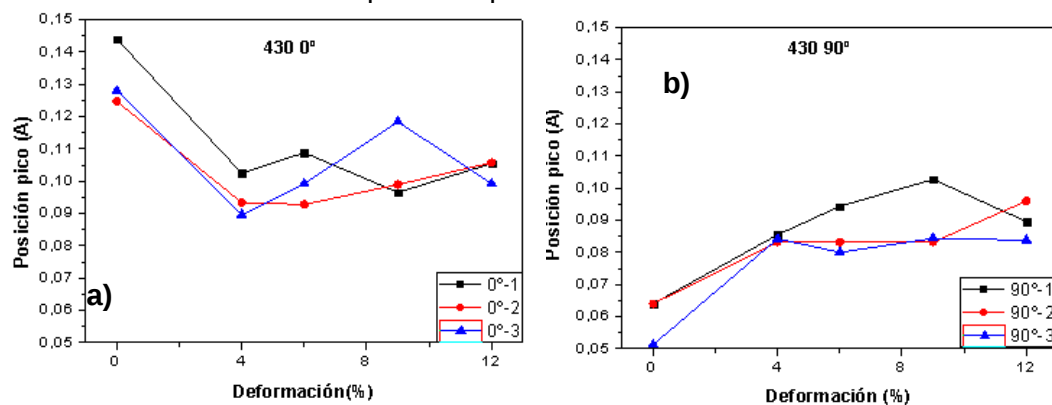


Figura 6.62. Posición de pico en función de la deformación, acero 430 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

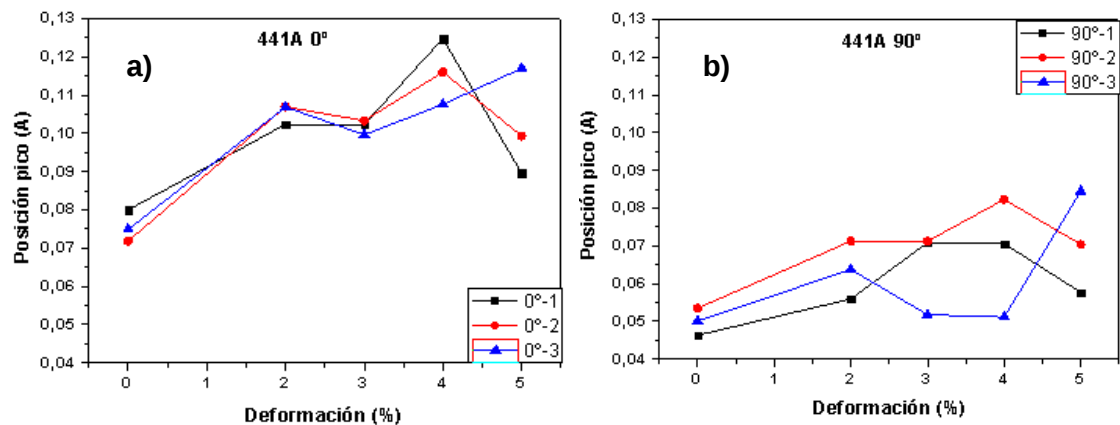


Figura 6.63. Posición de pico en función de la deformación, acero 441A a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

En el caso del AISI 409 y 441A, en a) y b) para las probetas de 0° y 90°, en general se observa que al aumentar la deformación, hay un corrimiento hacia valores mayores de corriente, es decir a medida que aumenta la deformación se necesita mayor corriente (energía magnética) para producir el RMB. Además se observa que en el 441A para 90° se necesita menores energías que para 0°. Para el 430 en a) para las 3 probetas de 0°, se observa que en promedio, los valores de la Posición del pico se corren hacia valores de menor energía (corriente). En b) para las probetas de 90°, se ve el efecto contrario.

Comparado con las de 0°, en las de 90°, el máximo RMB se produce para menores valores de energía. Esto podría explicarse teniendo en cuenta que estas últimas probetas presentan a la tracción mayor cantidad de bordes de grano por unidad de longitud axial que las otras, siendo por lo tanto más probable que al haber mayores puntos de anclaje en la dirección de tracción sea posible destrabarlos al traccionar con menores valores de energía y producir así RMB.

En las Figuras 6.64 a 6.66 se grafica el Valor RMS en función de la deformación plástica. Para el AISI 409 y 441A, el valor RMS aumenta con la deformación. Los resultados de los 3 aceros son similares a los resultados de la Amplitud del pico.

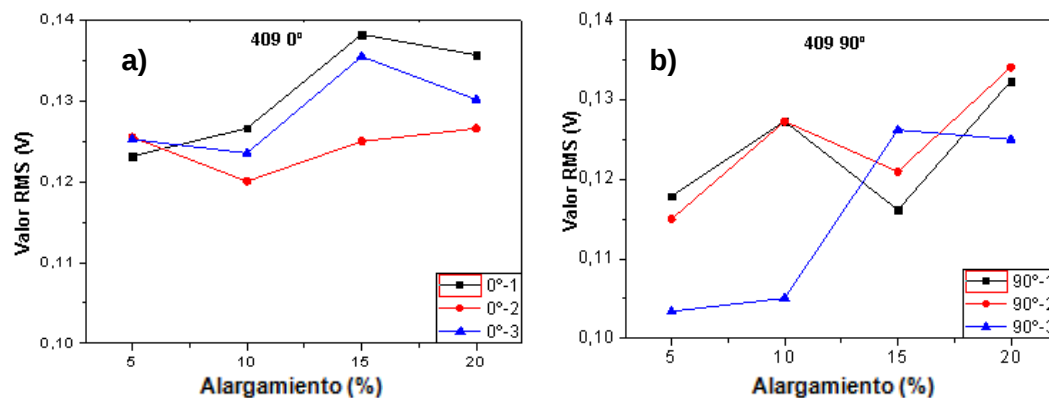


Figura 6.64. Valor RMS en función de la deformación, acero 409 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

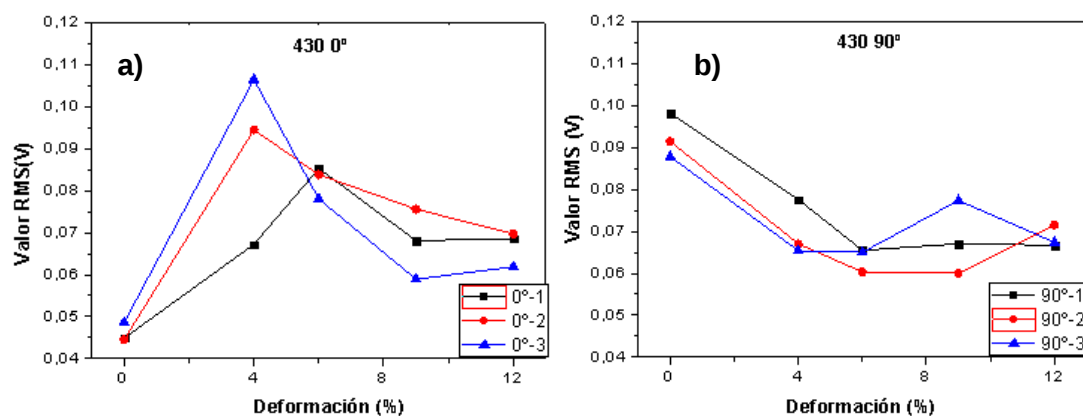


Figura 6.65. Valor RMS en función de la deformación, acero 430 a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

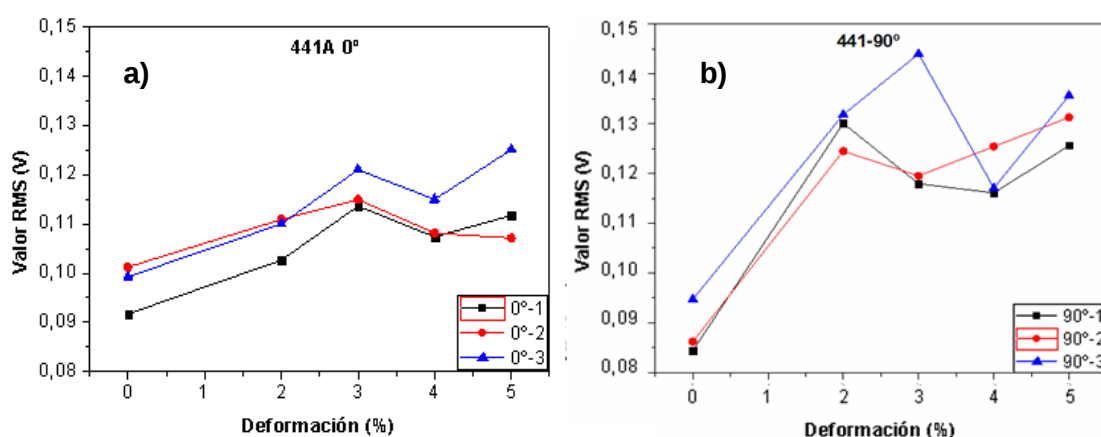


Figura 6.66. Valor RMS en función de la deformación, acero 441A a) 0° y b) 90°, tres probetas para cada dirección.

El comportamiento del valor RMS en los 3 aceros es similar a los gráficos de las Figuras 6.59 al 6.61.

En el caso del AISI 409 y 441A, en a) y b) para las probetas de 0° y 90°, se observa que el valor RMS aumenta a medida que crece la deformación. En el caso del 430°, a) en las probetas de 0°, se ve que en la primera deformación aumenta el Valor RMS y luego disminuye. En b) para las probetas de 90°, se observa el efecto contrario. Esto se podría explicar de la siguiente manera: los AISI 409 y 441A, presentan menor porcentaje de C y tienen tamaño de grano dúplex de mayor dimensión comparado con el AISI 430 que presenta mayor porcentaje de C formado carburos de Cr (ver Figura 6.21 y Tabla 6.1) y tienen tamaño de grano más pequeño y uniforme (10 a 20 μm). Un tamaño de grano más grande significa que tienen mayor cantidad de dominios y menor cantidad de puntos de anclaje (bordes de grano) en su microestructura, es decir las PDs pueden moverse más libremente generando un aumento del RMB con la deformación de tracción.

En resumen, de los tres parámetros estudiados en todos estos casos, el valor RMS mostró ser el más “potente” para analizar el RMB, ya que la repetición de ensayos muestra poca dispersión en todos los resultados.

Para el 441A, de acuerdo con la curva tensión–deformación, la inestabilidad de los resultados, se podría deber a que el rango de las deformaciones estudiadas se encuentra muy cerca de la zona de fluencia. En esta zona, la deformación no es

homogénea. Para el 430 y 409, las deformaciones realizadas se encuentran en la primera región posterior a la fluencia. En esta región, la estructura de las dislocaciones cambia significativa y homogéneamente en una vista macroscópica. Los resultados de RMB están claramente afectados por estos cambios en la densidad de dislocación, pero sus detalles son menos claros. Parece existir una relación sutil entre pequeños defectos como dislocaciones y el RMB. En general, se supone que un mayor número de defectos aumentar la actividad del RMB, ya que habrá más repentinos movimientos de las PDs. Sin embargo, si estos defectos actúan como puntos de anclajes fuertes, evitan que las PDs se muevan en absoluto y así disminuirá la actividad del RMB [Volkers R., 2008].

Por otra parte, si los defectos son demasiado débiles, no actuarán como puntos de anclaje, pero amortiguan el movimiento, por lo tanto hacen más lentos los cambios repentinos, lo que resulta una menor actividad del RMB. Para las dislocaciones relativamente aisladas, todavía no está claro si los defectos suficientemente grandes puedan actuar como puntos de anclaje y, por lo tanto si aumentará o disminuirá la actividad del RMB. La resistencia de fijación de dislocaciones aisladas y enredos de dislocaciones son posibles. Las dislocaciones aisladas podrían tener suficiente fuerza para actuar como puntos de anclajes, lo que significa que su presencia aumentará el RMB. Alternativamente, las dislocaciones aisladas podrían tener fuerza de fijación insuficiente para actuar como puntos de anclajes, pero actúan como amortiguadores de la velocidad de movimiento de las PDs, lo que significa que su presencia disminuiría el RMB [Volkers R., 2008, Cullity B. D, Graham C. D, 2009].

6.3.2.3.2.2 Análisis de EMA

Como ya se ha demostrado, la EMA es muy sensible a los cambios microestructurales en los materiales ferromagnéticos. Sin embargo, su aplicación para la evaluación no destructiva de muestras deformadas plásticamente, raramente ha sido considerada [Piotrowski L. et al., 2009].

Como se mencionó anteriormente mientras se medía el RMB (bobina sensor en el centro de la probeta), en los extremos de la probeta se ubicaron los sensores de EMA: uno resonante y otro de banda ancha. En cada material y para cada dirección de corte se ensayaron tres probetas: 0°-1, 0°-2, 0°-3; 90°-1, 90°-2 y 90°-3. Debido a la repetibilidad obtenida, a modo de ejemplo, se muestran sólo los resultados de una de las probetas en cada dirección.

En la Figura 6.67 se presenta el resultado obtenido en la evolución temporal de la EMA. Como ya se indicó, las señales fueron digitalizadas con un retraso ("delay") respecto del máximo, de modo que para poder analizar dos bucles completos de la EMA, se estudió el registro temporal entre dos mínimos sucesivos de la corriente de excitación, es decir, las señales de EMA correspondientes al aumento y disminución de la corriente. Al filtrar las señales (se probó con distintos filtros), disminuía demasiado su amplitud, de modo se decidió trabajarlas en su estado original, para no perder información.

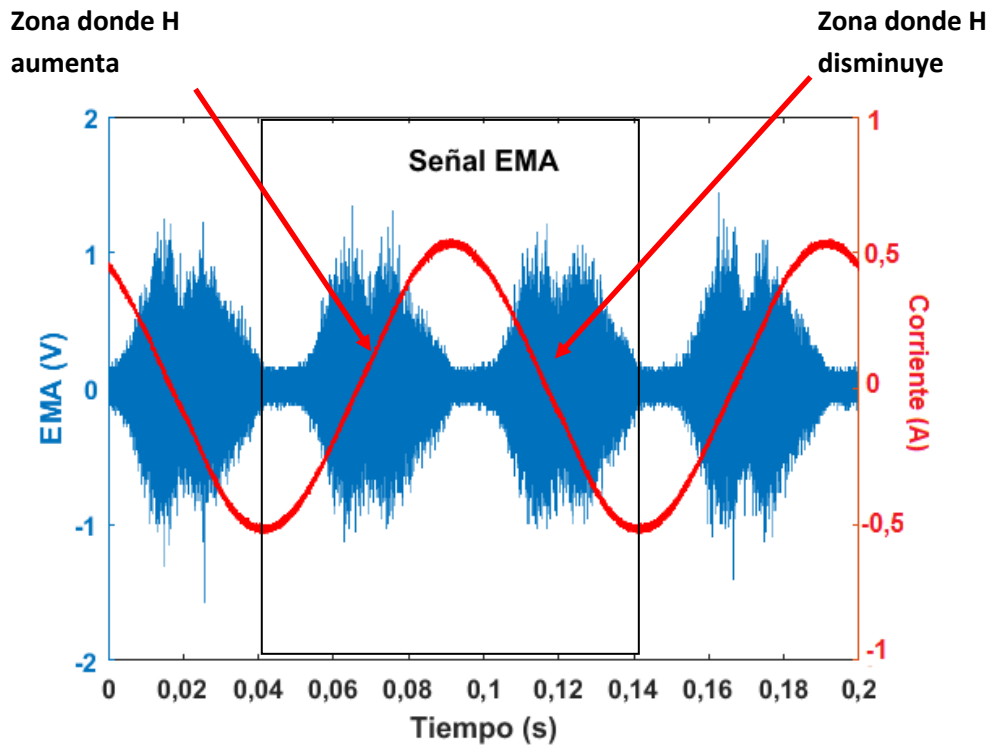


Figura 6.67. Señal EMA en función del tiempo.

En las Figuras de 6.68 a 6.69, se muestran las señales de EMA en función del tiempo de los aceros 430 y 441 A, para las muestras sin deformación, a la izquierda las correspondientes a la dirección 0° y 90° a la derecha. Para el 430, en 0° se observa la señal en forma de dos lóbulos asimétricos, de menor amplitud el primero, para 90° la señal es más simétrica. Para el 441A tanto para 0° como 90° , se ve que la forma de la señal es asimétrica, en forma de dos lóbulos, con el primero de mayor amplitud. El análisis de las correspondientes señales del AISI 409 para las muestras sin deformar, no se presenta aquí, debido a que las señales fueron registradas en diferentes condiciones experimentales que no permitían poder hacer un análisis comparativo.

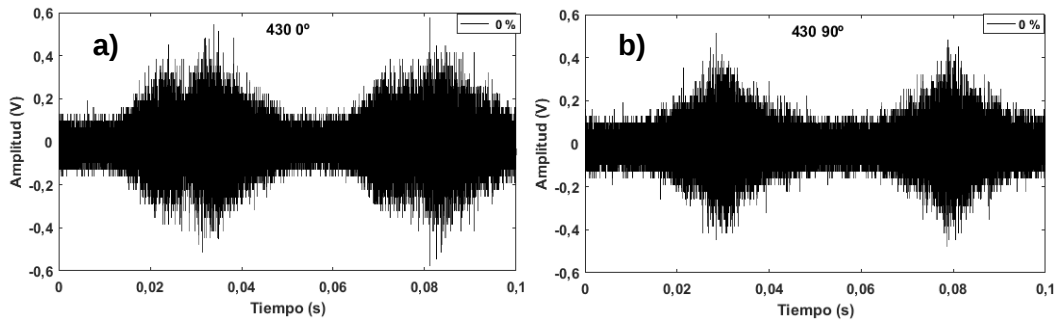


Figura 6.68. Señales de EMA, sin deformación, a) para 0° y b) para 90° , acero 430.

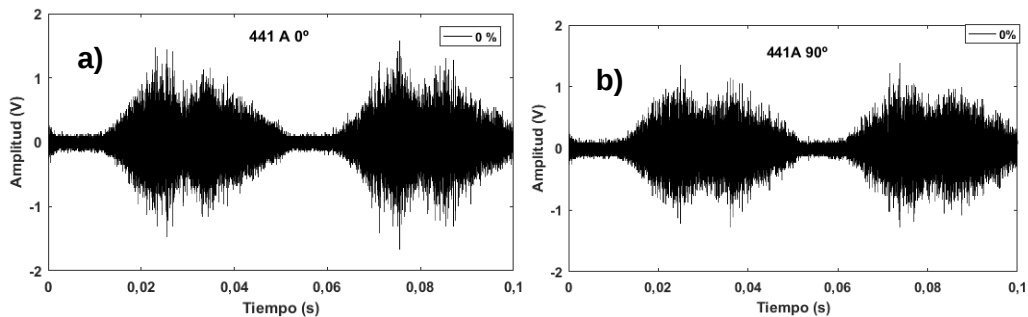


Figura 6.69. Señales de EMA, sin deformación, a) para 0° y b) para 90° , acero 441A.

En las Figuras 6.70 a 6.72, se muestran las señales de EMA obtenidas para cada porcentaje de deformación con cada una de las probetas, en función del tiempo, a la izquierda las correspondientes a la dirección 0° y 90° a la derecha. Se pueden apreciar claramente las diferencias en la forma y la amplitud de las señales, tanto para el caso de la dirección de laminación (0°) como para el sentido perpendicular (90°). Para el 409 tanto en 0° como en 90°, para la última deformación, se observa un lóbulo de forma alargada simétrica. En el caso del 430 en 0° se ve que la señal se vuelve más simétrica con el aumento de la deformación, en 90° no cambia la forma. En el caso del 441A, tanto en 0° como en 90°, se observa que a medida que aumenta la deformación los dos lóbulos de la señal aproximadamente tienen la misma amplitud.

Se observa nítidamente en todos los casos, que al aumentar la deformación final se produce una disminución de la amplitud de las señales. Por lo tanto se deduce que el RMB y la EMA en este caso se comportan de manera contraria [Neyra Astudillo M. R. et al., 2014].

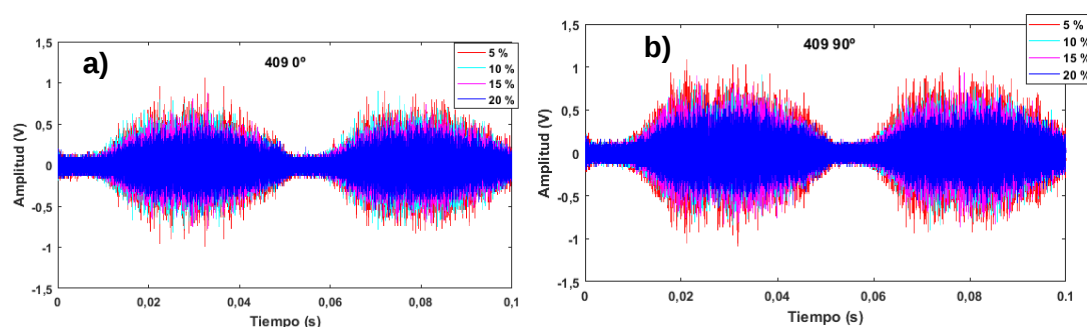


Figura 6.70. Señales de EMA para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 409.

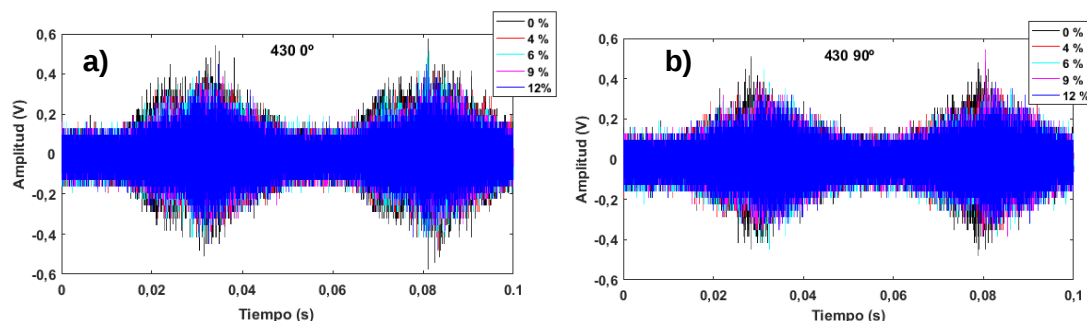


Figura 6.71 Señales de EMA para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 430.

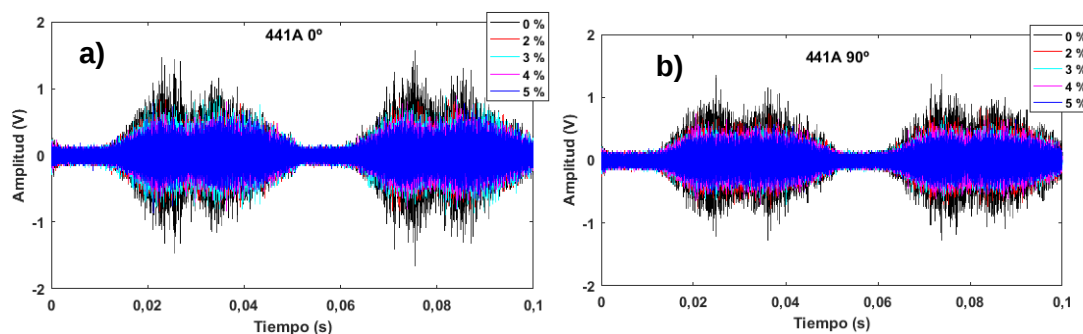


Figura 6.72. Señales de EMA para las diferentes etapas de deformación, a) para 0° y b) para 90°, acero 441A.

Para el estudio de las señales en el dominio de la frecuencia, se utilizó el mismo estimador del espectro de potencia que en el caso del RMB (Método de Welch). En esta primera etapa del análisis de Fourier corresponden al sensor de banda ancha. En la Figura 6.73 se muestran el gráfico de la EMA para los 3 diferentes aceros, sin deformar, en las dos direcciones (0° y 90°).

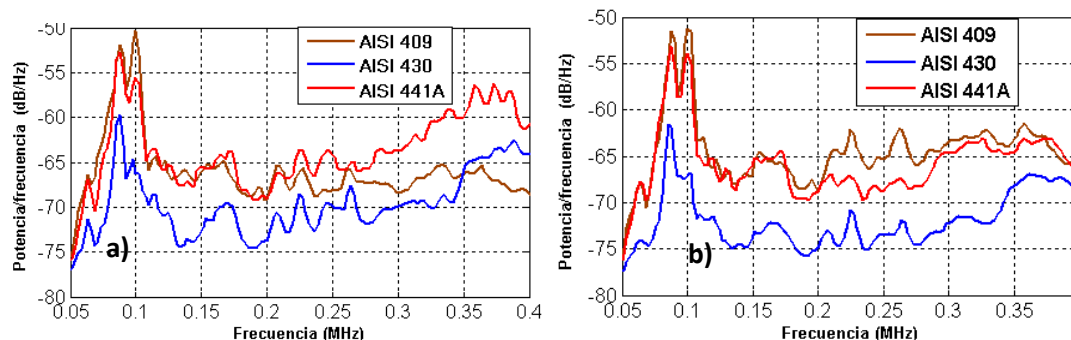


Figura 6.73. Espectro de potencia de la EMA para los aceros: 409, 430, 441A. a) para 0° y b) para 90° .

En todos los casos el máximo de la potencia se da aproximadamente alrededor de 0,1 MHz. En el caso del acero 409, se observa que para frecuencias menores a 0,2 MHz (0° y 90°), la potencia es mayor que para los otros dos aceros. De la caracterización metalográfica, se obtuvo el tamaño de grano: el más pequeño el 430, luego el 409 y el de mayor tamaño el 441A (ver Figura 6.22). Para las frecuencias comprendidas entre 0,2 MHz y 0,35 MHz se observa que la potencia decrece al disminuir el tamaño de grano, para 0° . Para las frecuencias mayores a 0,35 MHz para 0° , la potencia del AISI 430 sobrepasa a la del 409. En general la menor potencia se da para el 430 que es el de menor tamaño de grano, en los AISI 409 y AISI 441A, son muy similares hasta aproximadamente 0,2 MHz [Neyra Astudillo M. R. et al., 2014].

En las Figuras 6.74 a 6.76 se muestra la densidad de potencia de los tres aceros para cada dirección, presentando en un mismo gráfico las distintas deformaciones. En todos los gráficos se observa que la mayor cantidad de picos se da en el rango de 0,1 MHz a 0,4 MHz. Para el 409 (0° y 90°) se ve la misma distribución de picos en el rango de 0,1 MHz a 0,3 MHz con intensidades muy similares; para 0° comienzan a dispersarse las curvas desde 0,3 MHz y para 90° después de aproximadamente 0,5 MHz. En el caso del 430 y 441 A (0° y 90°) se ve la misma de distribución de picos en el rango de 0,2 MHz a 0,3 MHz, se observa una ligera disminución de la amplitud con el aumento de la deformación. En el caso de 430 la amplitud de la densidad espectral es siempre menor a los otros dos aceros.

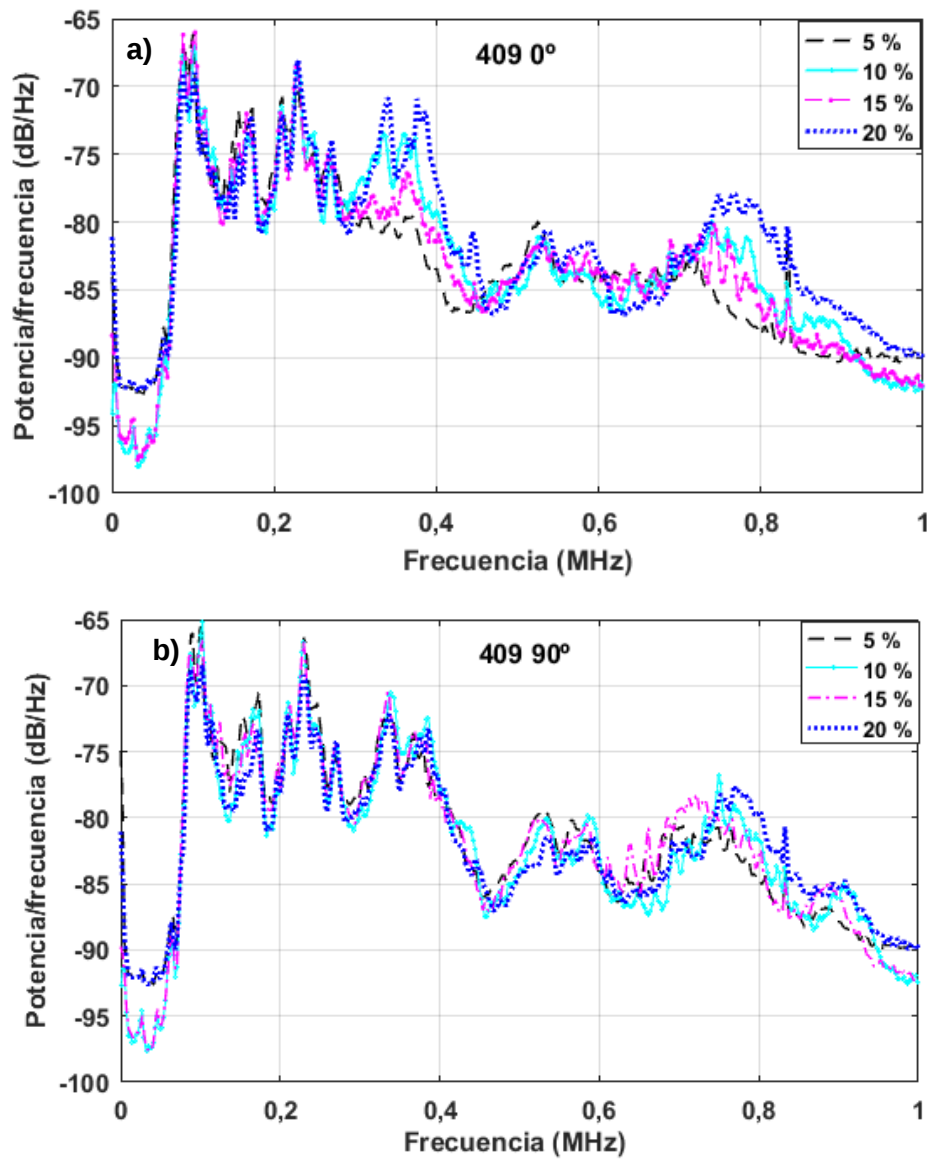


Figura 6.74. Espectro de potencia de la EMA para diferentes porcentajes de deformación para el 409, para a) 0°-1 b) 90°-1, sensor banda ancha.

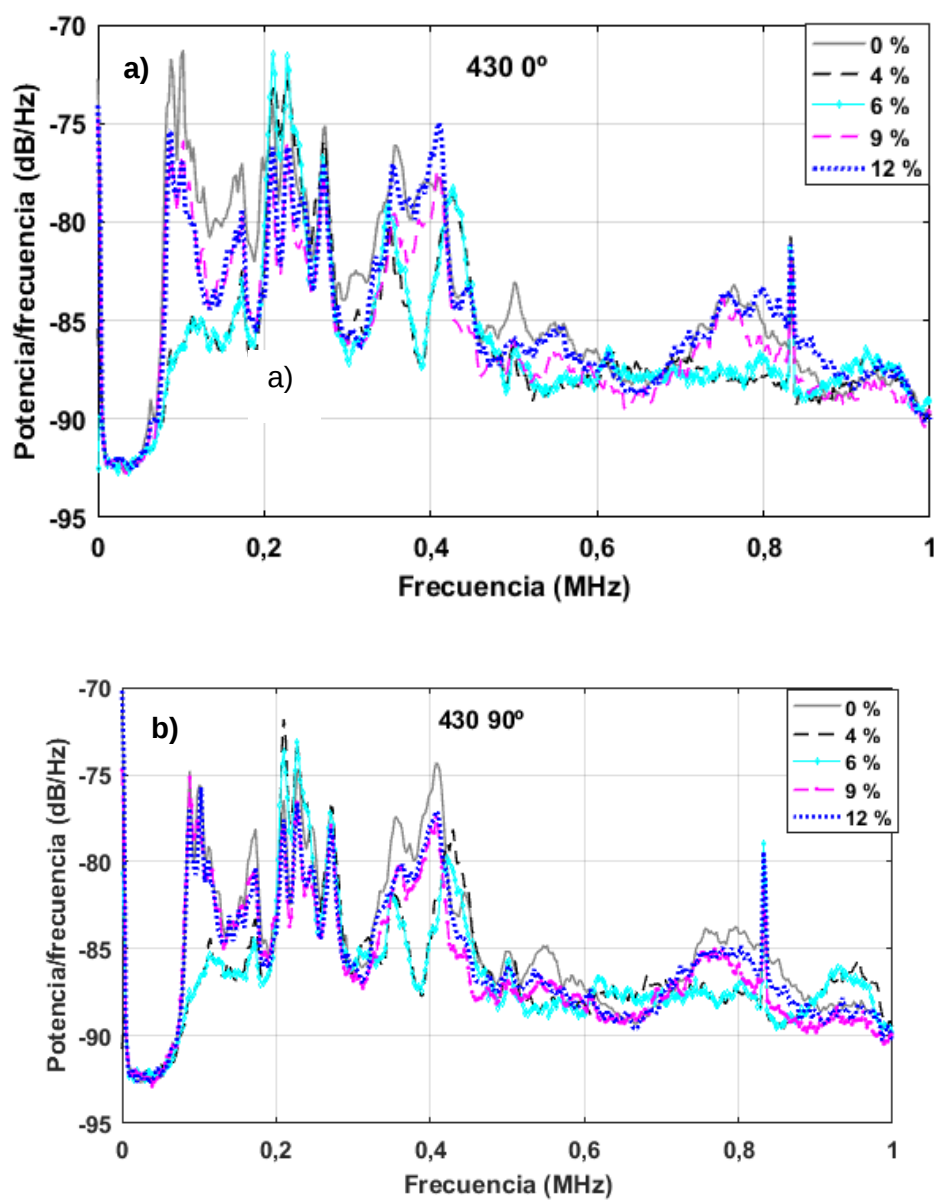


Figura 6.75. Espectro de potencia de la EMA para diferentes porcentajes de deformación para el 430, para a) 0°-1; b) 90°-1, sensor banda ancha.

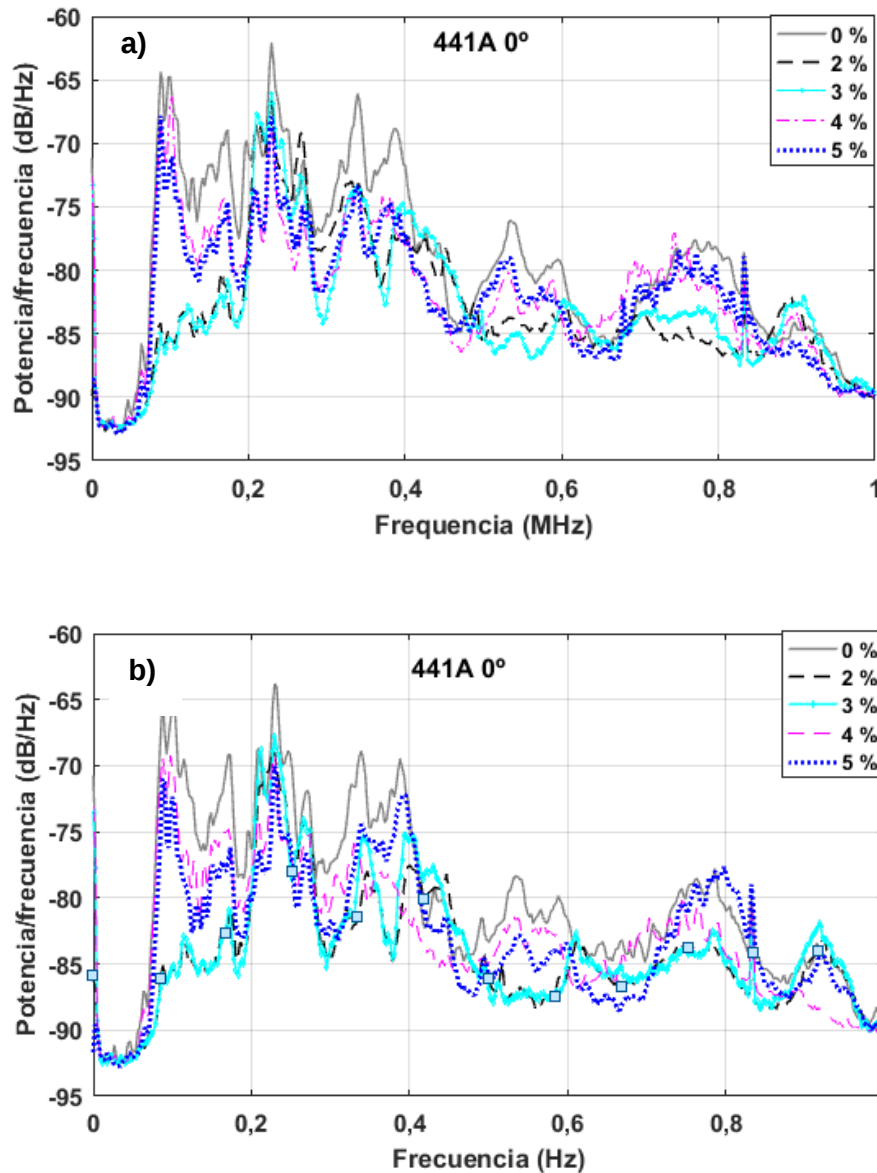


Figura 6.76. Espectro de potencia de la EMA para diferentes porcentajes de deformación para el 441A, para a) 0°-1; b) 90°-1, sensor banda ancha.

En esta segunda etapa del análisis de Fourier se consideran las señales captadas por el sensor resonante. En las Figuras 6.77 a 6.82 se muestra para los tres aceros la densidad espectral de potencia con las distintas deformaciones y la ampliación de una parte del espectro. Al comparar los resultados del sensor de banda ancha y del resonante, se ve que presentan diferente comportamiento, debido a la respuesta en frecuencia no uniforme y la mayor sensibilidad del sensor resonante.

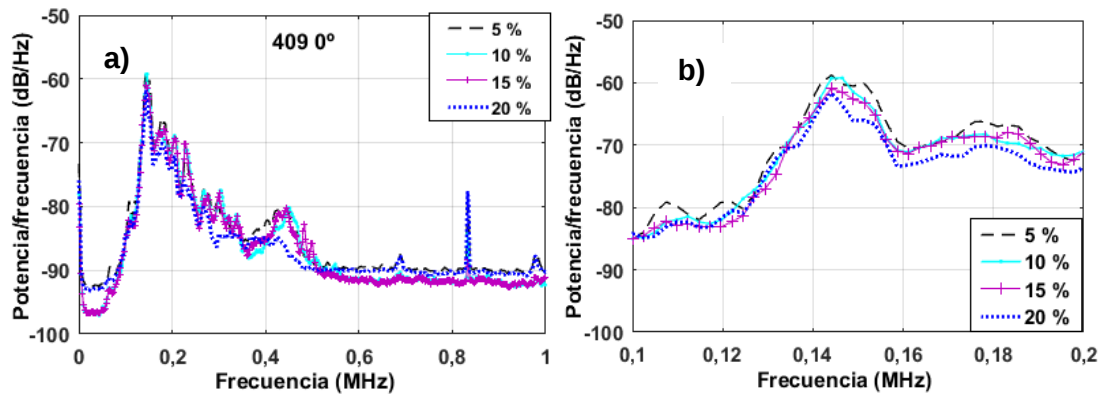


Figura 6.77. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 409, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.

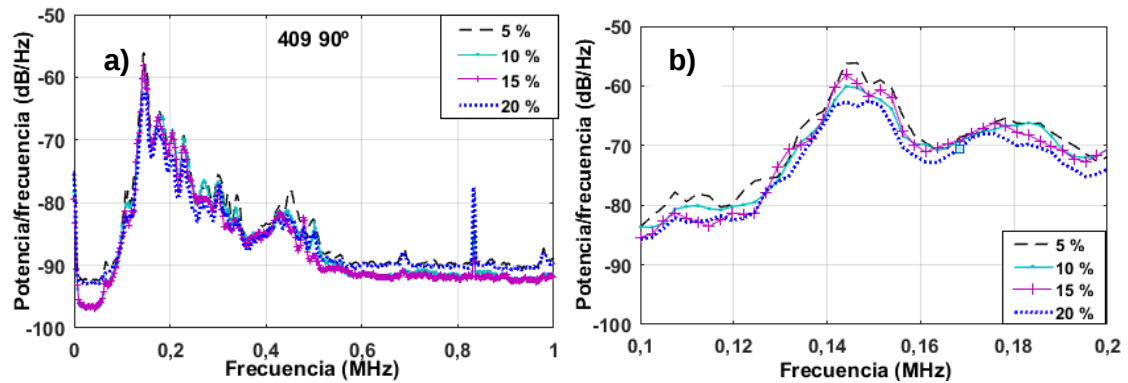


Figura 6.78. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 409, 90°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.

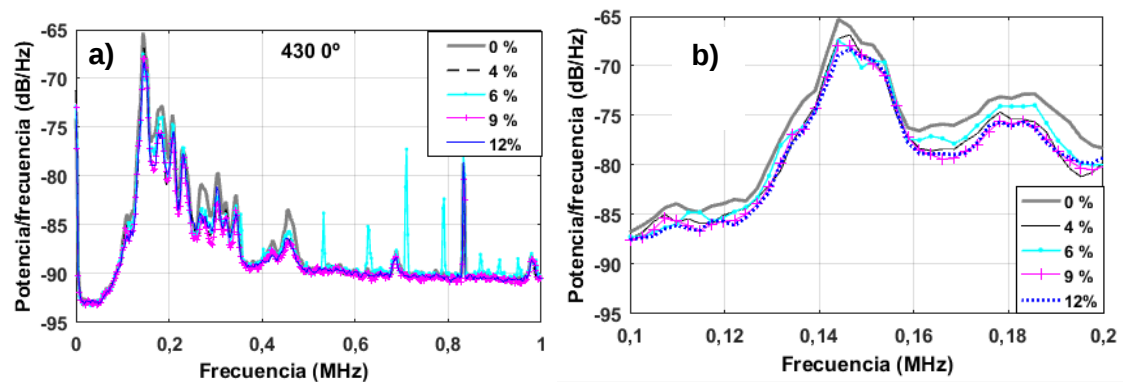


Figura 6.79. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 430, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.

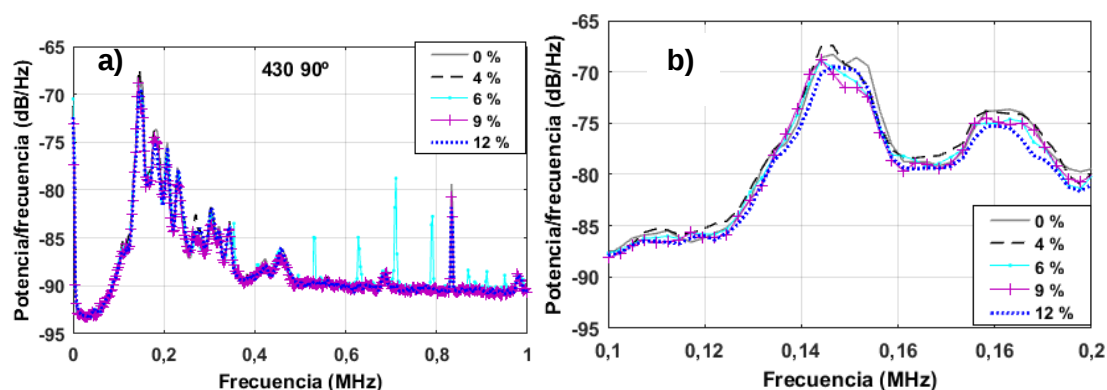


Figura 6.80. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 430, 90°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.

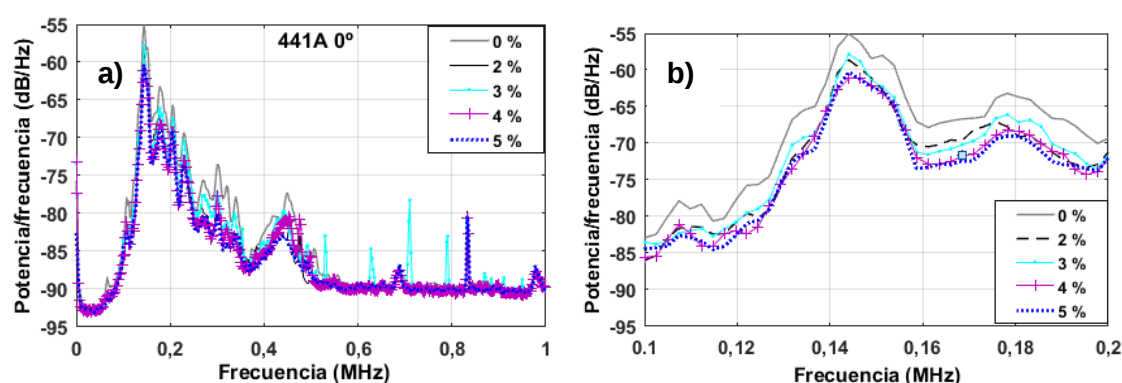


Figura 6.81. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 441A, 0°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.

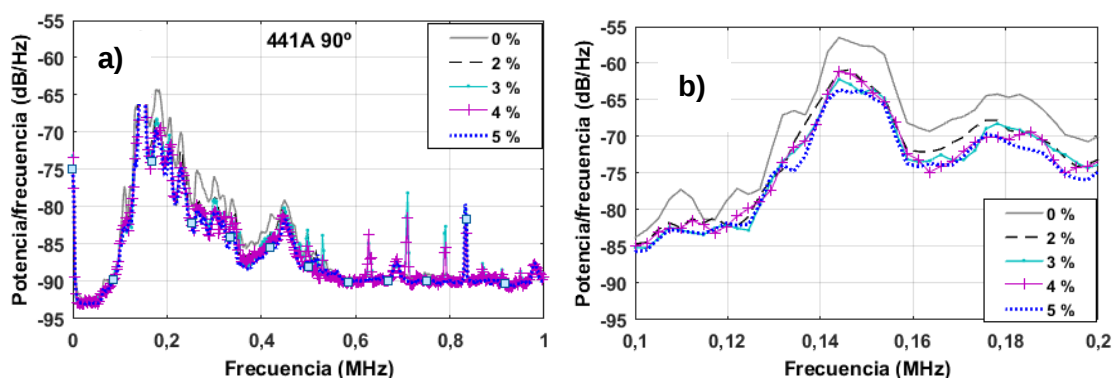


Figura 6.82. Espectro de potencia de la EMA a) para diferentes porcentajes de deformación, 441A, 90°-1, sensor resonante, b) ampliación de 0,1 MHz a 0,2 MHz.

En todos los aceros, para las dos direcciones, se repite el hecho de que al aumentar la deformación disminuye la densidad de potencia de la EMA, siendo esto más visible en la ampliación de cada caso. La altura del pico de resonancia de 150 KHz, disminuye monótonamente con la deformación plástica. La densidad espectral de los aceros 409 y 441A tienen la misma amplitud y son mayores comparadas con la del 430.

Debido a que los resultados del análisis de la Función RMS de la EMA captada por los sensores de banda ancha y resonante, presentan los mismos resultados, sólo se muestran los resultados del segundo sensor. En las Figuras 6.83 a 6.88 se puede ver la función RMS en función del tiempo y la corriente aplicada, para los aceros AISI 409, 430 y 441A (0° y 90°), en cada etapa de deformación plástica.

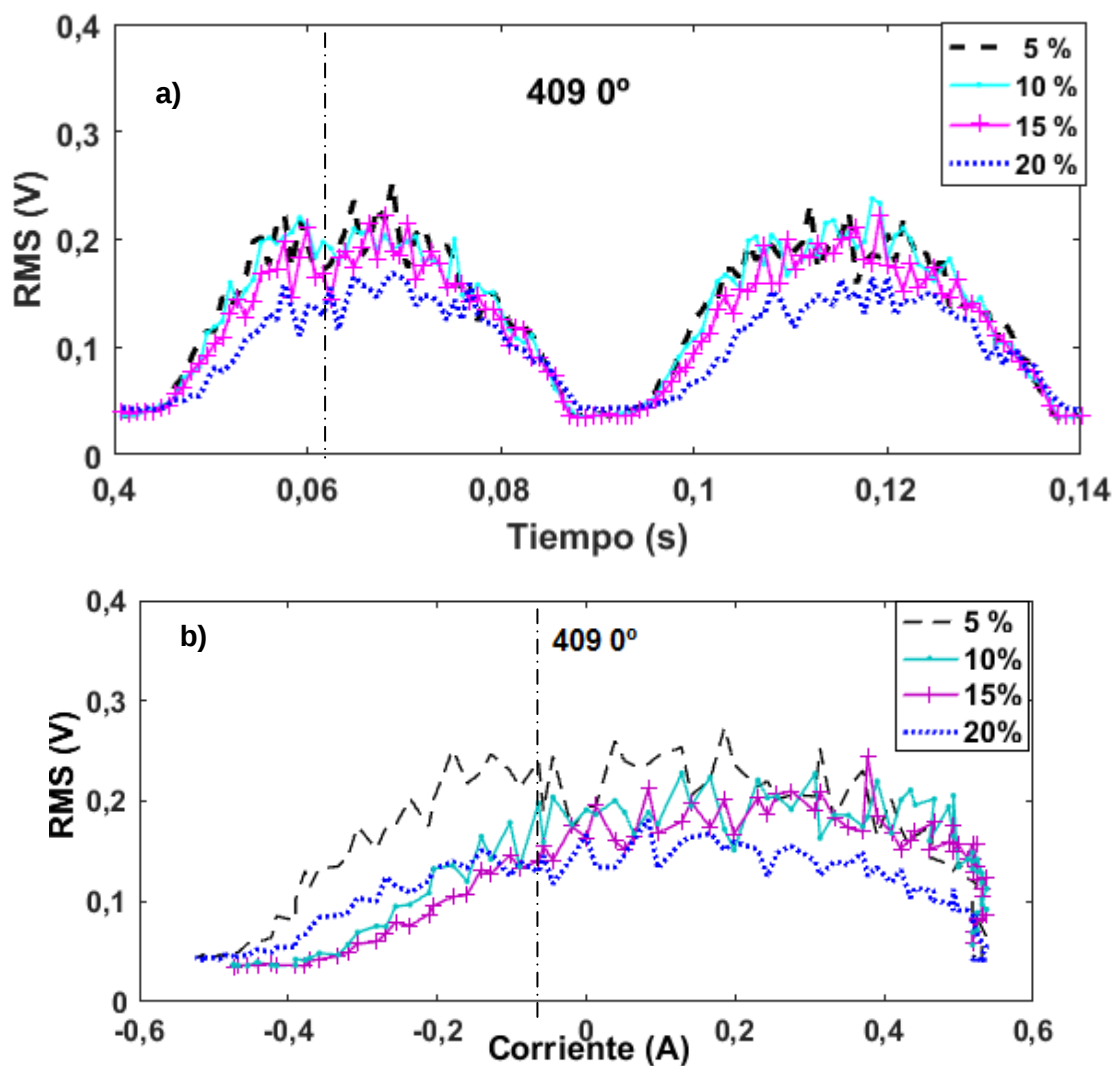


Figura 6.83. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 409, 0° .

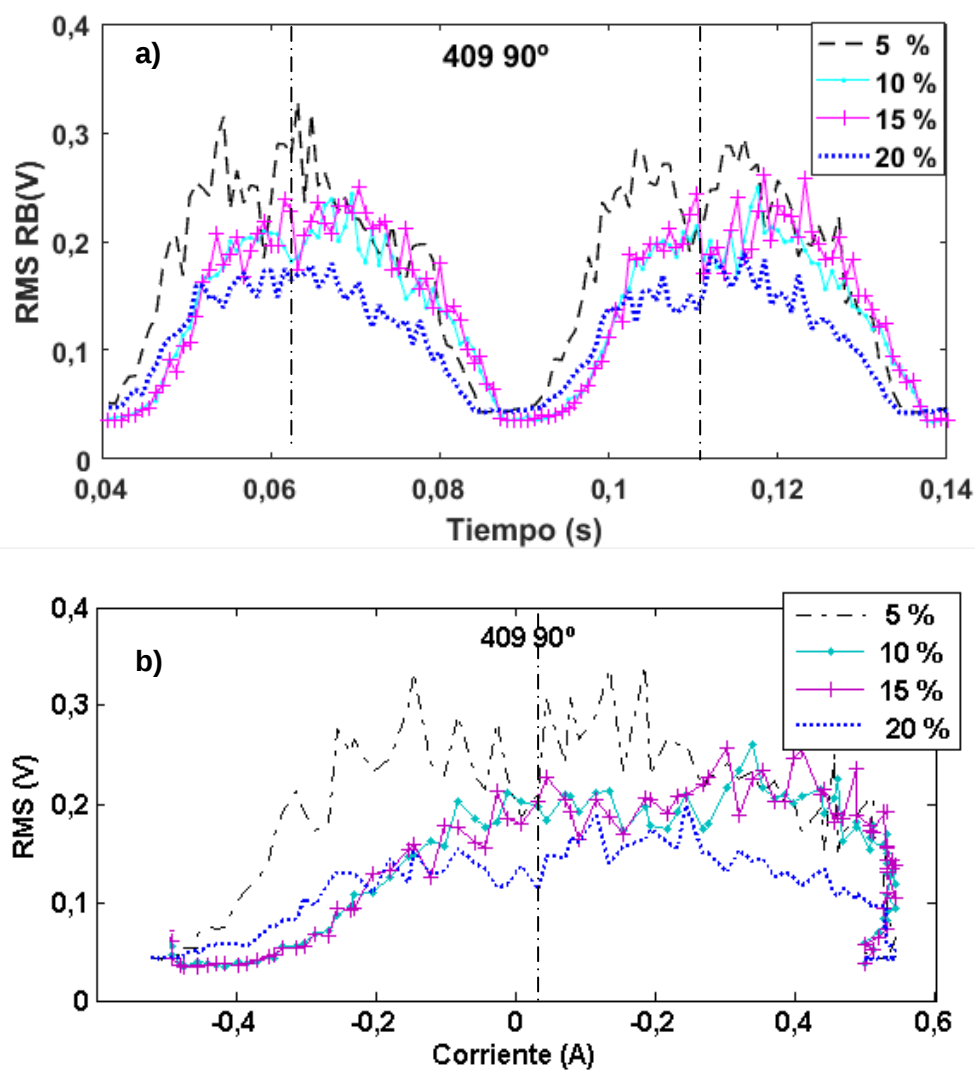
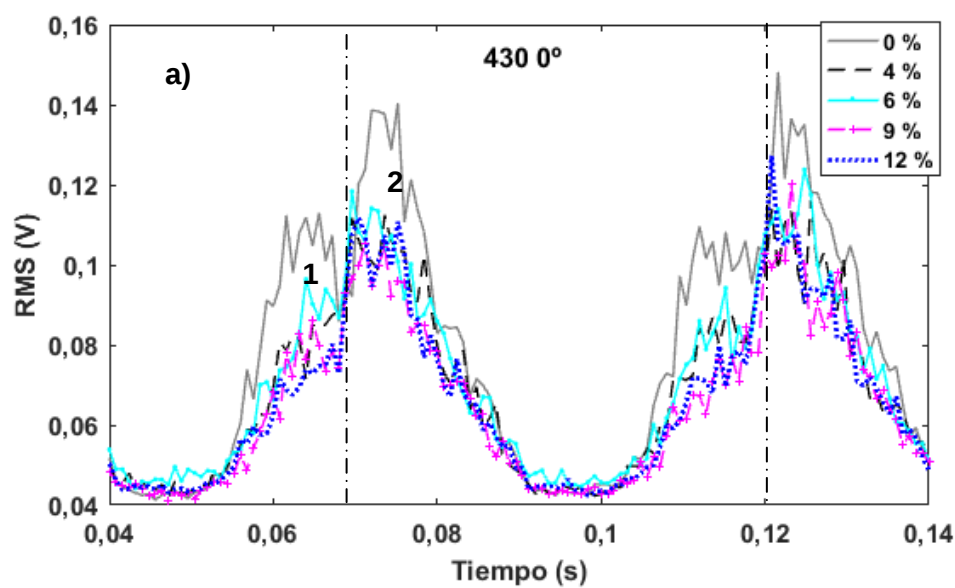


Figura 6.84. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 409, 90°.



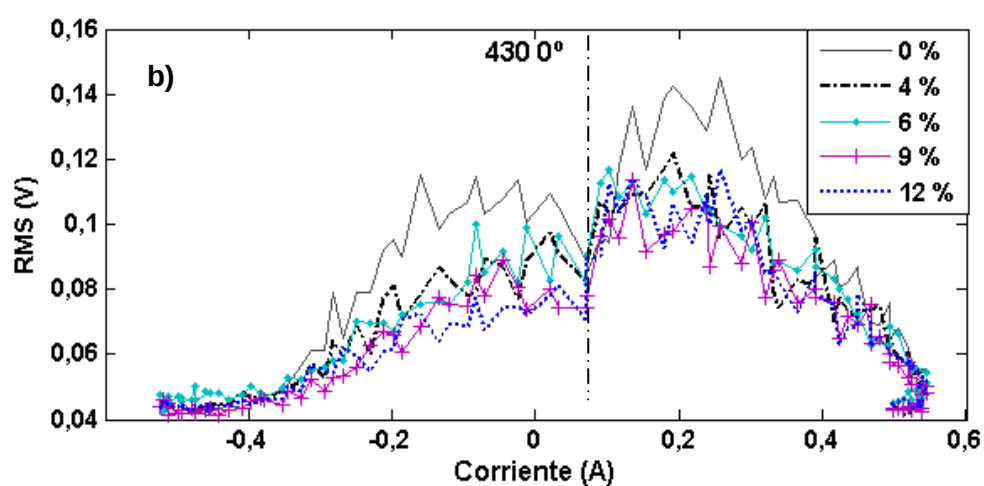


Figura 6.85. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 430, 0°.

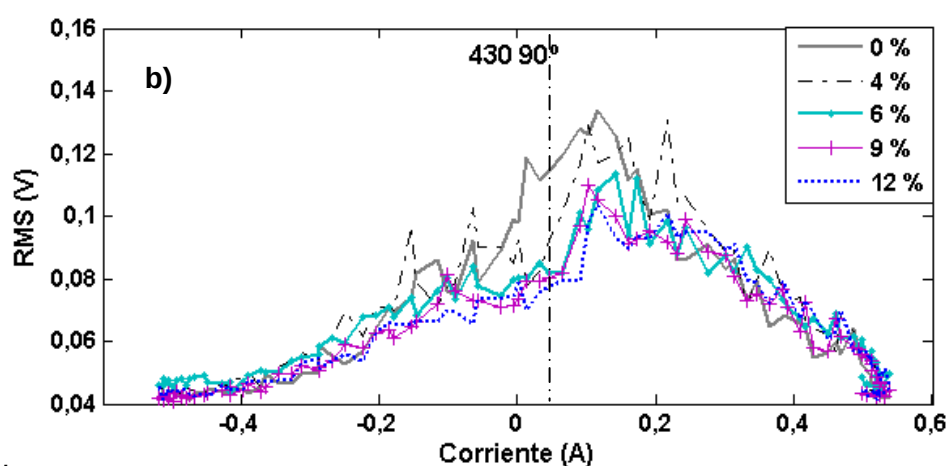
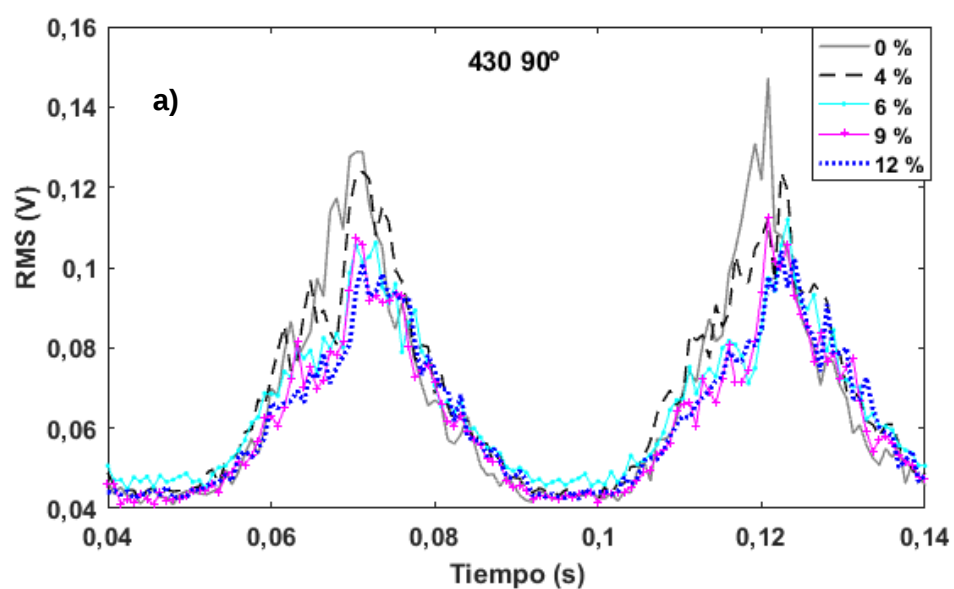


Figura 6.86. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 430, 90°.

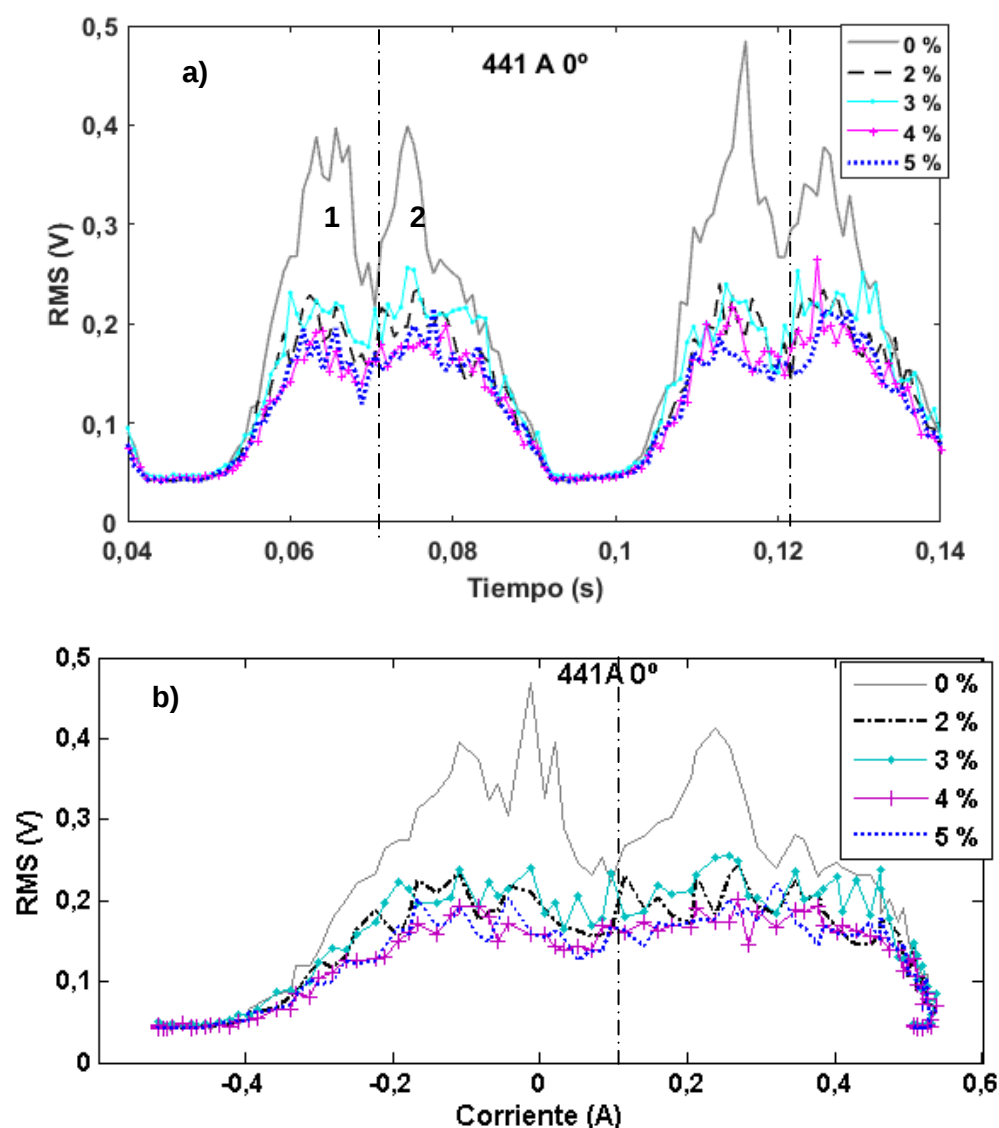
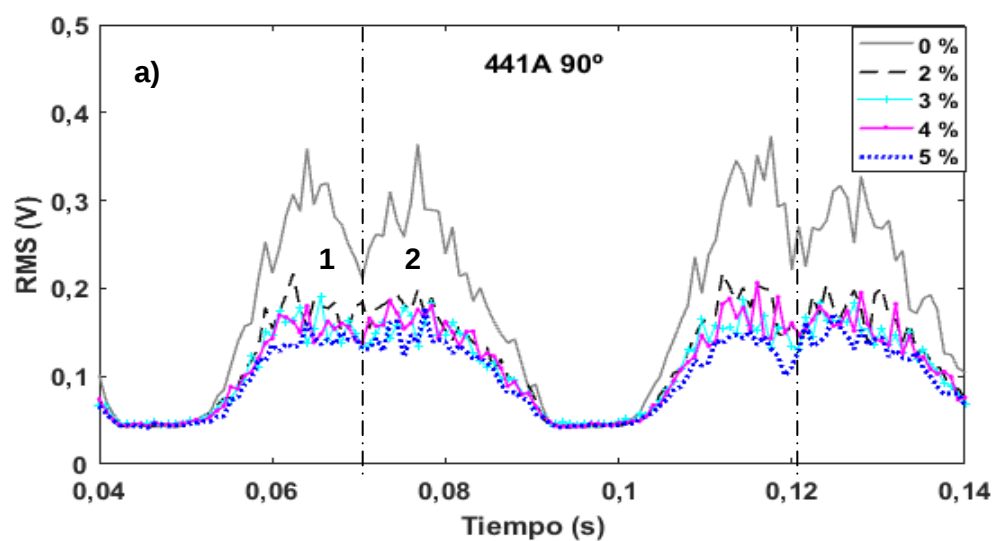


Figura 6.87. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 441A, 0°.



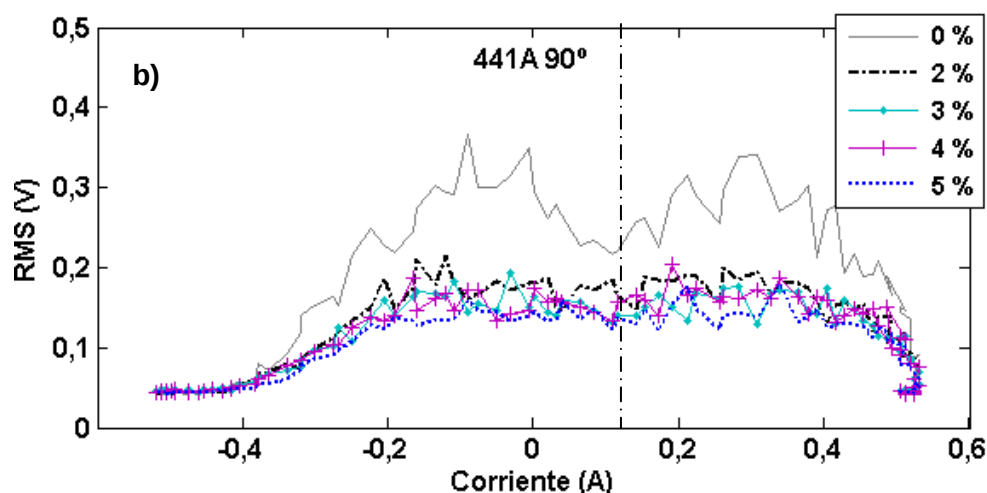


Figura 6.88. Función RMS: a) vs. tiempo para un ciclo de excitación; b) corriente aplicada para medio ciclo de excitación, sensor resonante, acero 441A, 90°.

En todos los casos estudiados anteriormente se observa al aumentar la deformación, disminuye la amplitud de la función RMS y la de los picos. Así la intensidad de la EMA se reduce con la deformación, por el proceso de generación de dislocaciones que forma bloqueos y enredos, dificultando cada vez el movimiento de las PDs tal como señalan otros autores [Piotrowski L., et al., 2010, Jagadish C., et al., 1990].

La influencia de la deformación plástica sobre las propiedades magnéticas se observa en el cambio del ciclo de histéresis, algunos ejemplos de los ciclos de los materiales deformados se ven en las Figuras 6.37 a 6.40. Si bien en esas figuras no se observan nítidas diferencias en la coercitividad debidas a la deformación, sí se aprecian claramente en la región de la “rodilla” de cada ciclo de histéresis, donde se produce una separación que aumenta con la deformación [Piotrowski L. et al., 2011]. Esto es de suma importancia para las mediciones de EMA, ya que esas son las regiones de mayor actividad. El motivo de esto surge del hecho de que en esas regiones tiene lugar un gran reordenamiento de la estructura de dominios y de dominios de cierre, separados por las PDs de 90° que son creadas y/o aniquiladas, produciendo el mayor cambio de volumen. Debido a la uniformidad de la magnetoestricción en función de la dirección del campo aplicado, el movimiento de las PDs de 180° no juega un rol importante en el proceso de generación de la EMA. La máxima amplitud de la función RMS se observa normalmente en la “rodilla” del ciclo de histéresis. La forma de la función RMS no cambia significativamente con la deformación, lo que conduce solo al aumento en la separación de los picos. Los cambios de la forma de la función, incluso aunque muy pronunciados, a menudo no son fácilmente aplicables para las pruebas no destructivas de los materiales ya que no son fáciles de cuantificar, es por ello que no se podría tratar de usar la separación de los picos de la EMA como un parámetro útil [Leszek Piotrowski, et al. 2010].

Para los AISI 430 (Figuras 6.85 y 6.86) y 441A (Figuras 6.87 y 6.88), se observa que la ubicación del “valle” entre dos picos sucesivos de la EMA (Corriente $\cong 0,1$ A, Tiempo $\cong 0,07$ s), tiene una ubicación idéntica que para el caso del RMB en las muestras sin deformar (Figuras 6.54 a 6.57). En las muestras sin deformar, las formas de los perfiles de la EMA y el RMB son similares entre sí. La separación de los picos de la EMA para las muestras sin deformar es mayor que para las muestras deformadas.

La actividad del RMB y la EMA en los campos magnéticos altos se cree que se originan a partir de la creación y aniquilación de las PDs. La actividad en los

campos magnéticos bajos, se debe al movimiento de las PDs de 180° y de 90°, predominando las PDs de 90° en la EMA y de 180° en el RMB.

El AISI 441A (0° y 90°) en las muestras sin deformación, presentan una amplitud de la función RMS de la EMA casi 10 veces mayor que la misma función del RMB (Figuras 6.56 y 6.57). Esto no se observa en el caso del AISI 430, ya que mantiene entre sí el mismo orden de magnitud (Figuras 6.54 y 6.55, 6.87 y 6.88). Además debe tenerse en cuenta que la EMA es producida en un volumen mayor que el RMB, ya que se origina en todo el volumen excitado por el campo magnético.

Para el AISI 430 (de mayor contenido de C, Tabla 6.1), se observa que la Amplitud de la función RMS es mucho menor que en los otros dos aceros. Además se ve que para la primera deformación del 430 no se observa una disminución muy pronunciada como en el caso del 441A, que fue casi del 50 % de su intensidad. Esto se podría deber a que la fase del carburo actúa como un sitio eficaz para la fijación de las PDs de 90° [Dhar A. et al. 1993].

Para la función del RMB en el caso de los aceros AISI 430 (90°) y 441A (0° y 90°), se observa que siempre el primer pico es más alto que el segundo. Esto podría deberse a la gran energía necesaria para nuclear los dominios inversos, una vez que estos se forman sobre defectos o bordes de grano, crecen rápidamente dando como resultado grandes eventos, mientras que cuando las PDs son de aniquilación el volumen de material barrido por el movimiento de las PDs no es necesariamente grande [Buttle D.J., 1986].

En el caso del AISI 409 y 441A, los dos picos disminuyen de la misma manera con el aumento de la deformación. Para la EMA en el AISI 430 (0°), con el aumento de la deformación disminuye el primer pico y el segundo aumenta, probablemente debido a que el segundo pico implica el proceso de aniquilación de los dominios de cierre, por consiguiente se da el incremento del volumen del dominio. En todos los aceros, el “valle” de cada función, muestra baja actividad de EMA, lo que indica que predomina el movimiento las PDs de 180° [Ng, J.P et al., 1992; Piotrowski a et al., 2009]. Además debe tenerse en cuenta que la forma de la actividad del RMB y la EMA se originan en el mismo proceso físico, por lo que podríamos esperar que las alturas de los picos de ambas funciones, se relacionaran de alguna manera. Buttle D.J., en 1986, propuso una relación empírica sencilla para cierto conjunto de materiales que no corresponde a esta Tesis.

Respecto a la EMA se observa en todos los casos estudiados, que decrece la función RMS con el aumento de la deformación plástica. Esto se puede explicar por medio de la energía magnetoelástica (E_{me}) en la siguiente ecuación:

$$E_{me} \approx \lambda \sigma \sin^2 \Theta \quad (6.1)$$

donde: λ es la magnetoestricción de saturación ($(\lambda_{100} > 0$ para el Fe), σ la tensión y Θ el ángulo entre las direcciones del vector de magnetización M y σ . La aplicación de tensión al acero causará que M se alinee a lo largo de la dirección de la tensión σ , de manera que se minimiza la E_{me} . Esto aumentaría el área total de las PDs de 180° a expensas de las PDs de 90°, en consecuencia, se reduce la intensidad de la EMA [Klym B., 2013]. Al aumentar la deformación plástica aumenta la densidad de dislocaciones junto con un aumento en la interacción entre las PDs y las dislocaciones. La interacción entre las PDs y las dislocaciones parece más fuerte para las PDs de 180°, que para las PDs de 90° [O’Sullivan D. et al., 2014]

Para comparar las señales de EMA cuantitativamente, se determinó el promedio del valor RMS de las tres repeticiones de cada probeta (0° y 90°), en cada una de las etapas de deformación. Esto se aplicó para cada material. En las Figuras 6.89 a 6.91 se muestra el valor RMS de la EMA para los dos sensores

piezoeléctricos: resonante y de banda ancha. Cada valor RMS representa el promedio de cuatro repeticiones realizadas sobre la misma probeta, para cada deformación. Como se ve hay poca dispersión en los resultados correspondientes a cada deformación. En todos los casos el valor RMS disminuye a medida que aumenta la deformación. En general queda de manifiesto la mayor sensibilidad del sensor resonante.

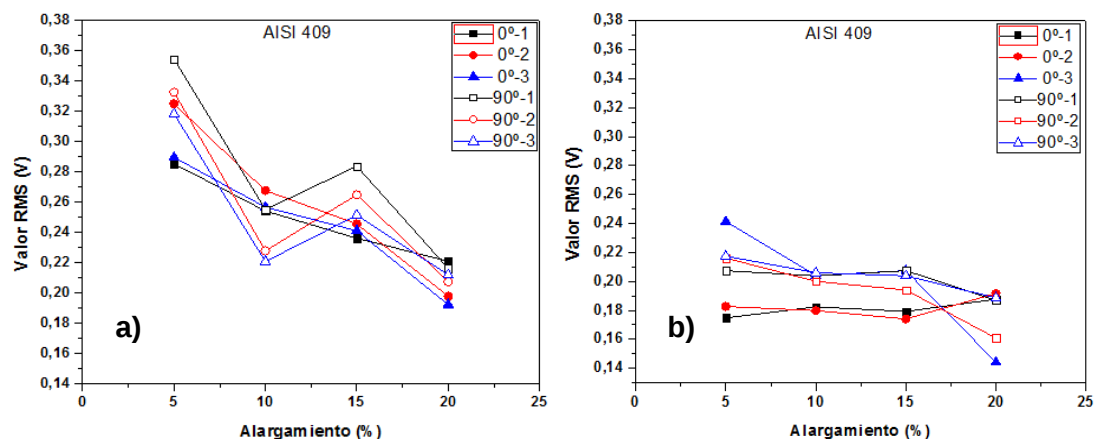


Figura 6.89. Valor RMS en función de la deformación, acero 409: a) sensor resonante y b) banda ancha.

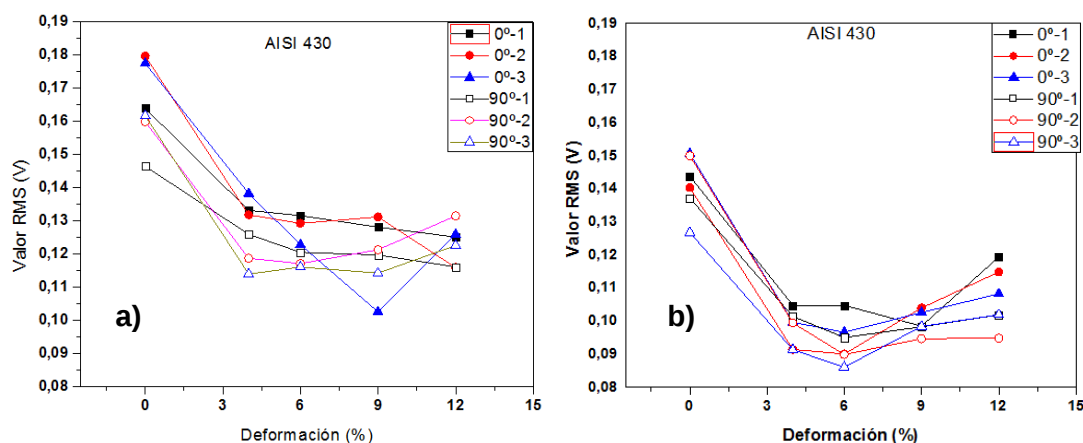


Figura 6.90. Valor RMS en función de la deformación, acero 430: a) sensor resonante y b) banda ancha.

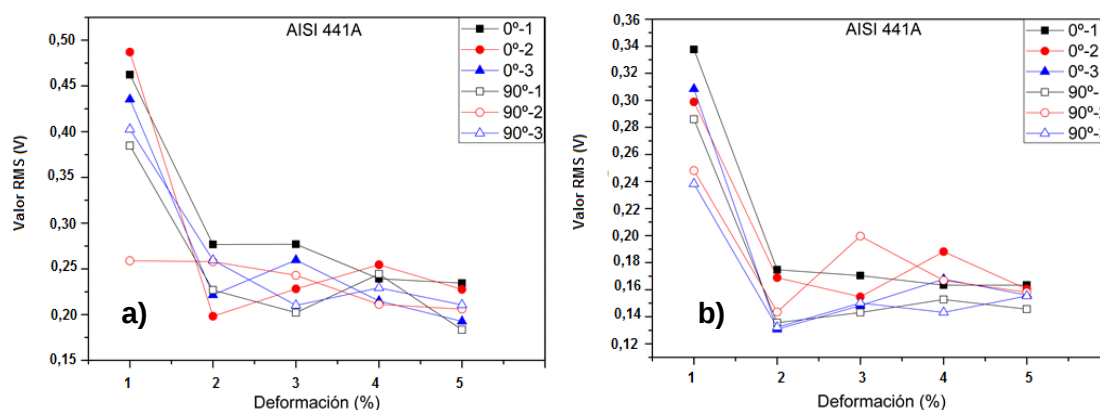


Figura 6.91. Valor RMS en función de la deformación, acero 441A: a) sensor resonante y b) banda ancha

6.4 Conclusiones parciales

- Se caracterizaron microestructural, mecánica y magnéticamente, placas de 5 aceros inoxidables ferríticos (AISI: 409, 430, 439, 441A y 444) laminados en frío y recocidos, provistas por la Universidad de San Pablo, Brasil.
- Se realizó el análisis microestructural, presentando una matriz ferrítica y granos recristalizados en forma equiaxial. No se manifestó nítidamente la deformación producida por el proceso de la laminación.
- Se realizaron mediciones de microdureza, conductividad eléctrica y ciclo de histéresis.
- Se calculó la profundidad de penetración del campo magnético de excitación para el RMB, concluyéndose que la bobina sensora provee información de todo el espesor de las placas.
- Se realizó el análisis de textura cristalográfica, mostrando características similares con los tradicionales aceros ferríticos laminados en frío y recocidos.
- Se midió y se estudió la anisotropía magnética en los 5 aceros inoxidables ferríticos, mediante mediciones de RMB. Se comprobó mediante los diagramas polares, la aparición de la dirección de fácil magnetización paralela a la dirección de laminación. En el caso de dos de ellos, se encontró una discrepancia respecto a la dirección de laminación indicada por el fabricante, presumiéndose una rotación de 90°.
- Se realizaron ensayos de RMB y EMA en todos los aceros. En los valores RMS del RMB, no se encontró ninguna tendencia según el contenido de Cr. En el caso de la EMA los mayores valores del RMS se dieron en el acero con el menor porcentaje de Cr.
- Se seleccionaron de acuerdo a la dureza de los 5 aceros, tres de ellos: el más blando, el intermedio y el más duro. De ellos se cortaron probetas normalizadas en la dirección de laminación y perpendicular a ella, para realizar ensayos de tracción uniaxial con varias etapas de deformación. Previamente se calcularon sus propiedades mecánicas con ensayos de tracción uniaxial a rotura.
- Con las técnicas de RMB y EMA, se estudió la respuesta magnética en las diferentes etapas de deformación.
- Se determinó el ciclo de histéresis en las probetas deformadas, no pudiéndose calcular la coercitividad del material, debido a la “delgadez” del lazo de histéresis. Se observó que a medida que aumentaba el porcentaje de deformación, se producía una rotación del ciclo de histéresis en el sentido anti horario.
- Para los diferentes porcentajes de deformación, en la zona central de cada probeta, se determinó la anisotropía magnética rotando un pequeño yugo, observándose que los valores mayores de RMB coincidían con la dirección de tracción. El RMB aumentaba con la deformación y la dureza.
- En las probetas deformadas se realizó el análisis microestructural. Sólo en un acero se observó que a medida que aumentaba la deformación el grano se alargaba en la dirección de tracción. En los otros dos aceros no se observó nítidamente este alargamiento debido a que las deformaciones alcanzadas se encontraban próximas a la zona de fluencia.
- En el estudio del espectro de Fourier del RMB, no se observó una dependencia clara con la deformación.

- Para las probetas sin deformar, en las dos direcciones de corte, analizando la función RMS del RMB, se observó la aparición de dos picos que corresponden a los mecanismos de nucleación y aniquilación de los dominios, con alguna contribución del movimiento de las PDs de 180° .
- En la función RMS del RMB, al aumentar la deformación, se observó que las funciones tienden a desplazarse hacia valores de corriente (campo magnético) más altos, y disminuye la cantidad de picos en cada curva, apareciendo sólo un pico central. El desplazamiento hacia valores más altos se debe a que hace falta mayor energía para producir el movimiento de las PDs. La disminución de la cantidad de picos y su transformación en un pico central, se podría deber a que la señal de RMB se genera principalmente por los procesos conectados con la reorganización rápida de la estructura de las PDs, debido a la creación y aniquilación de los dominios.
- Esto está de acuerdo con el hecho de que la intensidad de RMB observada debe correlacionarse con la coercitividad, ya que es la región de campo donde tienen lugar la mayoría de los eventos de las PDs de anclaje y desanclaje. No siempre es así ya que también hay otro mecanismo de generación de señal del RMB, que son los procesos de creación y aniquilación de las PDs, que tienen lugar en las regiones de campo donde se ven las "rodillas" de los ciclos de histéresis
- En el acero con menor tamaño de grano, se observó que la función RMS del RMB tenía menor amplitud que para los otros aceros y tendía a disminuir su amplitud al aumentar la deformación.
- De los parámetros estudiados en todos estos casos, el valor RMS del RMB mostró ser el más "potente" para analizar el RMB, ya que la repetición de ensayos mostró poca dispersión en todos los resultados.
- En el caso de la EMA, se estudio el espectro de Fourier con dos sensores (banda ancha y resonante). Se observó una mejor respuesta con el sensor resonante debido a su mayor sensibilidad. Se comprobó que al aumentar la deformación disminuía la densidad de potencia.
- Para las probetas sin deformar, el perfil de la función RMS de la EMA, mostró la aparición de dos picos. La separación de estos picos, para las muestras sin deformar era mayor que para las muestras deformadas. Para los aceros de mayor tamaño de grano, los dos picos disminuían su amplitud de la misma manera al aumentar la deformación. Para el acero de menor tamaño de grano, al aumentar la deformación, disminuía el primer pico y el segundo aumentaba.
- En todos los casos estudiados de la EMA se observó que al aumentar la deformación, disminuía la amplitud de la función RMS.
- Para el acero con menor tamaño de grano, se observó que la Amplitud de la función RMS de la EMA, era mucho menor que en los otros dos aceros. Además se vió que para la primera deformación no se observaba una disminución muy pronunciada.

6.5 Referencias

Alberteris Campos M., Capo J., Padovese L., *Caracterización del Comportamiento Elastoplástico de Aceros Estructurales con Diferente Contenido de Carbono*, Scientia Et Technica Año XIII, N° 36, septiembre 2007. Universidad Tecnológica De Pereira. ISSN 0122-1701, pp. 671-675, 2007.

Anteri G., Hey A., *Apuntes de Curso de Postgrado Aceros*, Instituto Sabato, Universidad Nacional de San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, Argentina, 2012.

Antonio, Pedro P. De C. de Campos, M. F., Dias, Fabio M. Da S., Campos M. A., Capo Sanchez J. Padovese L. R., *Sharp Increase of Hysteresis Area Due to Small Plastic Deformation Studied With Magnetic Barkhausen Noise*, IEEE Transactions on Magnetism, V. 50, N° 4, pp. 1-4, 2014.

Baiotto R., Gerhardt G., Fukuhara M., Yonamine T., F. P. Missell F. P., *Barkhausen Noise and Magnetic Properties of Plastically Deformed Silicon Steels*, IEEE Transactions on Magnetism, V.46, pp. 294-297, 2010.

Branco da Silva Jorge P. M., *Estudo sobre o ruído originado pela magnetostricção em transformadores de potência*, Dissertação realizada no âmbito do Mestrado Integrado em Engenharia Electrotécnica e de Computadores Major Energia, Universidade de Porto, Brasil, 2015.

Buttle, D. J., *Barkhausen and magneto-acoustic emission from ferromagnetic materials*, thesis submitted for the degree of Doctor of Philosophy, University of Oxford, 1986.

Caldas Morgan, M, Padovese L. R., *Fast detection of the magnetic easy axis on steel sheet using the continuous rotational Barkhausen method*, NDT & E International, V. 45, Issue 1, pp. 148-155, 2012.

Callister W. D., *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los materiales*, Editorial Reverte. S. A. 2002

Campos M. A., *Metodos magneticos nao destrutivos para caracterizacao elasto-plastica em chapas de aços*, Teses apresentada a Escola Politecnica da Universidade de Sao Paulo, para obtencao do titulo de Doctor em Engenharia, 2012.

Carbó M. H., *Aços inoxidáveis: aplicações e especificações*, ArcelorMittal, 2008.

Cardarelli F., *Materials Handbook*, Edition, 2nd ed., ASM International, 2008.

Castillo Guerra R A., Informe Técnico MMO 2013-007: *Informe de MicrodurezaVickers, Gerencia de Área de Energía Nuclear, Gerencia de Materiales*, Laboratorio de Ensayo de Materiales, CNEA, Argentina, 2013.

Cheng K., *The dependence of Barkhausen Emission on the Microstructure of Steel Plate*, thesis submits the Master of Philosophy in Physic, Departament of Physicsm The Chinese University of Hong Kong, 1997.

Cullity B. D, Graham C. D., *Introduction to Magnetic Materials*, 2da Edition, Published by John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, United States, 2009.

Cullity B. D., *Introduction to Magnetic Materials*, Universidad of Notre Dame, 1972.

De Oliveira Praxedes T., *Sistema para a realização de ensaios não-destrutivos magnéticos e sua aplicação na avaliação da degradação microestrutural do aço A516 grau 60*, Dissertação de Mestrado Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, Brasil, 2012.

Dhar A., Clapham L., Atherton D. L., *The influence of pearlite on magnet acoustic emission in plain carbon steel*, Acta Metallurgica et Materialia, V. 41, Issue 1, pp. 199-204, 1993.

Ferreira Filho A., Herrera C., Batista de Lima N., Plaut R. L., Padilha A. F., *Evolução da textura cristal de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminación en frío, recozimiento e estampado*, Metalurgia & Materiais, V. 61, N. 2, pp. 151-158, 2008.

Freddy A., Franco G., Padovese L. R., *Ruido magnético de Barkhausen: ensayos no destructivos para la evaluación de grados de dureza en aceros*; Scientia et Technica, Año XIII, V. 36, pp. 135-139, 2007.

Gatelier-Rothea C., Chicois J., Fougères R., Fleischmann P., *Characterization of pure iron and (130 p.p.m.) carbon-iron binary alloy by Barkhausen noise measurements: study of the influence of stress and microstructure*, Acta Materialia, V. 46, Nº 14, pp. 4873-4882, 1998.

Hwang D. G. and Kim H. C., *The influence of plastic deformation on Barkhausen effects and magnetic properties of mild steel*, J. Phys. D.: Appl. Phys., V. 21, pp. 1807-1813, 1988.

Jagadish C., Clapham L. y Atherton D., C., *Influence of Uniaxial Elastic Stress on Power Spectrum and Pulse Height Distribution of Surface Barkhausen Noise in Pipeline Steel*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 26, pp 1160-1163, 1990.

Jiles D. C., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman and Hall, 1995.

Klym B., Skalsky V., Basarab R. and Hirnyj S., *Magnetoacoustic Emission during Deformation of Steel*, 2013.

<http://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/esis/ECF19/schedConf/presentations>

Kypris O, Nlebedim I. C. y Jiles D. C., *A model for the Barkhausen frequency spectrum as a function of applied stress*, Journal of Applied Physics, V. 115, 2014.

Leszek Piotrowski, Boleslaw Augustyniak, Marek Chmielewski, Evangelos V. Hristoforou, and Konstantinos Kosmas, *Evaluation of Barkhausen Noise and Magnetoacoustic Emission Signals Properties for Plastically Deformed Armco Iron*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 46, Nº. 2, pp. 239-242, february 2010.

Matos J., Dos Reis M., Pelizzari E., Clarke T., Muller I., *Evaluación Micromagnética del Nivel de Tensiones en Alambres de Tracción de Risers Flexibles*, Dyna, Año 80, Edición 177, pp. 108-114, Medellín, febrero, 2013. ISSN 0012-7353

Neyra Astudillo M. R., Núñez N., López Pumarega M. I., Ruzzante J., Padovese Rodrigues L., *Ruido magnético Barkhausen para el estudio de la anisotropía magnética en aceros inoxidables*, aceptado para su publicación en la Revista Materia, 2017.

Neyra Astudillo M. R., Núñez N., López Pumarega M. I., Ruzzante J., Padovese, L., *Magnetic Barkhausen Noise and Magneto Acoustic Emission in Stainless Steel Plates*, Procedia Materials Science, pp. 1-9, 2014.

Neyra Astudillo M. R., Núñez Nicolás, López Pumarega María Isabel, Ruzzante José, Rodrigues Padovese Linilson, *Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica en Ensayos de Tensión Uniaxiales en Placas de Acero Inoxidable*, Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales 14º SAN CONAMET/ XIII IBEROMAT /Materia 2014, 1ª ed. Santa Fe: Universidad Nacional del Litoral, 2014, Santa Fe, Argentina, 21-24 de octubre, 2014.

Neyra Astudillo M. R., Núñez, N., López Pumarega M. I., Ruzzante J., Rodrigues Padovese L., *Magnetic Barkhausen Noise and Magneto Acoustic Emission in Stainless Steel Plates*, Procedia Materials Science, V. 8, pp. 674-682, 2015.

Neyra Astudillo M. R., Sánchez G., Núñez N., López Pumarega M. I., Ruzzante J. Rodrigues Padovese L., *Caracterización no Destructiva de Aceros inoxidables usando Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica*, 20 Conferencia del Acero IAS 2014, 5-6 de noviembre del 2014, Rosario, Argentina.

Ng D. H. L., Jakubovics J.P., Scruby C.B., Briggs G. A. D., *Effect of stress on magneto-acoustic emission from mild steel and nickel*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 104-107:355-356, february 1992

O'Sullivan D, Cotterell M, Tanner D.A, Mészáros I, *Characterisation of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques*, NDT & E International V. 37, Nº 6, pp. 489–496, 2004.

Pérez Benitez J. A., Capó Sánchez J., Anglada Rivera J., Padovese L.R., *A model for the influence of microstructural defects on magnetic Barkhausen noise in plain steels*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 288, pp. 433–442, 2005.

Pimentel Fraga G., *Caracterización del proceso de recuperación en aleaciones ODS base Fe*, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid Facultad de Ciencias Químicas, 2014.

Ping W., Shougao Z. Gui Y. T., Haitao W., Xin W., *Stress Measurement Using Magnetic Barkhausen Noise and Metal Magnetic Memory Testing*, 17th World Conference on Nondestructive Testing, 25-28 Oct 2008, Shanghai, China.

Piotrowski L., Augustyniak B. Chmielewski M., Tomas I., *The influence of plastic deformation on the magnetoelastic properties of the CSN12021 grade Steel*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 321, pp. 2331–2335, august 2009.

Piotrowski L., Augustyniak B., Chmielewski M., Hristoforou E. V., And Kosmas K., *Evaluation of Barkhausen noise and magnetoacoustic emission signals properties for plastically deformed Armco iron*, IEEE TransactionsoOn Magnetism, V. 46, Nº 2, pp. 239-242, 2010.

Piotrowski L., Augustyniak B., Chmielewski M.; Kowalewski Z., *Possibility of Application of Magnetoacoustic Emission for the Assessment of Plastic Deformation Level in Ferrous Materials*, IEEE Transactions on Magnetism, V. 47, Issue: 8, pp. 2087 – 2092, 2011.

Proakis J. y Manolakis D., *Tratamiento digital de señales*, Cap. 14. 4ta, Ed. Pearson, 2007.

Raabe D. and Lucke K., Textures of ferritic stainless steels, Materials science and Technology, V. 9, pp. 302-321, 1993.

Rodriguez J. L, Perez-Benitez J. A., and Capo-Sanchez J., *Nondestructive inspection of plastic deformation in commercial carbon steels using magnetic Barkhausen noise*, Revista Mexicana de Fisica, V. 54, Nº 2, pp. 51–53, 2007.

Sh Amiri M., Rabung M., Thielen M., Boller C., *On the role of crystal and stress anisotropy in magnetic Barkhausen noise*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 372:16–22, november 2014.

Sheikh Amiri, M., Thielen M., Rabung M., Marx M., Szielasko K., Boller C., *On the role of crystal and stress anisotropy in magnetic Barkhausen noise*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 372, pp. 16-22, 2014.

Stefanita C. G., From Bulk to Nano, *The Many Sides of Magnetism*, Springer Series in Materials Science, 2008.

Torres C., Perez Benitez J. A., *Influencia del tamaño de grano en el ruido magnético de Barkhausen en los aceros AISI/SAE 1005-1070*; Revista Cubana de Física, V. 26, pp. 251- 256, 2009.

Tsuchida Y., and Enokizono M., *Residual stress evaluation by Barkhausen signals with a magnetic field sensor for high efficiency electrical motors*, AIP Advances, V. 8, N° 10, pp. 047608-1 - 047608-9, 2017.

Vicente Alvarez M. A., Malamud F., Moya Rizzo A., Wilberger D., Informe Técnico, *Determinación de la textura cristalográfica de muestras de acero por difracción de rayos X*, Gerencia de Área Energía Nuclear Unidad de Actividad de Energía Nuclear, 2015.

Volkers R., *The influence of dislocations on the magnetic properties in steel*, Masters Thesis, Delf University of Technology, Países Bajos, 2008.

7. Material 3: acero inoxidable austenítico

Resumen: En este Capítulo se estudia el acero inoxidable austenítico AISI 304. Se emplea la técnica de RMB para estudiar, en línea, la fase magnética inducida por deformación en ensayos de tracción uniaxial, presentándose también otras técnicas para su caracterización.

7.1 Descripción del material

Se estudia el acero inoxidable austenítico AISI 304, fabricado por el Grupo Arcelor Mittal Inox de Brasil. Este material ha sido elegido, ya que durante la deformación a temperatura ambiente transforma la fase austenítica (no magnética), en la fase martensítica (ferromagnética), permitiendo la adecuada implementación del ensayo monitorizado con esta Técnica. Fue entregado en forma de forma de dos placas iguales, laminadas en frío, con dimensiones originales de 300,0 mm x 210,4 mm x 0,5 mm. Se cortaron bajo Norma [ASTM E8, 2004] con técnica de láser, 6 probetas de cada placa, 3 en la dirección de laminación (0°) y 3 en la dirección perpendicular (90°), como se ve en la Figura 7.1. En la Tabla 7.1 se muestra la composición química determinada por el fabricante.

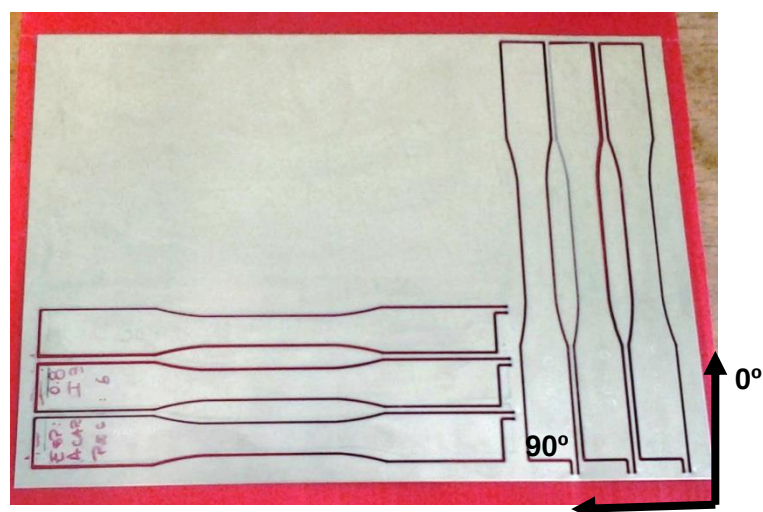


Figura 7.1. Diagrama de corte de las probetas, longitudinal (0°) y transversal (90°).

Tabla 7.1. Composición química del acero AISI 304 (Grupo ArcelorMittal Inox de Brasil).

Elemento	C	Mn	Si	P	Cr	Ni	N ₂
Peso (%)	≤ 0.08	2	0,75	0,045	18 - 20	8 - 10,5	0,10

Las técnicas experimentales aplicadas en este Capítulo fueron previamente explicadas en el Capítulo 1. Aquí se presentan los detalles técnicos, los resultados obtenidos y su correspondiente discusión.

7.1.1 Caracterización metalográfica

Para el estudio de la microestructura se hizo un análisis con microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Este estudio se repitió para las probetas sin deformación y otras con distintas etapas de deformación.

- Microscopía Óptica

Las muestras se extrajeron de la zona de mayor deformación, con tamaño aproximado de 10 mm x 10 mm x 0,5 mm. Después del desbaste una vez obtenida la superficie especular, fue atacada electrolíticamente con ácido oxálico al 10 % con una tensión de 10 V durante un 1 min. Se empleó el Microscopio óptico Olympus BX60M, del Laboratorio de Ensayo de Materiales, Unidad de Actividad de Materiales, Gerencia de Área de Energía Nuclear, CAC, CNEA. Se obtuvieron imágenes de las diferentes muestras antes y después de todos los ensayos de deformación realizados.

- Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

En este caso, se tuvo que sobre atacar la muestra por un minuto más que para el microscopio óptico, metalizándola con una capa fina de oro. Se utilizó el microscopio ambiental FEI QUANTA 200 de última generación, perteneciente al Grupo de Microscopía Electrónica, Gerencia Materiales, CAC, CNEA.

7.1.2 Espectroscopía de Energía Dispersiva

Se realizaron ensayos de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDX), en la Gerencia de Química (CNEA), con el Microscopio Electrónico de Barrido Philips 515 con EDX. Para poder identificar la composición elemental del material sin deformar, se cortó una muestra de 10 mm x 10 mm x 0,5 mm, corroborándose la presencia fundamental de Fe, Cr y Ni, como se observa en la Figura 7.2 y en la Tabla 7.2. Se deduce que los elementos analizados están prácticamente dentro de los intervalos de composición química aportado por el fabricante (ver Tabla 7.1).

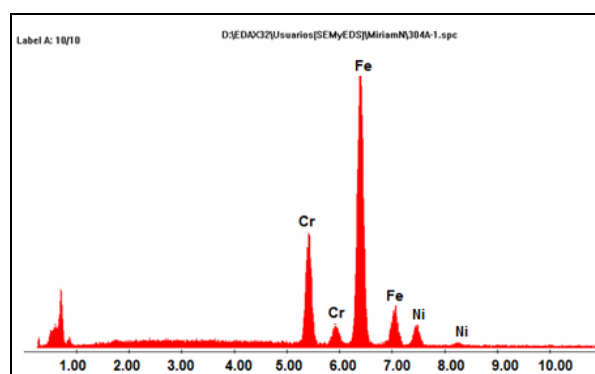


Figura 7.2. Espectroscopía de energía dispersiva (EDX), AISI 304.

Tabla 7.2. Composición química cualitativa, EDX, AISI 304

Elementos	CrK	FeK	NiK
Peso %	18,12	73,99	7,88

7.1.3 Mediciones de dureza

Los ensayos de Dureza Vickers (HV), se realizaron en el Laboratorio de CNEA ya citado. Se midió la microdureza, utilizando el microdurómetro Marca Leitz Wetzlar, Germany Modelo 733977, con una carga de 100 g, siguiendo las especificaciones de Norma [ASTM E-384, 2010]. Las mediciones en las probetas deformadas fueron realizadas en la zona de mayor deformación. Los resultados representan el promedio de 3 mediciones consecutivas.

7.1.4 Determinación de la textura cristalográfica

La determinación del diagrama y la textura cristalográfica por difracción de rayos X, fue realizada por el Grupo Unidad de Actividad de Ingeniería Nuclear, Gerencia de Área de Energía Nuclear, Centro Atómico Bariloche, CNEA, ya citado.

Se determinó la textura cristalográfica en una muestra de 10 mm x 10 mm x 0,5 mm del material original y luego en 4 muestras semejantes, extraídas de la zona de mayor deformación próxima a la rotura. Se utilizó el sistema de coordenadas ya explicado en la Figura 6.3. En la Figura 7.3, se muestra el difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2θ empleados para medir las figuras de polos.

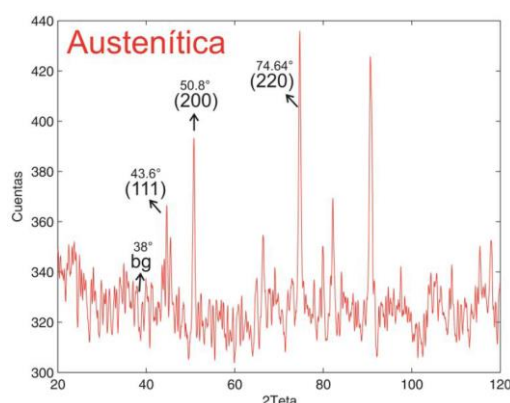


Figura 7.3. Difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2θ , AISI 304, sin deformar [Vicente Alvarez M. A. et al, 2015].

Se seleccionaron figuras de polos de los planos (111), (200) y (220) para la fase de austenita (FCC). Las figuras de polos fueron recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF). En la Figura 7.4 se muestran las FDP de los planos mencionados, para la muestra sin deformar (austenita).

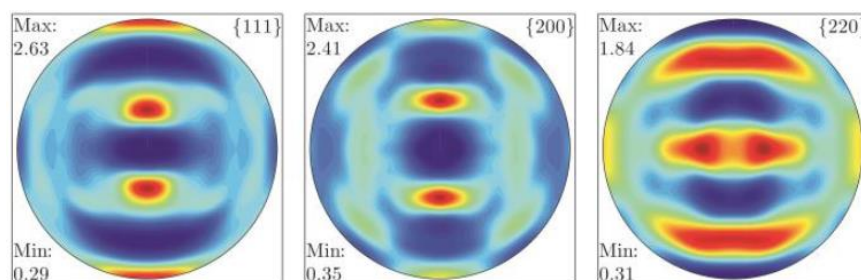


Figura 7.4. Figuras de polos recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF), planos (111), (200) y (220), AISI 304 (FCC) sin deformación [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].

Para las probetas deformadas, se midió el difractograma amplio para cada muestra. Se determinaron los picos de difracción de la fase BCC (martensita) seleccionándose 3 reflexiones para medir las FDP: (110), (200) y (211). En la Figura 7.5 se muestra el difractograma de dos probetas deformadas: 0°-3 (60 % de deformación final) y 90°-1 (52 % de deformación final). Allí se ven los picos combinados de las dos fases austenita: (111), (200) y (220) y martensita: (110), (200) y (211).

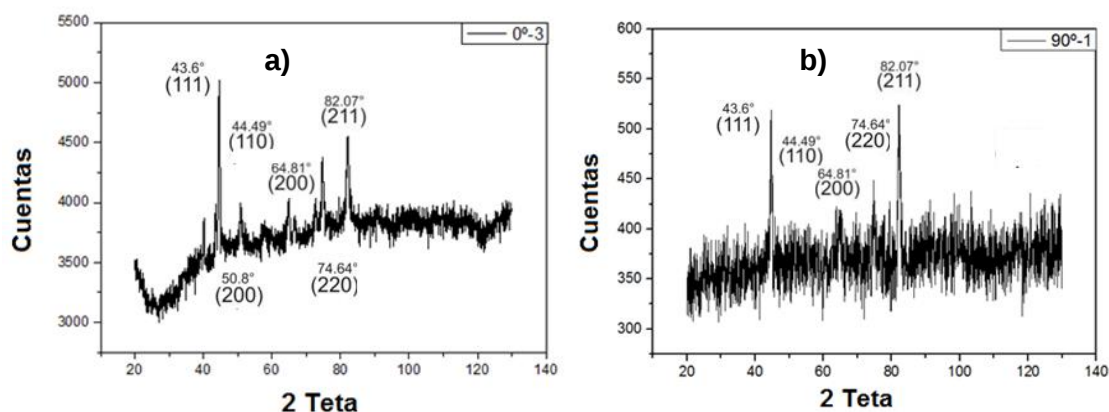


Figura 7.5. Difractograma con los picos de difracción y los ángulos 2θ , para: a) 0°-3 y b) 90°-1, probetas deformadas.

En la Figura 7.6 se observan los diagramas de polos para dos probetas en el sentido de laminación: 0°-1 y 0°-3, para 52 % y 60 % de deformación, respectivamente. En la Figura 7.7 se muestran los mismos diagramas de polos para dos probetas en el sentido perpendicular al de la laminación: 90°-1 y 90°-3, para 52 % y 54 % de deformación, respectivamente.

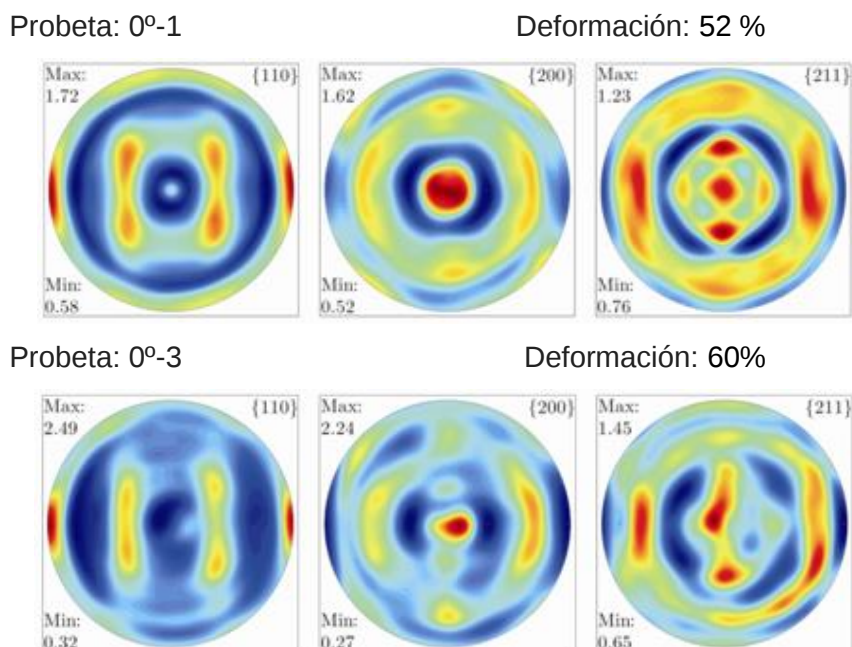


Figura 7.6. Figuras de polos recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF), AISI 304, probetas 0°-1, 0°-3; 52 % y 60 % de deformación final [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].

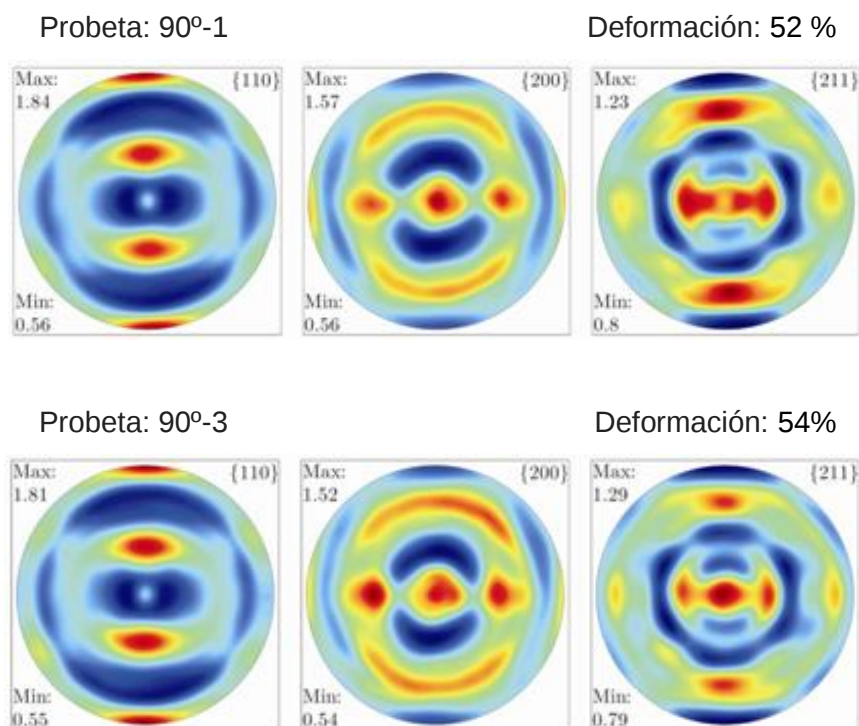


Figura 7.7. Figuras de polos recalculadas a partir de la función de distribución de las orientaciones (ODF), AISI 304, probetas 90°-1, 90°-3; 52 % y 54 % de deformación final [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].

En la Figura 7.8, se muestran los cortes a de la ODF para $\phi_2=45^\circ$, del acero sin deformar. En la Tabla 7.3 se muestran las componentes principales de textura para la misma muestra, con los ángulos de Euler asociados a ambas componentes, así como su interpretación cristalográfica.

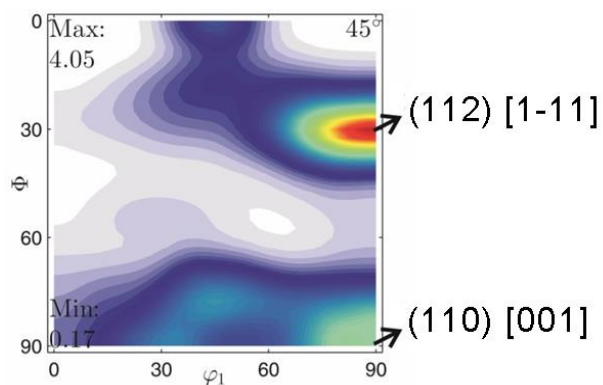


Figura 7.8. Los cortes a de la ODF para $\phi_2=45^\circ$, AISI 304 sin deformar.

Tabla 7.3. Componentes principales de textura, AISI 304 sin deformar, fase austenita (FCC).

Componente	Ángulos de Euler			Volumen (%)
	ϕ_1	ϕ	ϕ_2	
$\{112\} \langle 1-11 \rangle$	90	30	45	4,29
$\{110\} \langle 001 \rangle$	90	90	45	1,47

Para las probetas traccionadas con distintos grados de deformación final, en la Figura 7.9, se muestra los resultados de los cortes $\phi_2=45^\circ$ con las componentes principales de textura para cada probeta. En las Tablas 7.4 y 7.5 se detallan las fracciones volumétricas porcentuales de cada componente en cada muestra, indicándose también la deformación final alcanzada (ϵ).

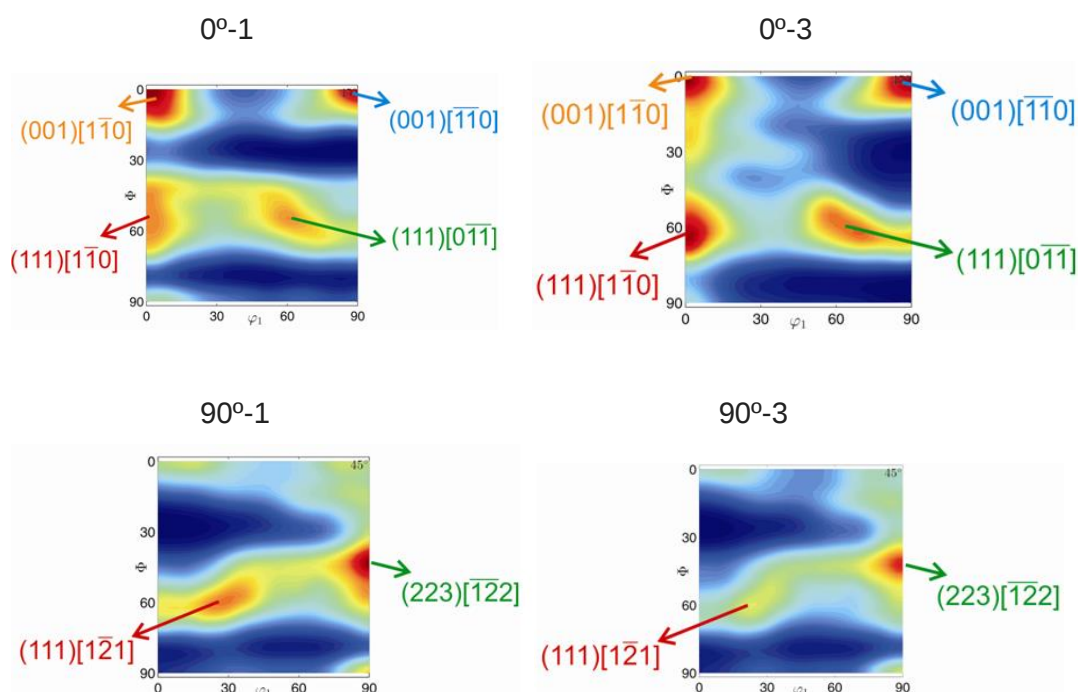


Figura 7.9. Corte $\phi_2=45^\circ$ con las componentes principales de textura, AISI 304, probetas deformadas, fase BCC (martensita) [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].

Tabla 7.4. Componentes de textura, AISI 304, probetas deformadas: 0°-1 y 0°-3 [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].

Componente	Ángulos de Euler			Volumen (%), 0°-1 ($\epsilon = 52\%$)	Volumen (%), 0°-3 ($\epsilon = 60\%$)
	ϕ_1	ϕ	ϕ_2		
(001) [1-10]	0	0	45	9,2 %	9,8 %
(001) [-1-10]	90	0	45	9,2 %	9,8 %
(111) [1-10]	0	55	45	8,7 %	10,5 %
(111) [0-1-1]	65	55	45	8,6 %	9,5 %

Tabla 7.5. Componentes de textura, AISI 304, probetas deformadas: 90°-1 y 90°-3 [Vicente Alvarez M. A. et al. 2015].

Componente	Ángulos de Euler			Volumen (%), 90°-1 ($\epsilon = 52\%$)	Volumen (%), 90°-3 ($\epsilon = 54\%$)
	ϕ_1	ϕ	ϕ_2		
(223) [-1-22]	90	40	45	8,9 %	9,1 %
(111) [1-21]	55	30	45	5,6 %	6,0 %

7.2 Ensayos mecánicos y magnéticos

El AISI 304 por ser austenítico (no magnético), no pudo ser estudiado desde el punto de vista magnético en su estado original.

a) Ensayos de tracción uniaxial

Para poder realizar simultáneamente la deformación uniaxial y la medición del RMB, las probetas debían ser introducidas en el solenoide (igual longitud de la probeta), para producir el correspondiente campo magnético de excitación. Debido a que el diámetro de los sujetadores de la máquina de ensayo era más grande que el diámetro del solenoide, se debieron construir soportes mordazas especiales. En la Figura 7.10 se muestran los soportes especiales construidos para la sujeción de las probetas.

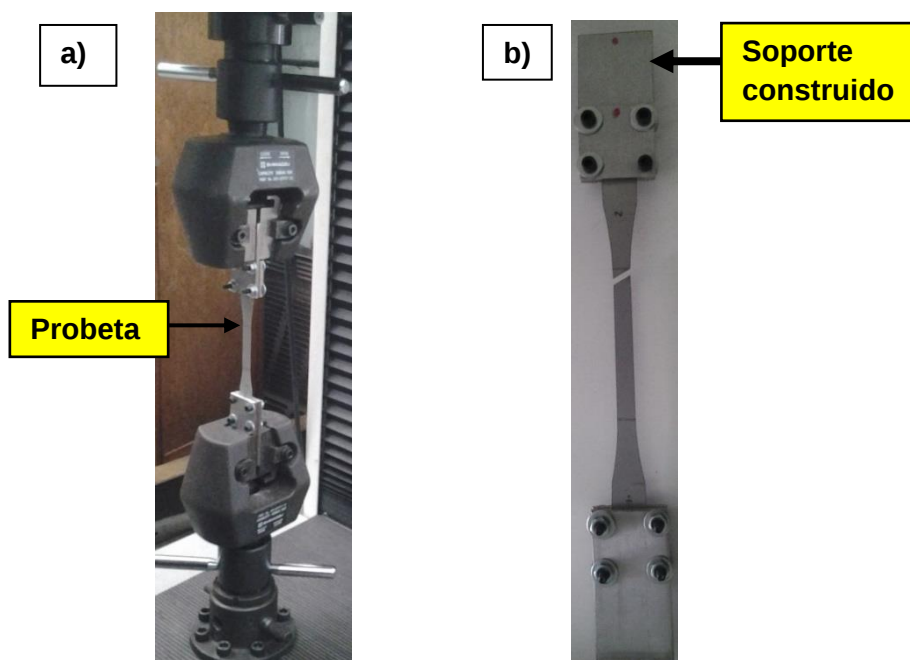


Figura 7.10 (a) Fotografía de la probeta en la máquina de tracción; (b) detalle con el soporte especial de sujeción, CNEA, CAC.

Para analizar la influencia del soporte de sujeción adicional construido, para la toma de datos de las propiedades mecánicas del material. Se ensayaron 4 probetas (dos de 0° y dos de 90°), dos probetas con los sujetadores adicionales y las otras dos sin ellos. Fueron sometidas a un ensayo de tracción hasta rotura, en la máquina de tracción Shimadzu de 100 kN, a temperatura ambiente, con una velocidad constante de deformación de 1 mm/min. La máquina mide la carga aplicada instantáneamente y el desplazamiento absoluto (Alargamiento) que van sufriendo las mordazas junto con la probeta. En las Figura 7.11 a) y b) se muestran las curvas alargamiento vs. carga, para las probetas 0° y 90° , con y sin mordaza, observándose que las curvas de tracción a ruptura no varían significativamente. Se midió la longitud de las mordazas, antes y después de los ensayos, comprobándose que no se produjeron variaciones en sus dimensiones, minimizando su influencia en estas experiencias, en los dos primeros tercios de cada ensayo. Las propiedades mecánicas del AISI 304 fueron calculadas a partir de estos ensayos.

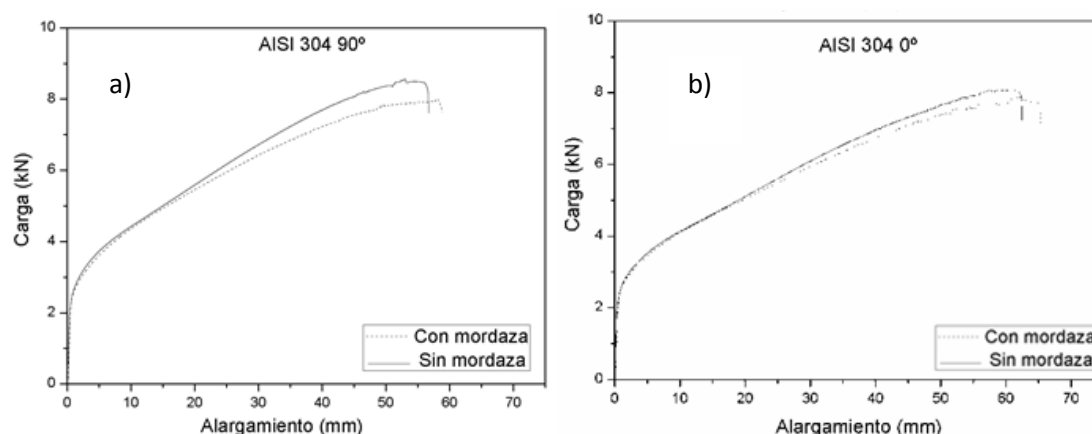


Figura 7.11. Curvas de ensayos a tracción hasta la rotura, a) 0° y b) 90°, AISI 304.

En la Tabla 7.6, se muestran las propiedades mecánicas obtenidas en estos ensayos experimentales a 0° y a 90°.

Tabla 7.6. Propiedades mecánicas

Propiedad	304 (0°)	304 (90°)
Límite elástico σ_y (MPa)	234	235
Tensión de fluencia σ_s (MPa)	274	286
Tensión de rotura σ_f (MPa)	797	845
Deformación final (%)	60	55

Luego de obtener las propiedades mecánicas se hicieron pruebas para medir en línea, el RMB y la EMA, mientras se producía simultáneamente la deformación de las probetas. Debido a que la máquina de tracción Shimadzu es electromecánica, el ruido electrónico afectaba a las mediciones, evitando que se identificaran claramente las señales de RMB y EMA. El único ensayo válido realizado en esta máquina fue el de tracción a rotura para determinar las propiedades mecánicas del material. En la Figura 7.12 se muestra el sistema de medición empleado y también se ve cómo el ruido electrónico (señal roja en el osciloscopio) impide la visualización notoria de las señales de RMB y EMA.

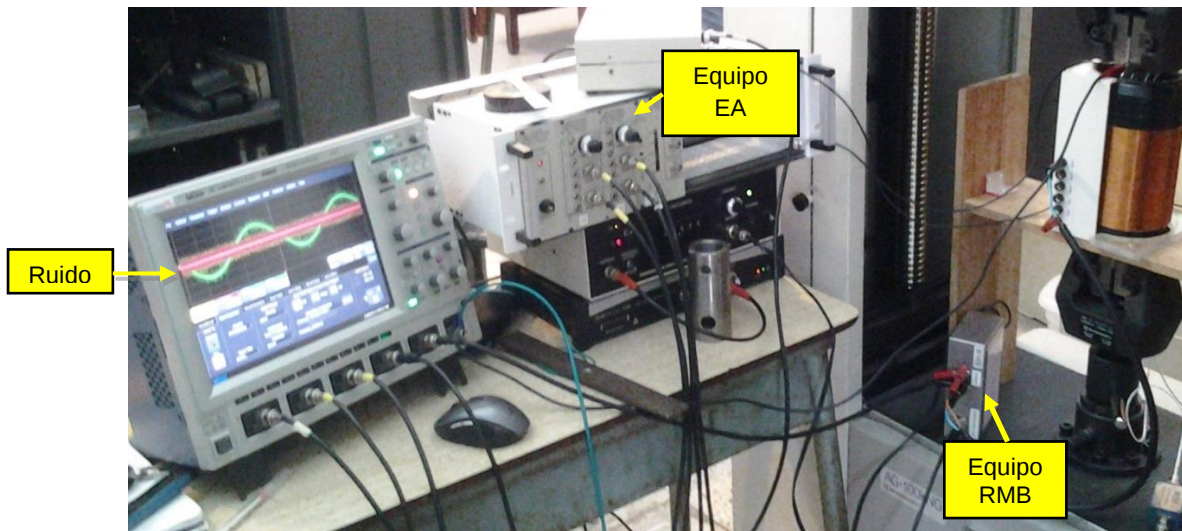


Figura 7.12. Fotografía del sistema experimental con la máquina de tracción Shimadzu, CNEA, CAC.

b) Mediciones del RMB

Debido a que no se pudo eliminar el ruido electromagnético en la máquina anterior, se decidió emplear una máquina de tracción hidráulica. Los ensayos de deformación en línea fueron realizados en el Laboratorio del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Facultad Regional Delta, Universidad Tecnológica Nacional (UTN), con la máquina tracción hidráulica AMSLER 60ZD 1638 de 60 toneladas.

Para producir el RMB se colocó cada probeta dentro del solenoide, en el que se producía un campo magnético variable generado con una corriente sinusoidal de 10 Hz, 1,5 V de amplitud, proveniente del amplificador excitado por el generador de funciones LeCroy ARBStudio 1102. La amplitud máxima de la corriente de excitación en el solenoide fue de 0,53 A, medida en una resistencia en serie de 10 Ohm. El valor máximo de campo magnético de excitación calculado fue de 4 kA/m. El RMB se midió con una bobina colectora (sensor) sujeta en la parte central de la probeta. El sensor de RMB se conectó a un amplificador con un ancho de banda de (2-200) kHz, con bajo nivel de ruido. Mientras la probeta se iba deformando por el aumento de la carga, se registraba el RMB hasta la ruptura final. Esto se realizó adquiriendo las señales con el osciloscopio PicoScope 4227. Para cada ensayo, se emplearon 2 canales: uno para la tensión de excitación, y el otro para el RMB. Todas las señales, aproximadamente 20 por cada probeta, se digitalizaron con una frecuencia de 2,4 MSamples/s.

Todos los ensayos se llevaron a cabo a temperatura ambiente con diferente velocidad media de deformación. Debido a que se usó una máquina de tracción hidráulica con control de flujo manual, no fue posible lograr una velocidad constante. La probeta 0°-2 sólo se ensayó hasta el 36 % de deformación, ya que luego se produjo su deslizamiento del soporte adicional que permitía mantener la probeta dentro del solenoide, interrumpiéndose allí este ensayo. En la Tabla 7.7 se indica, para cada probeta, la deformación final alcanzada y la velocidad media de carga.

La Figura 7.13 muestra un esquema del sistema de medición y en la Figura 7.14 a) se ve un detalle de la probeta y la bobina sensora sujeta por el soporte especial, antes de ser introducida en el solenoide; en b) se muestra una fotografía de la máquina de ensayos, con todo el sistema de medición del RMB.

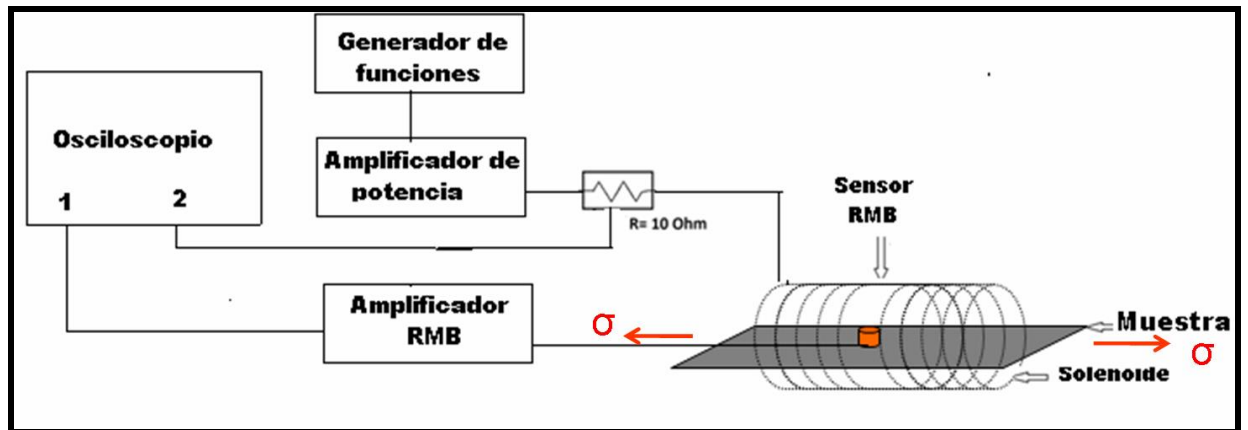


Figura 7.13. Esquema del sistema de medición del RMB, ensayos de tracción uniaxial.

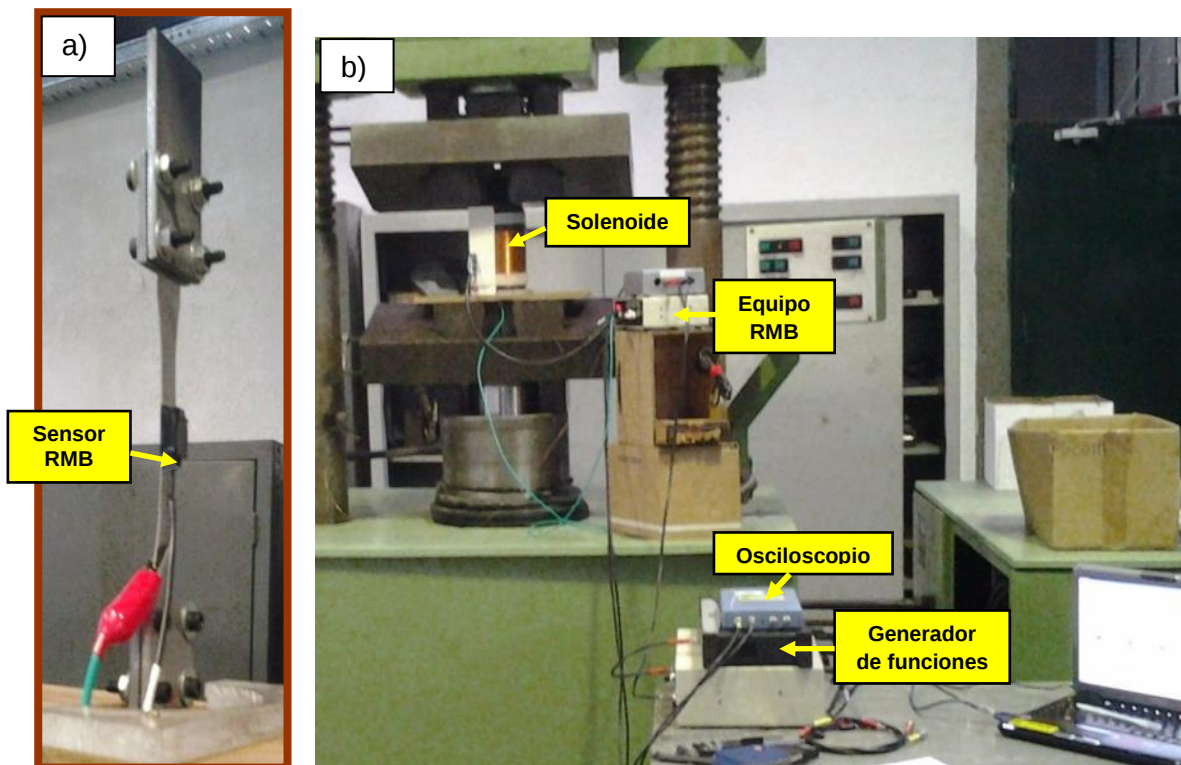


Figura 7.14. a) detalle de la probeta la bobina sensora; b) Fotografía del sistema experimental con la máquina de tracción hidráulica AMSLER 60ZD 1638, UTN, Regional Delta.

Tabla 7.7. Valores de velocidad media de carga, porcentaje de deformación.

Probeta	Deformación Final (%)	Velocidad Media de Carga (N/s)
0°-1 (sólo calibración del sistema)	52 ± 3,2	28 ± 2
0°-2	36 ± 2,2	22 ± 2
0°-3	60 ± 3,6	27 ± 2
90°-1	52 ± 3,2	20 ± 2
90°-2	56 ± 3,4	15 ± 2
90°-3	54 ± 3,2	10 ± 2

c) Medición de la conductividad

En este acero también se midió la conductividad eléctrica en el Departamento de Micro y Nanotecnología, CAC, CNEA, con el procedimiento indicado en 6.21. En la Tabla 7.8 se muestra el resultado.

Tabla 7.8. Valor de conductividad del AISI 304.

AISI	Conductividad ($S\ m^{-1}$)
304	$(0.168 \pm 0.001) \times 10^6$

d) Ciclo de histéresis

Con el fin de calcular el campo coercitivo y la magnetización del material, se midió el ciclo de histéresis. Las mediciones se llevaron a cabo con el Magnetómetro de muestra vibrante, Modelo Versalab, marca Quantum Design, del Departamento de Física de Materia Condensada, Gerencia de Investigación y Aplicaciones, GAIyANN, CNEA, CAC.

Se realizaron mediciones en 6 pequeñísimas muestras (1 mm x 1 mm x 0,5 mm), una sin deformar y 5 con diferentes porcentajes de deformación. Se realizaron mediciones de curvas de histéresis para aproximadamente 40 kHz de oscilación de la muestra. Más adelante se muestran todas las curvas medidas.

e) Medición de la fase martensítica

Para verificar la presencia de fases magnéticas en este acero AISI 304, se usó el Método de Inducción Magnética, con un Ferrideltímetro marca Fischer, modelo: Feritscope FMP30, Sonda Modelo: FGAB 1.3-Fe, perteneciente al Grupo de Ensayos No Destructivos, CNEA, CAC. Las mediciones se realizaron antes y después de ensayadas las probetas en la máquina de tracción. En la Figura 7.15 se muestra la

fotografía del sistema experimental. Se midió el porcentaje de martensita en 6 probetas y en 6 posiciones diferentes de cada una, a fin de conocer como variaba el porcentaje de martensita en toda la probeta deformada. Las posiciones 1 y 6 se ubicaron fuera de la zona calibrada y el resto dentro de la misma. En la Figura 7.16 se pueden observar las 6 posiciones marcadas en cada probeta después de juntar las dos partes fracturadas, indicando con una elipse roja la zona donde se colocó el sensor de RMB. El mayor porcentaje de martensita en las probetas, ocurrió donde las probetas sufrieron la rotura, debido al aumento de dislocaciones por la mayor deformación plástica. Si bien la probeta 0°-3 se fracturó entre las posiciones 4 y 5, el mayor porcentaje de martensita se obtuvo en la posición 2, lejos de la zona de fractura (posiciones 4 y 5). Como ya se indicó, la probeta 0°-2 no llegó a ruptura debido a una falla en el sistema de sujeción. La probeta 0°-1 fue utilizada para calibrar todo el sistema de medición, de manera que sufrió cambios de condiciones experimentales durante el ensayo y por lo tanto sus resultados no deben ser tenidos en cuenta. En la Tabla 7.9 se puede observar el porcentaje de martensita medido en las diferentes 6 posiciones de cada una de las probetas.

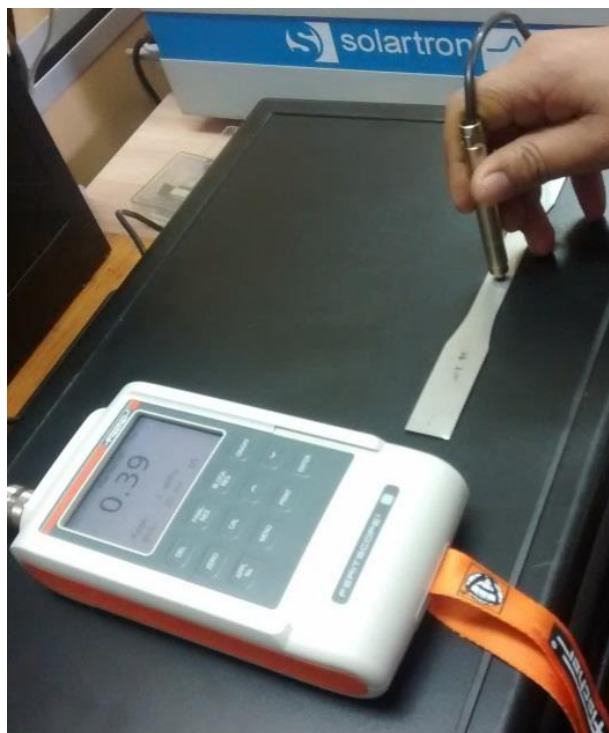


Figura 7.15. Fotografía del sistema experimental de medición de la fase martensita.

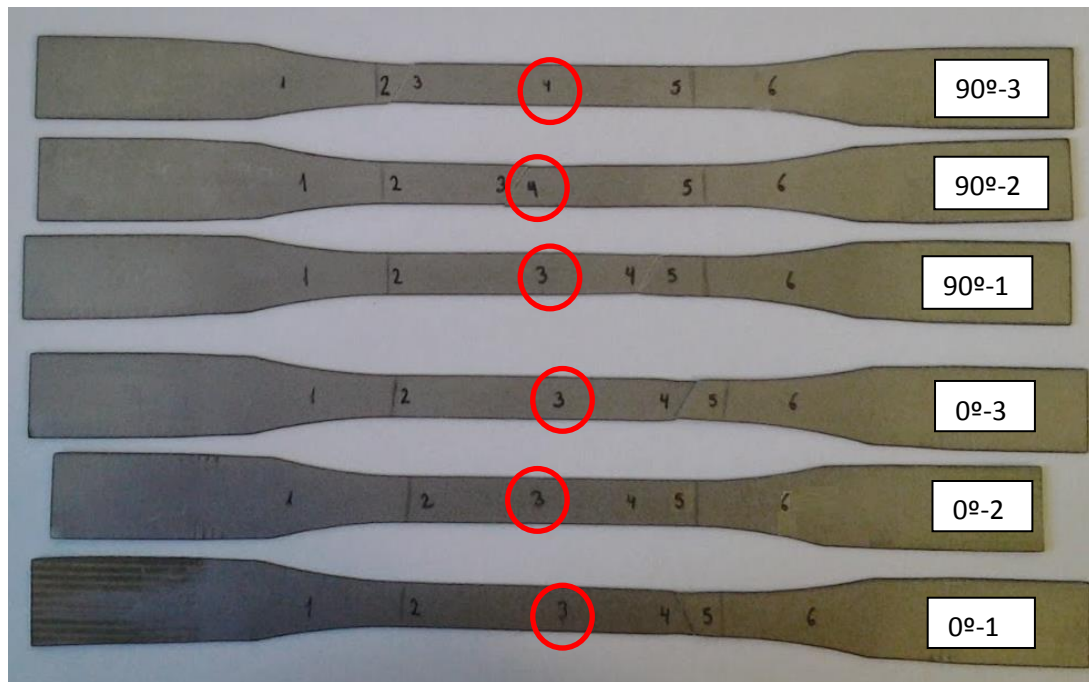


Figura 7.16. Fotografía de las probetas indicando las diferentes posiciones donde se midió el porcentaje de martensita y el círculo rojo indica la posición donde se colocó el sensor de RMB.

Tabla 7.9. Porcentaje de martensita en cada posición.

Probetas	Pos. 1 (%)	Pos. 2 (%)	Pos. 3 (%)	Pos. 4 (%)	Pos. 5 (%)	Pos. 6 (%)
0°- 1	24,78	51,52	51,28	52,57	49,19	26,74
0°- 2	11,91	23,66	26,21	22,47	21,37	7,81
0°- 3	7,63	36,74	35,38	34,40	36,46	10,19
90°- 1	18,65	49,07	46,37	50,50	51,42	16,05
90°- 2	13,81	45,60	46,81	48,82	43,35	14,69
90°- 3	11,17	52,29	51,84	51,67	47,28	16,70

7.3 Resultados y discusión

En esta sección se presentan los resultados obtenidos de la caracterización microestructural y magnética, el análisis de la textura cristalográfica, y el estudio de las señales del RMB en la transformación austenita-martensita.

7.3.1 Caracterización microestructural

El acero estudiado fue caracterizado en las condiciones tal como fue recibido, comprobándose con el análisis EDX, la presencia fundamental de Fe, Cr y Ni (ver Figura 7.2 y Tabla 7.2).

Como ya se dijo los ensayos de deformación en línea, registrando el RMB se realizaron en una máquina hidráulica, a temperatura ambiente con diferente velocidad media de deformación, ya que no fue posible lograr manualmente una velocidad constante. En la Tabla 7.10, se muestran los, porcentaje de martensita y microdureza Vickers para cada probeta. Estas mediciones se realizaron en la posición de mayor deformación, una vez retiradas las probetas de la máquina de ensayo. En la probeta sin deformación, el pequeño porcentaje de martensita (0,5 %) se podría atribuir al proceso de laminación inicial.

Tabla 7.10. Valores de porcentaje de martensita y microdureza Vickers para cada probeta.

Probeta	Deformación Final (%)	Velocidad Media de Carga (N/s)	Martensita (%)	Microdureza Vickers (HV _{0,1})
Sin deformación	---	---	0,5 ± 0,05	192 ± 6
0°-1 (sólo calibración del sistema)	52 ± 3,2	28 ± 2	51 ± 5,1	476 ± 15
0°-2	36 ± 2,2	22 ± 2	26 ± 2,6	401 ± 12
0°-3	60 ± 3,6	27 ± 2	35 ± 3,5	432 ± 13
90°-1	52 ± 3,2	20 ± 2	46 ± 4,6	450 ± 14
90°-3	54 ± 3,2	10 ± 2	52 ± 5,2	430 ± 12
90°-2	56 ± 3,4	15 ± 2	49 ± 4,9	456 ± 14

De los resultados de la Tabla 7.10, se observa que, el sentido del corte de la probeta, la deformación plástica y la velocidad de deformación, están vinculados al aumento de la martensita y de la dureza del material, tal como se indica en la literatura [Ahmadzade Beiraki E. et al., 2016; De Moraes L. V.; 2010; Easterling K. E. et al.1976; Jiles D. C., 1995]. De todo el conjunto de probetas ensayadas, se deduce que la probeta 0°-3 con deformación plástica final de 60 %, sólo tiene un 37 % de martensita. Sin embargo todas las de 90° con deformaciones parecidas, tienen mayor porcentaje de martensita. Esto se debe probablemente a que la transformación austenita-martensita se origina primero en los bordes de grano (sitios más propicios para su nucleación), y las probetas de 90° tienen mayor cantidad de bordes de grano en la dirección de deformación axial [Neyra Astudillo M. R., et al. 2018]. El aumento de la microdureza con el aumento de la deformación se debe al incremento de la densidad de defectos (dislocaciones y maclas), a la formación y crecimiento de la fase martensítica (igual o más dura que la austenítica) y al aumento de las interfaces. Para el 54 % de deformación plástica (90°-3) se observa que la dureza es menor que en las demás muestras de 90°, propablemente debido a que la fase martensita formada, no contribuye completamente a su endurecimiento [O'Sullivan et al, 2004].

En la Figura 7.17 se muestra la relación entre la cantidad de martensita y la microdureza de la probeta de 0° empleada para obtener la curva Carga-Alargamiento, donde el origen corresponde a la zona de rotura. Se puede apreciar la misma tendencia descendente en ambas curvas, siendo claro que la mayor cantidad de martensita se encuentra en la zona de rotura, que claramente, es la zona más deformada y más endurecida.

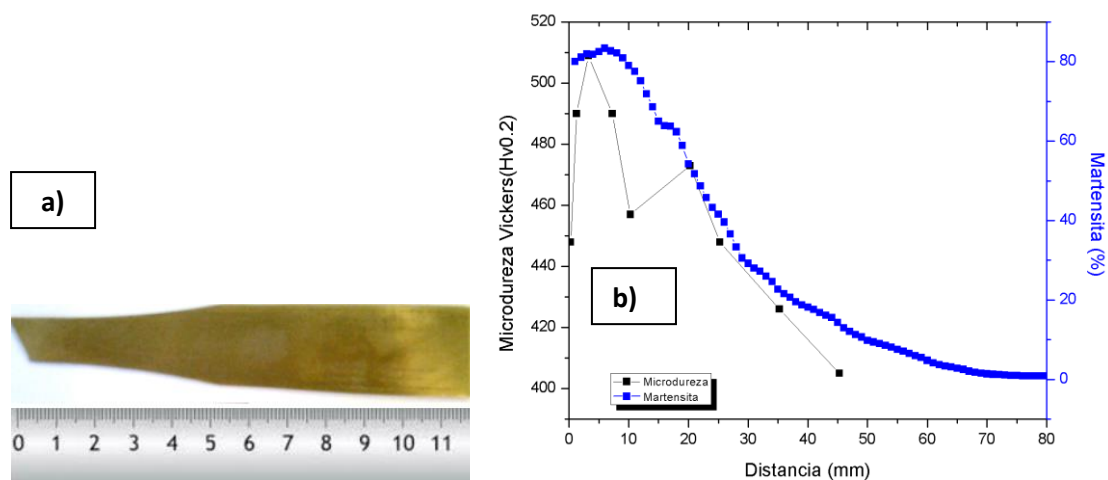


Figura 7.17. a) Fotografía de un extremo de la probeta, indicando con una regla las posiciones donde se midió la microdureza, b) Microdureza Vickers y porcentaje de martensita en función de la posición desde el extremo de ruptura, probeta de 0°.

En las Figuras 7.18 a 7.23, se muestran las microscopías ópticas y electrónicas de barrido, para las probetas ensayadas con diferente porcentaje de deformación final (ϵ). En cada caso se indica el nombre de la probeta y el porcentaje de martensita (M). En la Figura 7.17 se observa, para una probeta sin deformar, una estructura austenítica con granos equiaxiales con una variación en el tamaño de grano entre 10 μm y 50 μm , con leve precipitación de carburos y maclas de recocido, como se corrobora en la microscopía electrónica de barrido (c). Como ya se mencionó, a pesar de ser una probeta sin deformación axial, se midió un 0,5 % de martensita probablemente producida durante el proceso de la laminación de la placa.

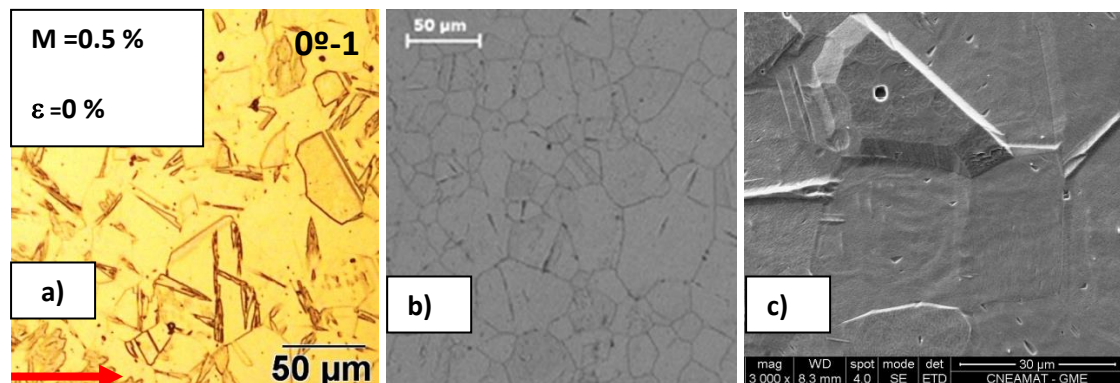


Figura 7.18. Fotografías a) y b) microscopía óptica; y c) microscopía electrónica de barrido (3000 x), probeta sin deformación. La flecha roja indica el sentido de laminación.

Las Figuras 7.19 y 7.20 corresponden a las probetas cortadas y deformadas en el sentido de laminación (0°). En el análisis de microscopía óptica (7.18 a)), se observan agujas finas de martensita distribuidas al azar en la matriz austenítica, lo que se corrobora también con la microscopía electrónica de barrido en 7.18 b); en 7.18 c) se muestra una amplificación de 8000 x. En 7.19 a) con microscopía óptica se ven agujas finas de martensitas distribuidas con una orientación más definida. En 7.19 b) la microscopía electrónica muestra que algunos granos presentan doble orientación de las agujas de martensita (Figura 7.19 c)).

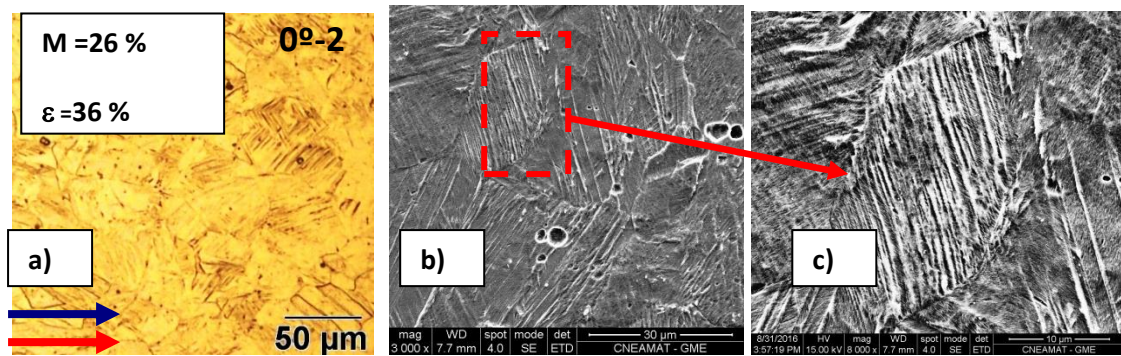


Figura 7.19. Fotografías a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x), y c) ampliación 8000 x, probeta 0°-2. La fecha roja indica el sentido de laminación y la fecha azul indica el sentido de deformación axial.

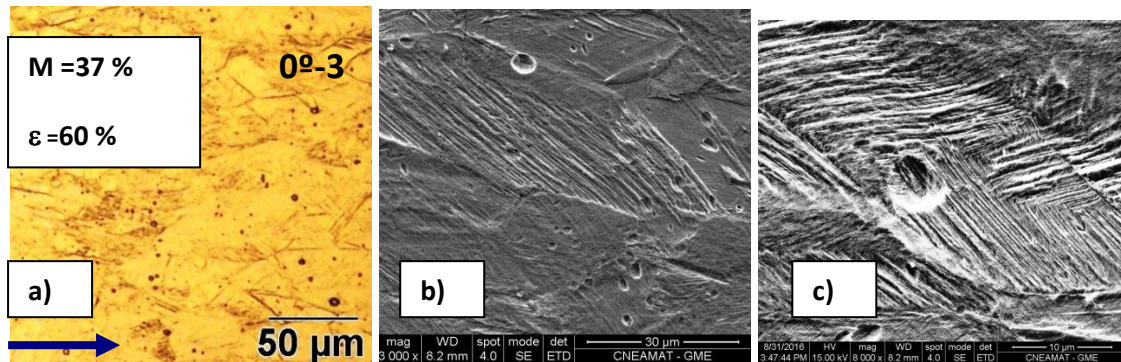


Figura 7.20. Fotografías a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x), y c) ampliación 8000 x, probeta 0°-3. La fecha roja indica el sentido de laminación y la fecha azul indica el sentido de deformación axial.

Las Figuras 7.21 a 7.23, corresponden a la deformación de las probetas cortadas perpendicularmente al sentido de laminación. Como no hay mucha diferencia en el porcentaje de deformación final, se analizan todas ellas en conjunto. Con microscopía óptica, se observa una dirección preferencial en la formación de martensita, coincidente con la deformación axial, también una disminución de las distancias entre las interfaces austenita-martensita, ya que hay gran cantidad de martensita. En el análisis del microscopio electrónico de barrido, se ven formaciones de agujas con una y doble orientación dentro del mismo grano, además formación de maclas e inclusiones, identificadas posteriormente con análisis de espectroscopía dispersiva como de Al (Figura 7.23).

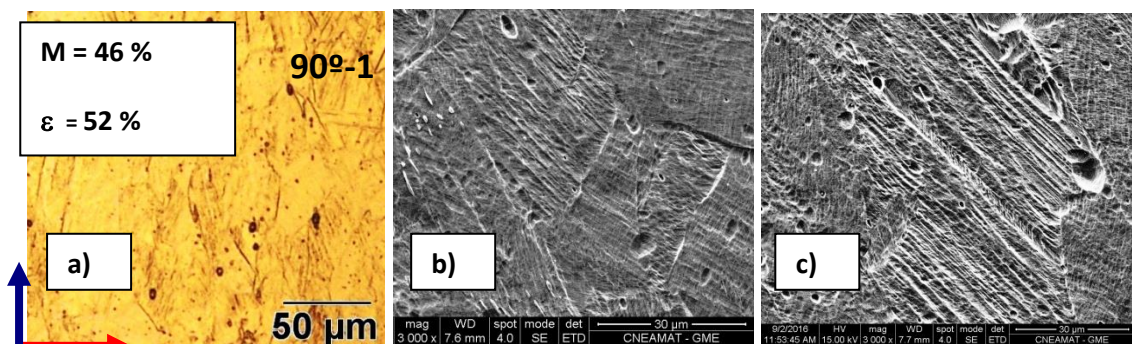


Figura 7.21. Imágenes: a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x) y c) otra zona con ampliación 3000 x, probeta 90°-1. La flecha roja indica el sentido de laminación y la azul indica el sentido de la deformación.

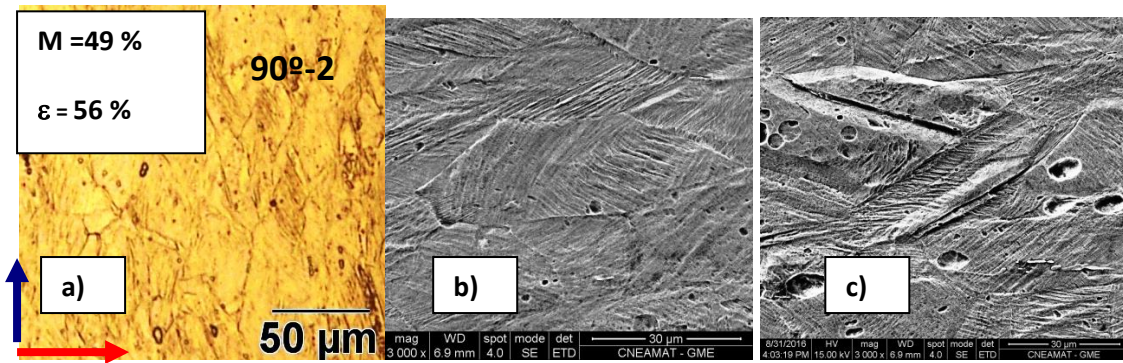


Figura 7.22. Imágenes: a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x) y c) otra zona con amplificación 3000 x, para la probeta 90°-2. La flecha roja indica el sentido de laminación y la azul indica el sentido de la deformación.

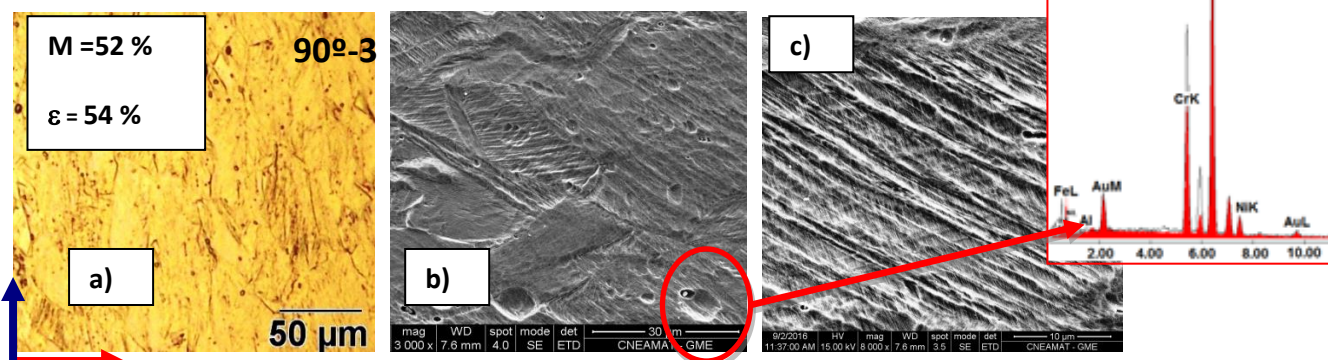


Figura 7.23. Imágenes: a) microscopía óptica, b) microscopía electrónica de barrido (3000 x) y c) amplificación 8000X, para la probeta 90°-3. La flecha roja indica el sentido de laminación y la azul indica el sentido de la deformación.

7.3.2 Análisis de textura cristalográfica

En la Figura 7.5, se muestra el difractograma de dos muestras deformadas, con las fases austenita y martensita, para las probetas: 0°-3 (60 % de deformación final) y 90°-1 (52 % deformación final). Se observa la combinación de los picos de difracción de la fase martensita BCC: (111), (200) y (220) y los picos de difracción de la fase austenita FCC: (111), (200) y (220).

Figura 7.5 y 7.7, la FDP mostrada en la Figura 7.4, antes de la deformación, muestra la mayor intensidad en la dirección DL, presentando refuerzos de textura en las reflexiones (111) y (200), con mayor intensidad en el (111), en consecuencia se tiene una mayor proporción de cristales favorablemente orientados con planos (111) y (200), paralelos a la superficie de la muestra.

De las Figuras 7.6 y 7.7, para las muestras de 0°, con el aumento de la deformación, las mayores intensidades de difracción están más cerca de la DT y de la DN. Para las muestras de 90°, la intensidad de difracción se concentra en DL. Además se observa que los valores de mayor intensidad de difracción se dan en la FDP (111).

La textura austenítica se determinó a partir de las ODF, obtenidas de las FDP (ver Figuras 7.8 y 7.9). Las mediciones de textura realizadas en la muestra sin deformar revelaron la aparición de dos componentes de texturas: {112} <1-11> y {110} <001> con 4,29 % y un 1,47 % (ver Tabla 7.3). La textura de la austenita cambia después de la deformación.

Para las muestras deformadas de 0°, se indican cuatro componentes de textura: (001) [1-10], (001) [-1-10], (111) [1-10] y (111) [0-1-1], que varían de 8,6 % al 10,5 %. Para 90° se indican dos componentes de textura: (223) [-1-22] y (111) [1-21] que varían de 5,6 % a 9,1 % (ver Tablas 7.4 y 7.5).

De las Tablas 7.4 y 7.5, se observa que las muestras de 0° tienen mayor número de componentes en comparación de las muestras de 90°.

7.3.3 Caracterización magnética

Para profundizar el análisis del comportamiento magnético de estas probetas se realizaron mediciones de sus ciclos de histéresis para la condición original y luego de cada deformación.

Para la determinación del H_c en cada ciclo de histéresis, se debió ampliar su región central, mostradas en la parte b) de las Figuras 7.24 a 7.26, para las diversas deformaciones. Se identificaron los puntos en los que la magnetización fuese nula, promediando el valor absoluto de $-H_c$ y $+H_c$ en cada una de las muestras. Estos valores se pueden ver en la Tabla 7.10. En la Figura 7.24 se muestra, en a) el ciclo de histéresis obtenido para el acero AISI 304 y en b) una ampliación de su región central, en ambos casos para la probeta sin deformación. Allí se ve que la magnetización de saturación específica es $M_{SE} = 15 \text{ J/Tkg}$.

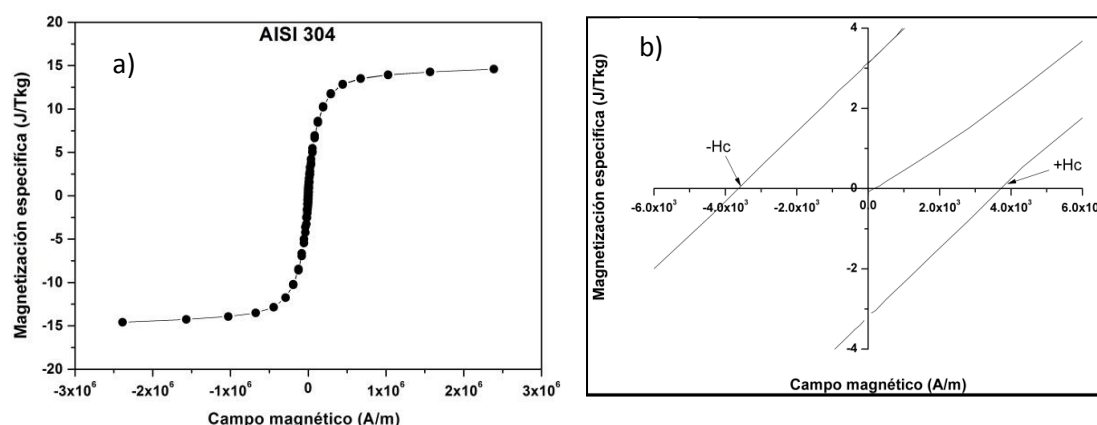


Figura 7.24. a) Ciclo de histéresis y b) ampliación de la región central, acero AISI 304, sin deformación.

A partir del ciclo de histéresis se calculó la permeabilidad relativa y la profundidad de penetración para una frecuencia de excitación magnética de 10 Hz, empleando la ecuación 2.8 ya citada. La profundidad de penetración del campo magnético de excitación indicada en la Tabla 7.11, abarca el espesor completo de la placa (0,5 mm).

Tabla 7.11. Permeabilidad magnética y la profundidad de penetración en el AISI 304.

AISI	Permeabilidad relativa	Profundidad de penetración (mm)
304	1	0,97

En la Figura 7.25 se muestra, en a) el ciclo de histéresis de las probetas deformadas y en b) una ampliación de la su región central, ambos para las probetas

con deformación: 0°-2 con 36 % de deformación ($H_c = 4153 \text{ A/m}$) y 0°-3 con 60 % ($H_c = 3683 \text{ A/m}$).

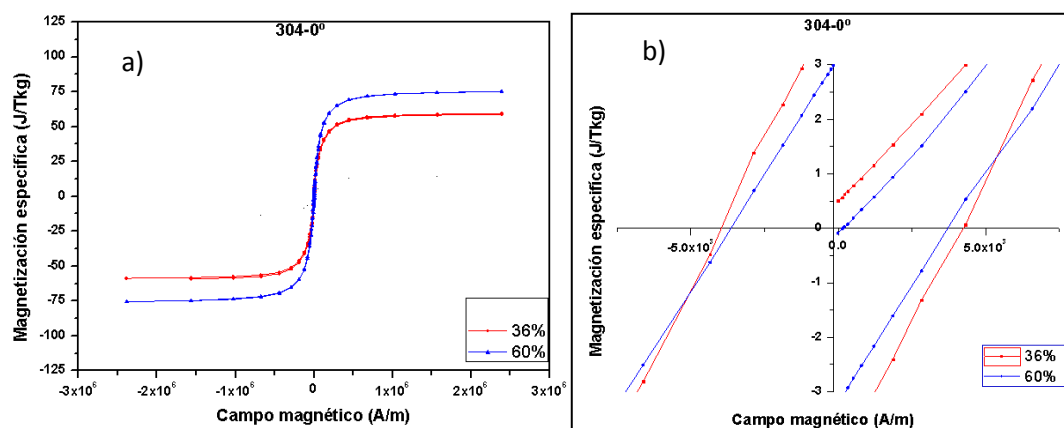


Figura 7.25. a) Ciclo de histéresis y b) ampliación de la región central, acero AISI 304, probetas con distintos porcentajes de deformación: 0°-2 con 36 % y 0°-3 con 60 %.

En la Figura 7.26 se muestra, en a) el ciclo de histéresis de las probetas deformadas y en b) una ampliación de la región central, para las probetas 90°-1 con 52 % de deformación ($H_c = 3081 \text{ A/m}$), 90°-3 con 54 % ($H_c = 3081 \text{ A/m}$) y 90°-2 con 56 % ($H_c = 3038 \text{ A/m}$). Se ve que tanto la magnetización como el H_c disminuyen al aumentar la deformación.

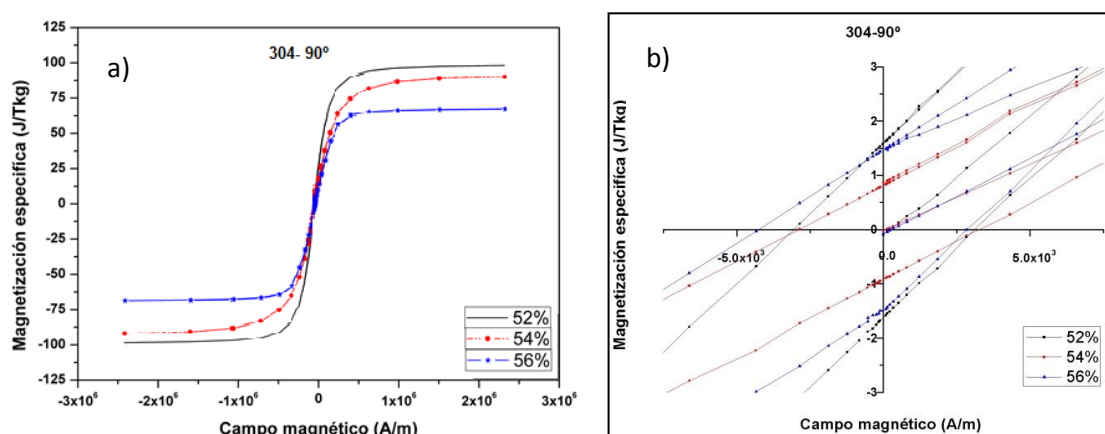


Figura 7.26. a) Ciclo de histéresis y b) ampliación de la región central, acero AISI 304, probetas con distintos porcentajes de deformación: 90°-1 con 52 %, 90°-3 con 54 % y 90°-2 con 56 %.

Comparando las Figuras 7.24 a 7.26, se concluye que al deformarse el material, cambia su ciclo de histéresis produciéndose su endurecimiento magnético y aumentando la M_{SE} .

Para las probetas cortadas en el sentido de laminación (0°), se observa que al aumentar la deformación plástica hay un aumento en la M_{SE} y para las cortadas transversalmente (90°) se observa un efecto contrario. Además de las Figuras 7.25 y 7.26, se concluye que para las probetas de 90° la M_{SE} es mayor que para las de 0°.

En la Tabla 7.12 se observa que para mayores deformaciones la H_c disminuye. Esto contradice la idea que para mayores deformaciones aparecen mayor cantidad de defectos que impiden el moviendo de las PDs magnéticos [Ümit Akçaoğlu

F., Hakan Gür C., 2014], pero en este caso, a partir del proceso de deformación se está creando más material magnético.

Tabla 7.12. Campo coercitivo de las probetas ensayadas

Probetas	Deformación (%)	Campo coercitivo, Hc (A/m)
Sin deformar	0	3630
0°-2	36	4153
0°-3	60	3683
90°-1	52	3081
90°-3	54	3081
90°-2	56	3038

En la literatura para el acero inoxidable austenítico AISI 304 deformado plásticamente se encuentran dos tendencias, que Hc disminuye con el aumento de la fracción de volumen de la martensita [Tavares S. S. M. et al., 2002, Mumtaz K. et al., 2004, Zhang L. et al., 2005, Kobayaschi S. et al., 2008], mientras que otros estudios reportan un incremento en el Hc con el aumento de la martensita. [Mitra A. et al., 2004, Amitava et al., 2005, Meszaros I. et al., 1995]. Este comportamiento puede ser debido a la interacción de las PDs con las interfaces martensita-austenita y la interacción magnetoestática entre las partículas de la martensita. Por lo tanto, Hc es un indicador del tamaño y distribución de la martensita ferromagnética formada en una matriz austenítica paramagnética [Kobayaschi S. et al., 2008].

En los ensayos de esta Tesis la Hc disminuye con el aumento de la deformación, pero en las probetas de 90° dado que el porcentaje de deformación es similar, no se observa gran diferencia en los resultados. La coercitividad está relacionada con el movimiento de las PDs magnéticas, que son afectadas por el tamaño de grano y la densidad de dislocaciones, que aumenta con la deformación [Oyarzábal et al., 2007]. Para bajos grados de deformación, la martensita recién nucleada tiene un formato que recuerda agujas alargadas. Posiblemente el hecho de que la martensita tenga esta forma larga y estrecha juegue un papel importante en el aprisionamiento de las PDs explicando el aumento inicial de Hc. La reducción de la coercitividad magnética de los aceros inoxidables austeníticos con el aumento en el contenido de martensita, se ha sugerido como debida a la disminución de la interface austenita-martensita, pudiendo actuar como un fuerte sitio de anclaje [Ahmadzade Beirak E. et al., 2016]. Bredda E. H., (2012), explicó que después que el Hc llega a su valor máximo, al continuar aumentando la cantidad de martensita, aumenta el número de interfaces en el material, contribuyendo así a impedir el movimiento de las PDs, y apareciendo otro factor con mayor influencia en la Hc que actuaría disminuyendo su valor. Este hecho podría estar relacionado con la forma de la martensita creada durante la laminación en frío.

7.3.4 Análisis de señales de RMB

Dado que las señales magnéticas fueron registradas teniendo en cuenta dos ciclos completos de excitación del campo magnético externo, se produjeron cuatro señales de RMB (bucles), dos durante el aumento del campo y dos durante su

disminución. En la Figura 7.27 se muestra a modo de ejemplo para la probeta 0°-3, los resultados de las señales de RMB obtenidas en su evolución temporal.

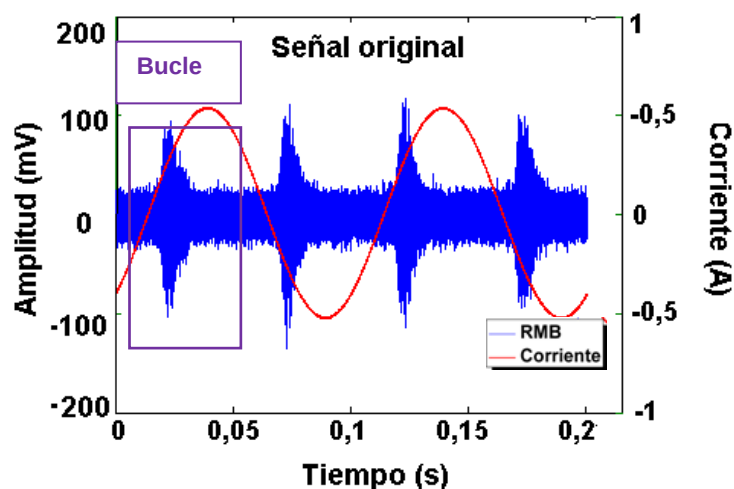


Figura 7.27. Se muestra la señal de RMB de unas de las probetas, sin filtrar, 0°-3.

Para mejorar la relación señal-ruido, se realizó un filtrado de las señales originales mediante el filtro pasabanda de tipo Butterworth [Stupakov O. and Melikhov Y., 2014] con el objeto de mantener una respuesta lo más plana posible en la banda pasante de la bobina sensora de RMB (5-200) kHz. En la Figura 7.28 se muestra las características del Filtro del código de MatLab empleado en este caso.

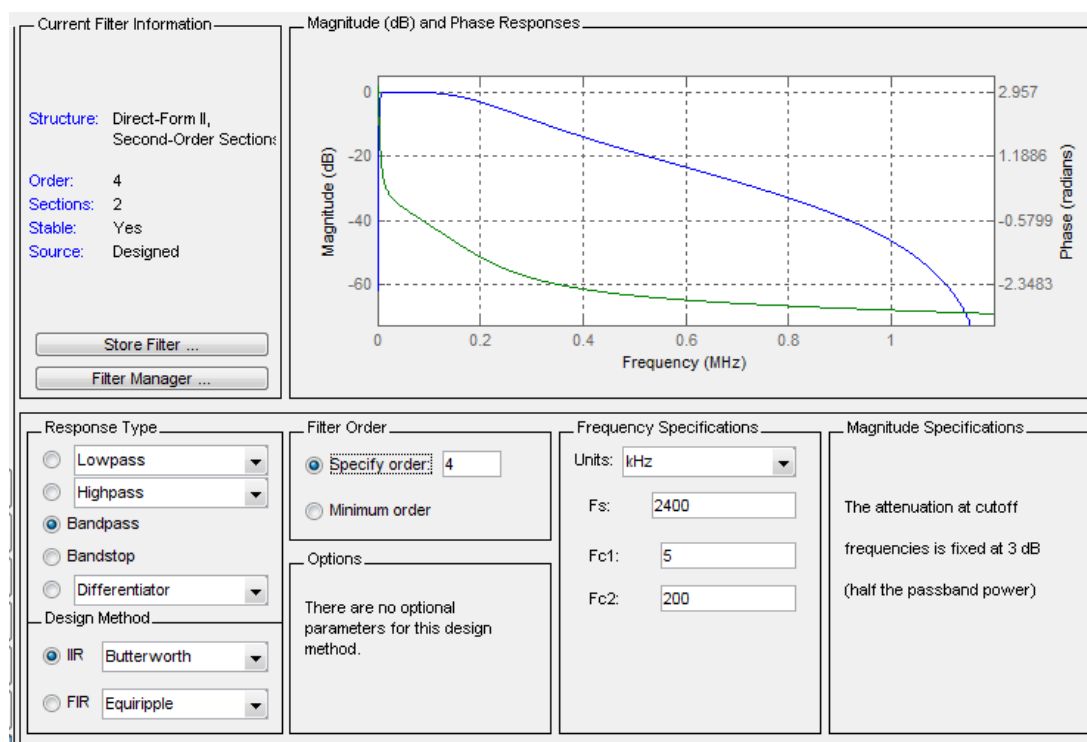


Figura 7.28. Características del Filtro pasabanda (5-200) kHz, tipo Butterworth.

En la Figura 7.29 se muestra los resultados de las señales de RMB obtenidas en su evolución temporal, después del filtrado, para la probeta 0°-3. Para el estudio de las señales sólo se analizó el tramo de los bucles entre los máximos de excitación de la zona central.

Debe aclararse que todos los siguientes estudios de las señales corresponden a la etapa posterior al filtrado.

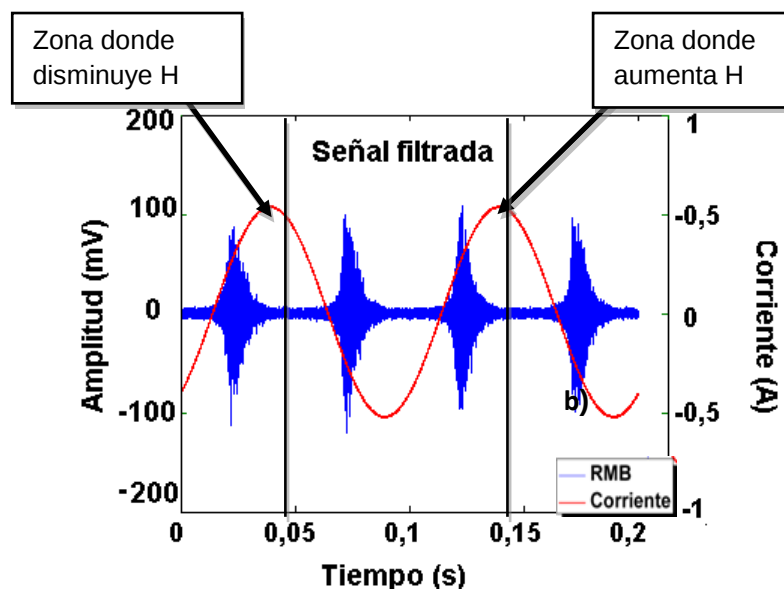


Figura 7.29. Se muestra la señal de RMB de la probeta 0°-3, filtrada.

Para determinar la anisotropía magnética, las placas de acero AISI 304, fueron analizadas con la técnica de RMB en las condiciones recibidas. No presentaron RMB detectable, a pesar de contener 0,5 % de martensita debido al proceso de laminado inicial.

Se ensayaron a tracción uniaxial 6 probetas, 3 de 0° y 3 de 90°. En la mayoría de los ensayos, las señales del RMB comenzaron a aparecer a partir de una carga del orden de 5000 N. De cada ensayo a rotura, se registraron 2 archivos: uno para la tensión de excitación, y el otro para el RMB. Todas las señales se digitalizaron con una frecuencia de 2,4 Msamples/s. En la Figura 7.30 se muestra un ejemplo para la probeta 90°-3, en distintos instantes del ensayo conforme aumentaba la carga y simultáneamente el RMB. A 4412 N comienza a distinguirse el RMB por encima del nivel de ruido. Para una carga de 9610 N la señal es mayor, a 10493 N sigue creciendo. Finalmente para una carga de 10689 N, justo antes de la rotura, se produjo la mayor señal de RMB. El mismo comportamiento se observó en todos los ensayos. Así, la actividad de RMB aumentaba a partir de la carga creciente. Claramente, esta actividad de aumento de RMB se debe al crecimiento de la fase martensítica (magnética) originada por el aumento de la deformación [Kléber et al., 2010].

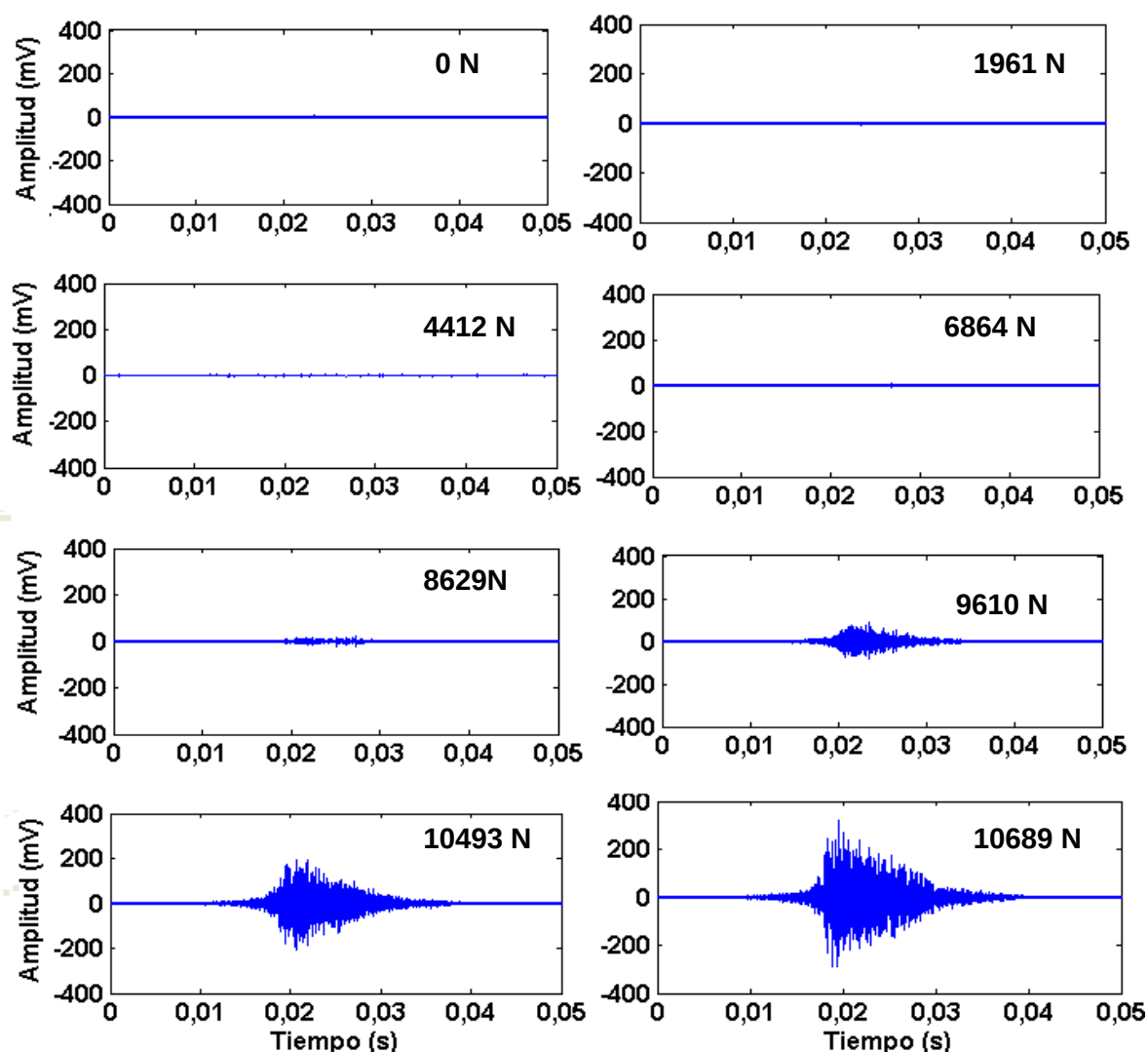
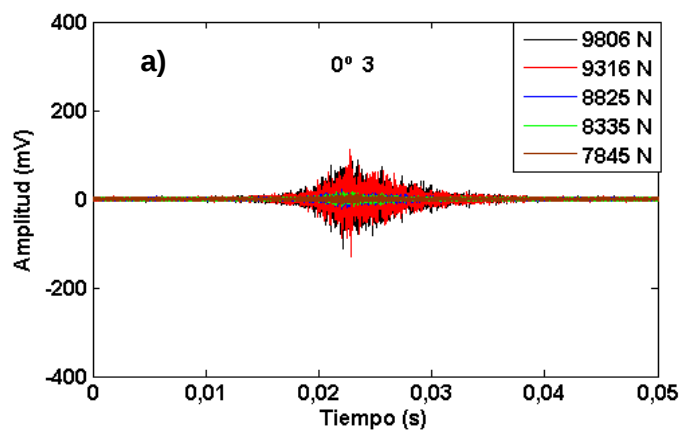


Figura 7.30. Señales de RMB para las diferentes cargas, probeta 90°-3.

Debido a la repetitividad de los resultados de las probetas ensayadas, sólo se presentan los de las probetas 0°-3 y 90°-3. En la Figura 7.31 se muestran para estas probetas, las señales superpuestas del RMB en función del tiempo, para medio ciclo de excitación y para diferentes cargas. Se destaca el incremento de la amplitud de las señales con la carga creciente (últimas 5 cargas).



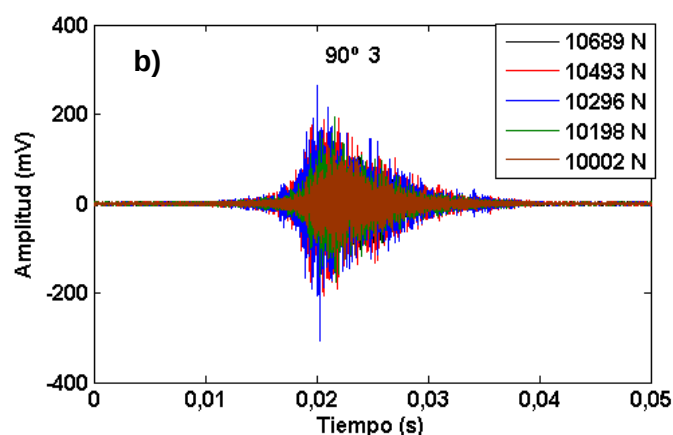
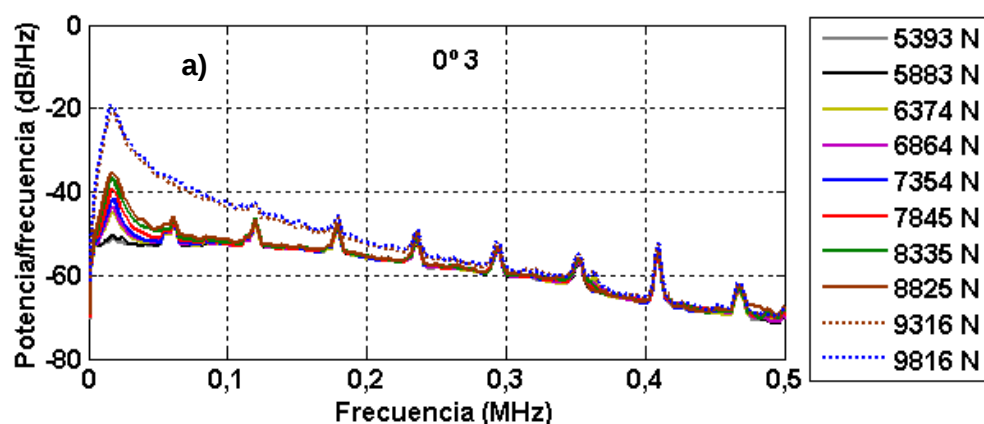


Figura 7.31. Señales superpuestas de RMB para los diferentes aumentos de carga, probeta a) 0° -3 y b) 90° -3.

Para estudiar la distribución de la potencia de las señales en función de la frecuencia, se recurrió a un estimador del espectro de potencia que redujera la varianza de los resultados, ya que las señales en cuestión son de carácter aleatorio. Así se eligió el método de Welch [Proakis J., Manolakis D., 2007]. La densidad espectral se calculó para un ciclo completo de excitación de la señal (ver Figura 7.29). En la Figura 7.32 (a) y (b) se muestra, a modo de ejemplo, la curva de la potencia en función de la frecuencia, para diferentes cargas aplicadas, para las probetas 0° -3 y 90° -3 respectivamente. Para mayor claridad sólo se analizan los 10 últimos valores de carga. Las gráficas para las otras probetas presentaron la misma tendencia. Se puede apreciar que la potencia espectral aumenta con el incremento de la carga aplicada. Esta dependencia se mantiene prácticamente para todo el rango de frecuencias. En todos los casos el máximo se produce aproximadamente a 0,02 MHz. Como se ve en la probeta de la dirección perpendicular (90° -3), los valores máximos de potencia son mayores. En el espectro de la probeta 0° -3 se distinguen 8 picos de diferentes amplitudes para frecuencias de aproximadamente 60 kHz, 120 kHz y 180 kHz, 240 kHz, 300 kHz, 360 kHz, 420 kHz (armónicos) y 470 kHz, que van desapareciendo a medida que aumenta la carga. En la probeta 90° -3 se observa un pico en la frecuencia de 400 KHz aproximadamente y pequeñas oscilaciones que se van atenuando a medida que aumenta la carga aplicada. Es notorio que estos picos disminuyen atenuándose a medida que por deformación aumenta la rigidez del sistema [Neyra Astudillo M. R. et al., 2015].



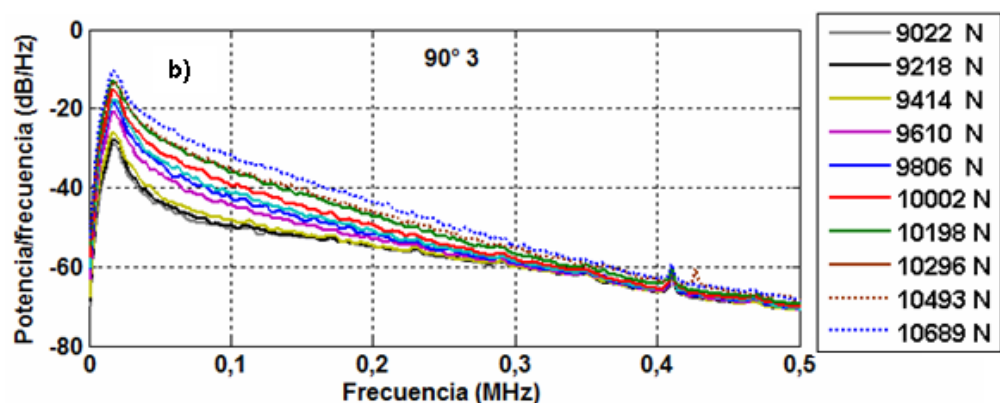


Figura 7.32. Densidad espectral de potencia para diferentes cargas, (a) 0° - 3 y (b) 90° - 3

En la Figura 7.33 se graficó la función RMS vs. Corriente aplicada, y en la Figura 7.34 la función RMS vs. Tiempo, para las primeras 10 cargas, ambas en el caso de la probeta 0° -3. La forma similar a un “ala de mariposa” de estos gráficos, obedece al hecho de considerar un ciclo completo de la corriente, es decir desde valores negativos a positivos. Sólo se muestra los resultados de una probeta para cada tipo de ensayo. En todos los casos para 0° , se observa que para las primeras cargas no hay una tendencia definida con su aumento, tal como se muestra en la Figura 7.32 y 7.33. Lo mismo se hizo en la Figura 7.35 y 7.36 para las últimas 10 cargas.

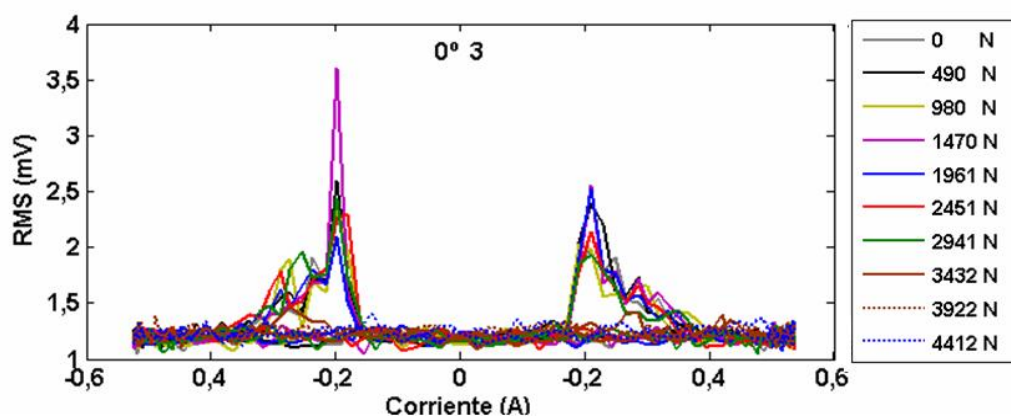


Figura 7.33 Función RMS vs. Corriente aplicada, 10 primeras cargas, probeta 0° -3.

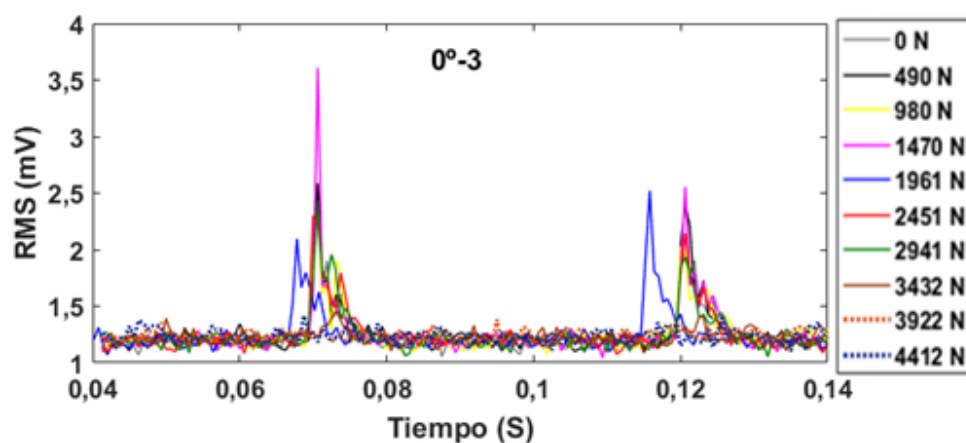


Figura 7.34. Función RMS vs. Tiempo, 10 primeras cargas aplicadas, probeta 0° -3.

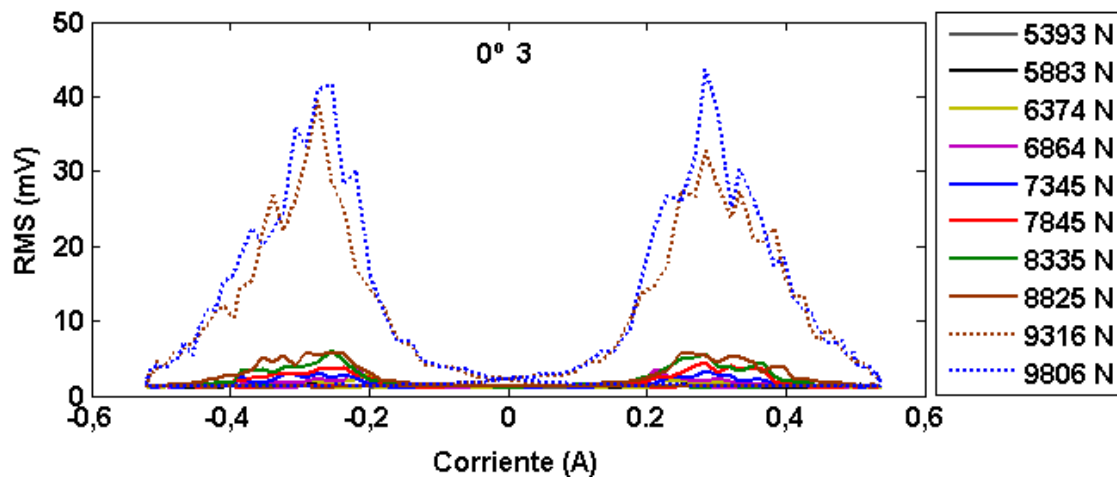


Figura 7.35. Función RMS vs. Corriente aplicada, 10 últimas cargas aplicadas, probeta 0°-3.

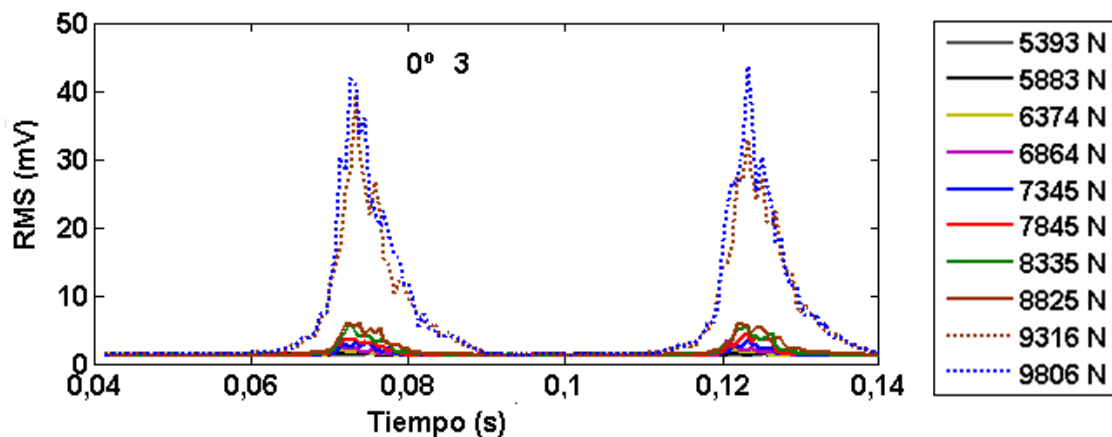


Figura 7.36. Función RMS vs. Tiempo, 10 últimas cargas aplicadas, probeta 0°-3

De las Figuras 7.35 y 7.36, se ve que para las primeras seis cargas no se observa un cambio muy notable, pero sí en las dos últimas. Esto podría deberse a que la velocidad de deformación no fue constante o a la inestabilidad de este tipo de acero (metaestable), que se estabiliza a medida que se va deformando la probeta. Se observa que a medida que aumenta la carga aplicada el tiempo para producir el máximo de la función RMS se adelanta, desplazándose a la izquierda, es decir se necesita menor corriente para producir el máximo, anticipándose su aparición. Al mismo tiempo se observa un crecimiento en el ancho y la amplitud del pico con el aumento de la carga aplicada, es decir a medida que aumenta la transformación martensítica inducida por deformación, aumenta el RMS [Neyra Astudillo et al., 2015].

En las Figura 7.37 y 7.38, se muestra la función RMS para las primeras 10 cargas, para la probeta 90°-3. Como en el caso anterior, no se observa una tendencia definida con el aumento de carga aplicada.

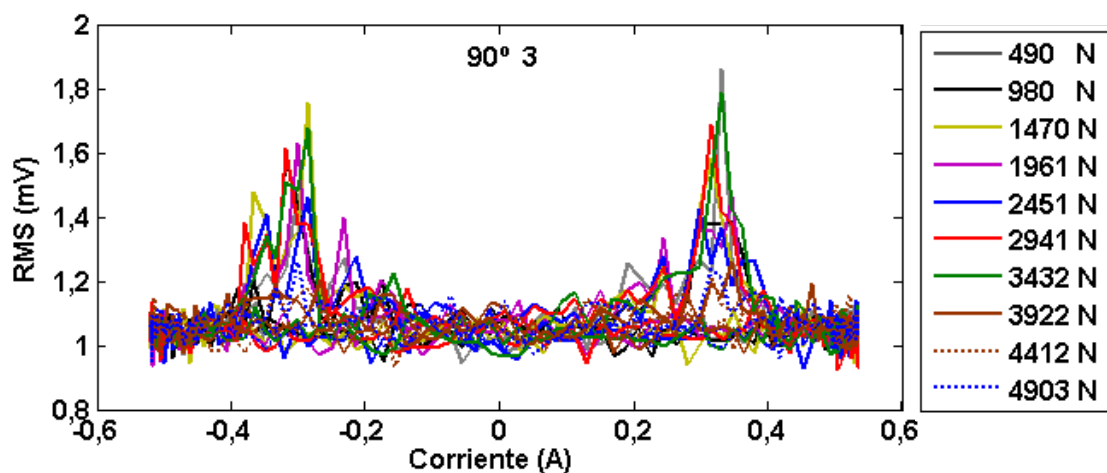


Figura 7.37. Función RMS vs. Corriente aplicada, 10 primeras cargas, probeta 90°-3.

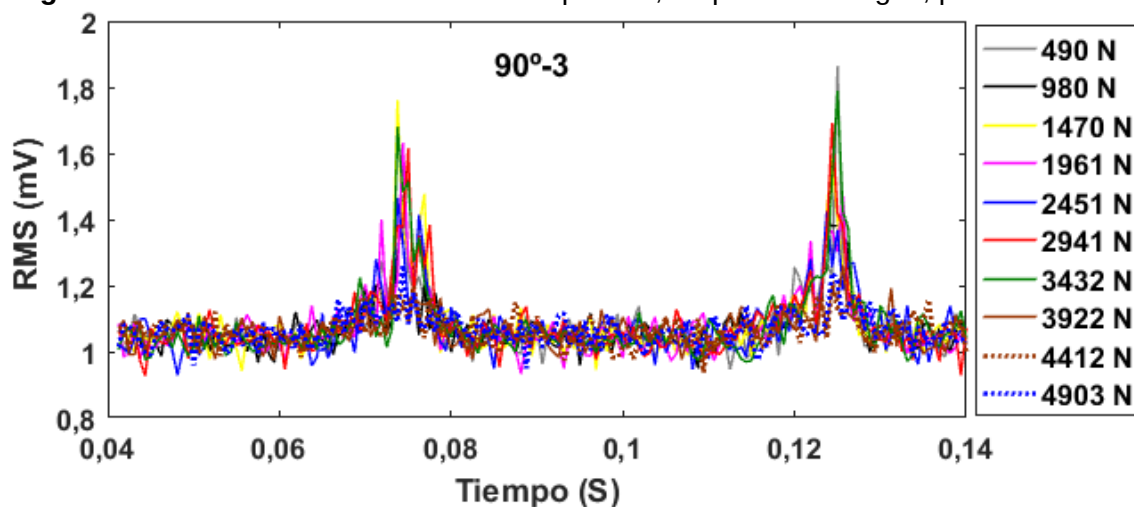


Figura 7.38. Función RMS vs. Tiempo, 10 primeras cargas aplicadas, probeta 90°-3.

En la Figura 7.39, se muestra la función RMS vs. la corriente aplicada, y en la Figura 7.40 vs. el Tiempo, ambas para las últimas 10 cargas, probeta 90°-3. Se observa nítidamente el aumento de la función RMS al aumentar la carga. Aumenta en número de picos en la señal y se necesita menor corriente para producir cada máximo del RMS.

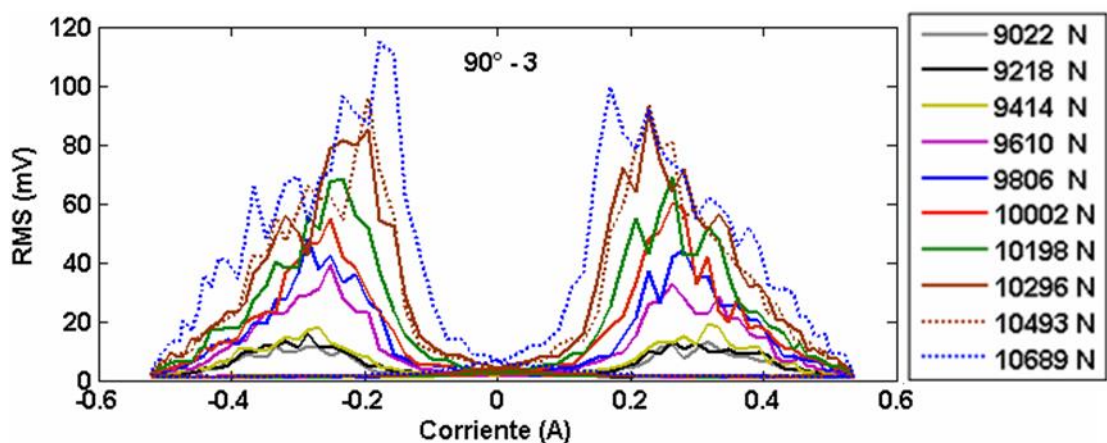


Figura 7.39. Función RMS vs. Corriente aplicada para las 10 últimas cargas, probeta 90°-3.

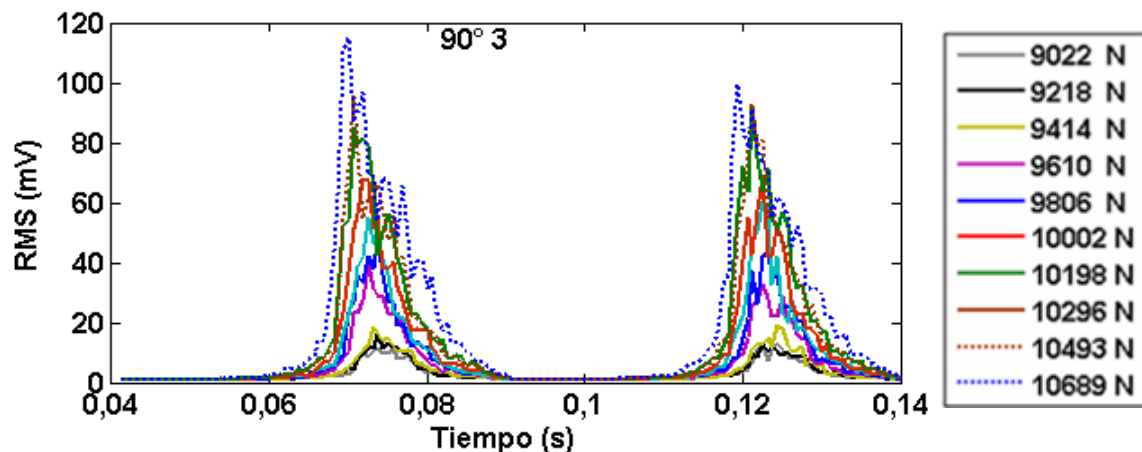


Figura 7.40. Función RMS vs. tiempo para las 10 últimas cargas aplicadas, probeta 90°-3.

Para la probeta 0°-3 (Figuras 7.34 y 7.35), se verifica un notable aumento en la amplitud de la función RMS para las dos últimas cargas. Para la probeta 90°-3 (Figuras 7.39 y 7.40), se ve un aumento sucesivo en las amplitudes de las funciones RMS. Es de destacar que para las probetas cortadas en la dirección perpendicular (90°), los valores de la función RMS son mayores (más del doble) y con mayor número de picos relativos, comparada con las probetas cortadas en el sentido de laminación (0°). Además se ve en los dos casos que para mayores cargas (deformación) el RMB se desliza hacia menores valores de corriente de excitación y menor tiempo para obtener mayor RMB, dado que hay mayor cantidad de martensita. Este efecto se observa más nítidamente en la probeta 90°-3, porque el aumento de la carga fue mejor controlado. Se ha sugerido que los bordes de grano son pequeños sitios densos de fijación y liberación repentina de PDs que generan RMB [Hausild P et al., 2013]. En las probetas de 0° los granos están alargados en la dirección paralela a la deformación actuante en el ensayo de tracción; por lo tanto en la dirección de la carga ejercida hay una menor concentración de bordes de granos que en el caso de las probetas de 90°. Debido a que al aumentar la carga (deformación) los granos se alargan en la dirección de la tensión aplicada y debido también, al endurecimiento por la transformación de fase (mayor cantidad de material magnético) se necesita menor corriente para que se produzca el RMB. En estas probetas de 90° los granos están alargados en la dirección perpendicular a la deformación actuante; por lo tanto en la dirección de la carga ejercida hay una mayor concentración de bordes de grano que en caso de las probetas de 0°. Así, es lógico pensar que al seguir aumentando la fuerza habrá mayores lugares para la nucleación de la martensita y una mayor cantidad de saltos de RMB producidos al destrabarse el movimiento de las PDs [Neyra Astudillo M. R. et al., 2015; Mierzac L. et al., 2001; Stefanita, 2008; Baiotto et al., 2010].

En el análisis siguiente sólo se estudian los siguientes parámetros correspondientes a la función RMS, para un ciclo de excitación:

1. Altura del pico
2. Posición de pico
3. Valor Cuadrático Medio (RMS)

En la Figura 7.41 se graficaron: el valor RMS, la amplitud del máximo pico y el correspondiente valor de la corriente (en este caso llamada "Posición") en función de la carga, para la probeta 0°-3 (a) y para la probeta 90°-3 (b). En esta Figura, sólo se graficaron los valores propios de las señales donde los pulsos del RMB aparecían

nítidamente diferenciados del ruido. Esto explica por qué el gráfico comienza con las cargas de 5000 N para 0°-3 y de 6000 N para 90°-3. Para las dos probetas, el valor RMS y la amplitud del máximo pico aumentan con la carga aplicada. También se ve una tendencia tal que a medida que aumenta la carga, se necesita menor corriente para producir el máximo de RMS.

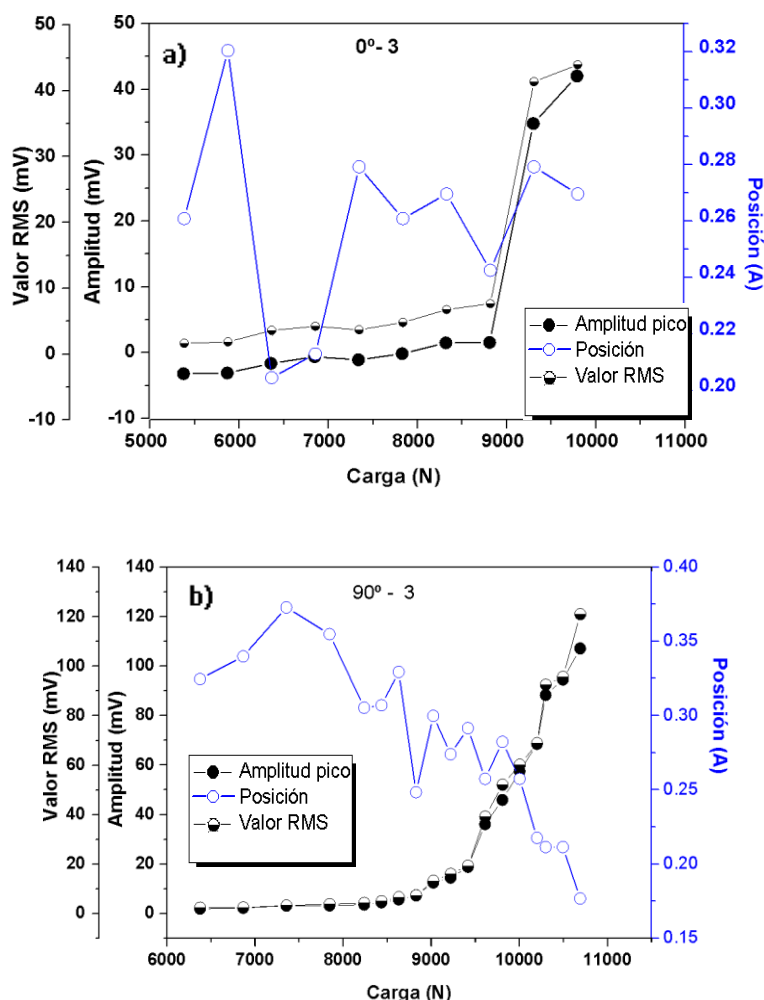


Figura 7.41. Valor RMS, Amplitud y Posición (corriente) del máximo pico en función de la carga, en las probetas: a) 0°-3 y b) 90°-3.

Para determinar el grado de asociación entre el valor RMS y la carga aplicada y por otro lado, la Amplitud del máximo pico y la Carga aplicada, se analizó su relación lineal con la inversa de esos parámetros [Mierzac L. et al., 2001]. A modo de ejemplo se muestra en la Figura 7.42 para la probeta 0°-3: a) el valor recíproco del valor RMS; b) el recíproco de la Amplitud del máximo pico y c) el recíproco de la Posición, todos en función de la carga. Se realizó un ajuste lineal, trazándose las rectas y calculándose el coeficiente de regresión (R^2). En la Figura 7.43 para la probeta 90°-3, se usó el mismo criterio. En la Tabla 7.13 se muestran los valores de R^2 para el conjunto de todas las probetas ensayadas.

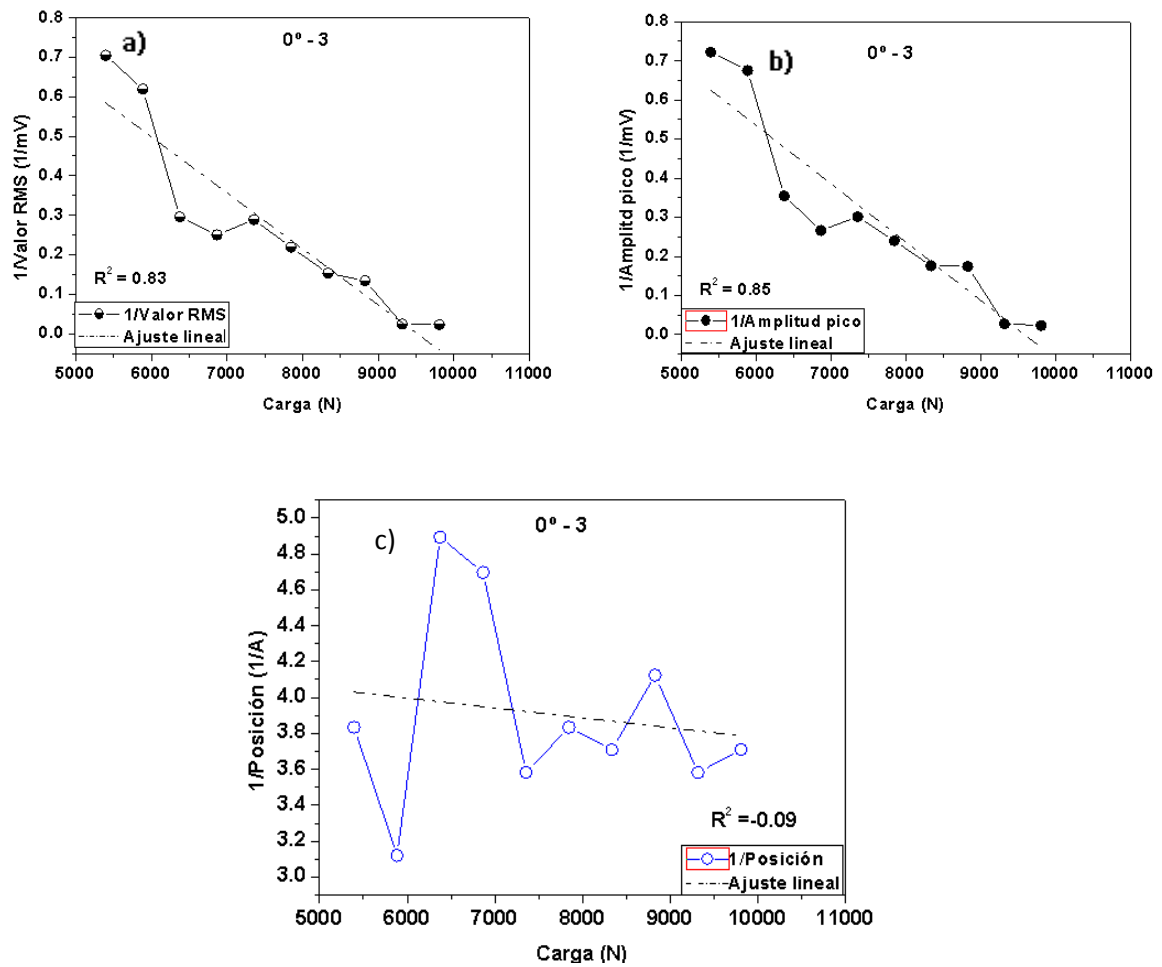
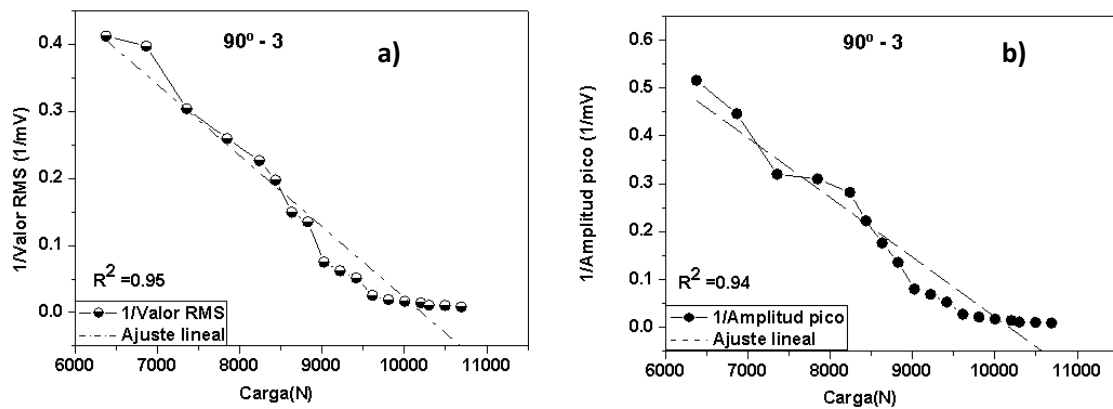


Figura 7.42. a) Recíproco del valor RMS, b) recíproco de la Amplitud del máximo pico, c) recíproco de la Posición del pico, ambos en función de la Carga, probeta 0°-3.



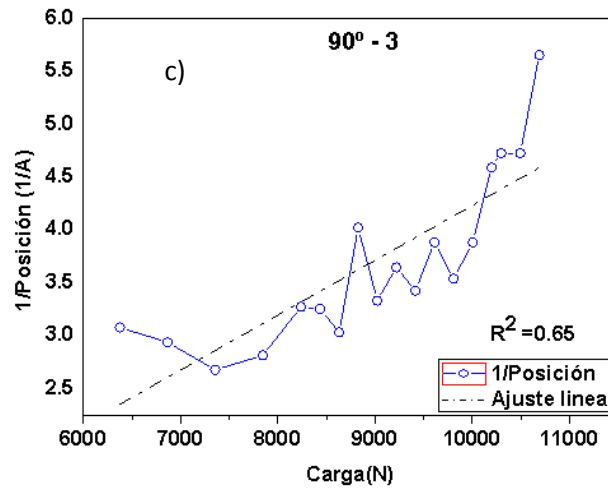


Figura 7.43. a) Recíproco del valor RMS, b) recíproco de la Amplitud del c) máximo pico, recíproco de la Posición del pico, ambos en función de la Carga, probeta 90°-3.

Tabla 7.13. Valores de R^2

Probetas	(1/ RMS)-Carga	(1/Amplitud pico)-Carga	(1/Posición)-Carga
0°- 2	0,95	0.97	0,72
0°- 3	0,83	0,85	0,09
90°- 1	0,93	0,74	0,63
90°- 2	0,95	0,94	0,27
90°- 3	0,83	0,84	0,65

Los valores de R^2 , para los recíprocos del RMS y de la Amplitud, en todos los casos son mayores que 0,7, es decir presentan una fuerte dependencia lineal. En cambio, en la inversa de la Posición no existe una buena correlación. Además se observan diferencias en los valores recíprocos del RMS y de la Amplitud del máximo pico en cada probeta, esto se puede deber a que han estado sometidas a diferentes velocidades de carga durante el ensayo de tracción [Neyra Astudillo et al., 2015].

Si bien los parámetros de Kurtosis, Asimetría y valor Máximo, surgieron en principio para analizar sólo funciones de distribución, su cálculo se puede aplicar a otros casos, permitiendo un más sencillo análisis de las señales. Al calcular la función RMS se construye una función positiva y más suavizada de cada bucle, a la cual se le evalúan dichos parámetros. Luego se calculó la Energía y el valor RMS de cada bucle en función de la carga aplicada. En la Figura 7.44, a modo de ejemplo, se muestra la Kurtosis de cada uno de los bucles del RMB para las probetas a) 0°-3 y b) 90°-3 en función de la Carga aplicada. Para la probeta 0°-3, con un 60 % de deformación final, se observa que al comienzo hay fluctuaciones en la Kurtosis hasta una carga de 3500 N, luego disminuye y es prácticamente constante hasta 6000 N, aumentando a continuación hasta 7000 N y luego disminuyendo casi sin dispersión entre los valores de cada bucle. Para la probeta 90°-3, con un 54 % de deformación final, se reproduce el mismo comportamiento anterior, pero la primera zona de disminución se da entre 3000 N y 5000 N. También se ve que en la última parte del proceso hay menor dispersión de datos.

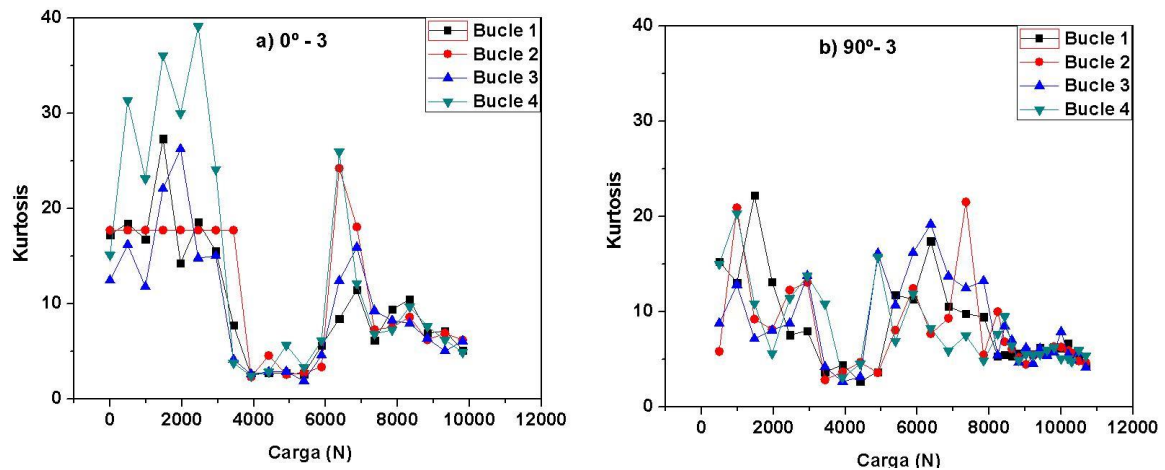


Figura 7.44. Kurtosis de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3.

En la Figura 7.45 se muestra la Asimetría de los bucles para las mismas probetas, en función de la Carga aplicada. Se ve que para la probeta 0°-3 hay mayores fluctuaciones al comienzo y durante el proceso, se produce una disminución entre 3000 N y 5500 N, luego aumentan los valores y posteriormente disminuyen, pero con menor dispersión de datos. En la probeta 90°-3 se observa prácticamente el mismo comportamiento.

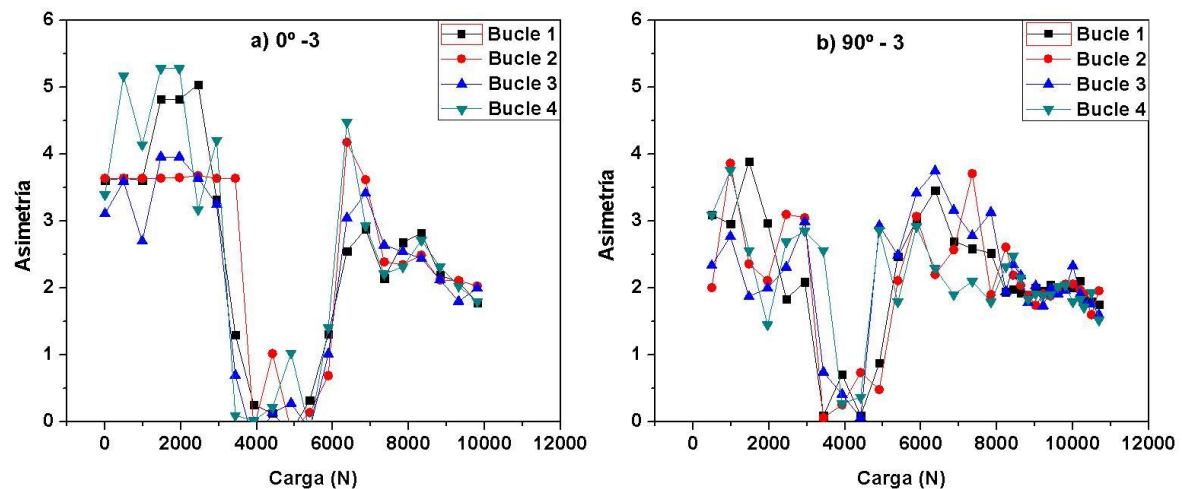


Figura 7.45. Asimetría de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3.

Si se comparan las Figuras 7.44 y 7.45, se ve que en ambos casos para la Kurtosis y la Asimetría, se produce una disminución de sus valores en la zona central de la carga y luego un aumento. En la literatura se encontró, para otros materiales ferromagnéticos, que dichos parámetros aumentan con la deformación [Ding S. et al. 2015], sin embargo para el este material austenítico al producirse una transformación de fase durante el proceso de deformación se producen otros fenómenos, dificultándose su interpretación.

En la Figura 7.46 se muestra el valor Máximo de la Amplitud de cada bucle para las probetas: a) 0°-3 y b) 90°-3 en función de la Carga aplicada. Se observa que en ambas probetas aumenta el RMB al aumentar la Carga, siendo estos valores muchos menores para la probeta 0°-3 en comparación con la probeta 90°-3.

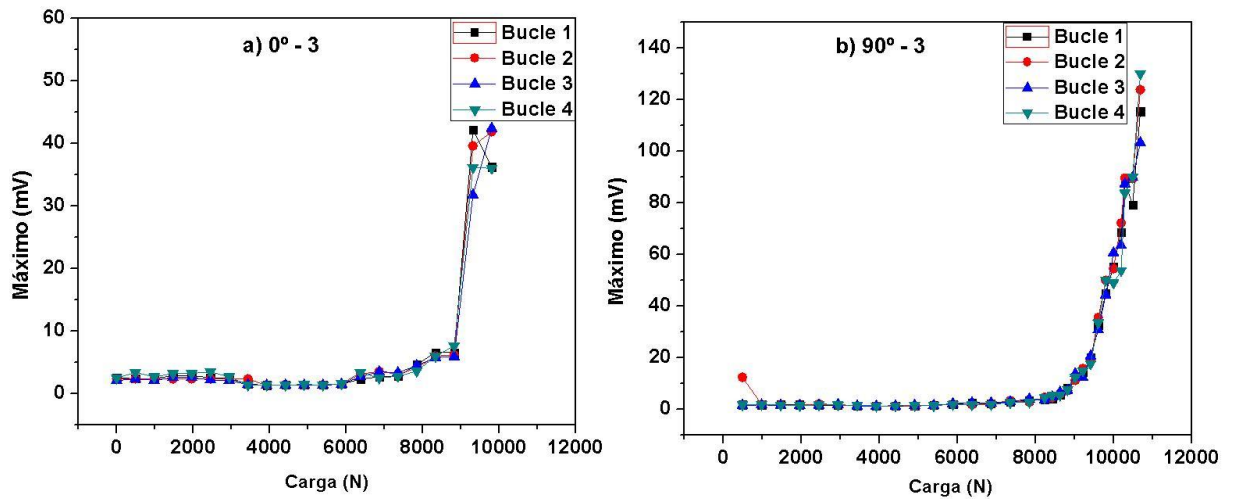


Figura 7.46. Máximo de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3.

En la Figura 7.47 se muestra el valor RMS de los bucles para las probetas: a) 0°-3 y b) 90°-3 en función de la Carga aplicada. Se observa también en este caso que para la probeta 0°-3, los valores de RMS son menores en comparación con los de la probeta 90°-3.

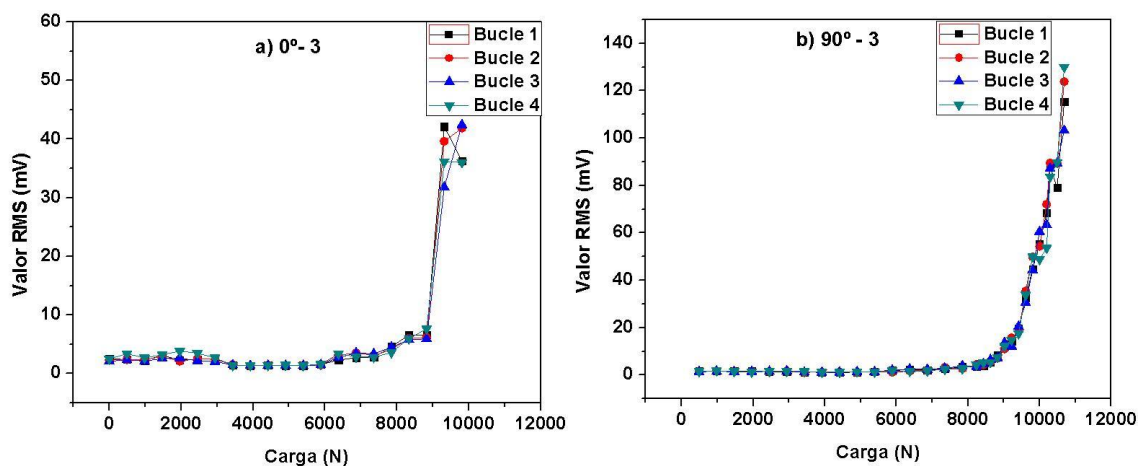


Figura 7.47. RMS de cada bucle del RMB en función de la carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3.

En la Figura 7.48 se graficó la Energía de cada bucle, en función de la carga aplicada, observándose una dispersión casi nula en los datos correspondientes a cada bucle que se mantiene muy bajos hasta prácticamente los 9000 N y una energía 10 veces mayor para la probeta la 90°-3. Es de notar que por corresponder a magnitudes más globales, los valores de RMS y Energía presentan menor dispersión en sus valores.

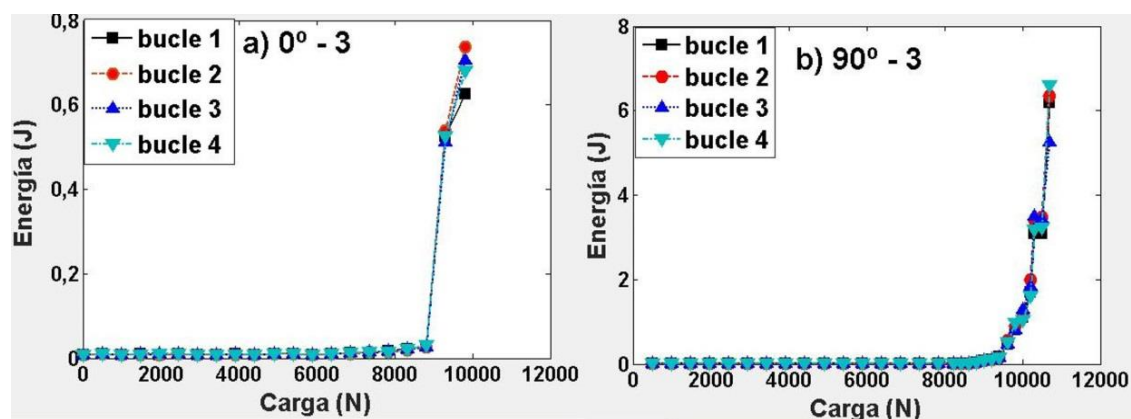


Figura 7.48. Energía de cada bucle del RMB en función de la Carga aplicada, a) probeta 0°-3; b) probeta 90°-3.

En todos los parámetros estudiados, en general se verificó la presencia de mayores valores para la probeta 90°-3 comparados con los de la 0°-3. En este último caso, la mayoría de los granos están alargados en el sentido de laminación que coincide con el de la tracción axial, pero en el de 90°-3, los granos se encuentran alargados en la dirección perpendicular al sentido de la tracción; por lo tanto al aumentar la carga, esta última probeta tiene mayor cantidad de obstáculos (bordes de grano) donde se puede nuclear la martensita y habrá mayor producción de RMB [Neyra Astudillo M. R. et al., 2015].

Para analizar globalmente el comportamiento de la señal de RMB, se estudiaron los siguientes parámetros de la función RMS total de los 4 bucles: Kurtosis, Asimetría, Máximo y valor RMS, para las 6 probetas ensayadas en las dos direcciones. Los resultados de la probeta 0°-1, si bien fueron graficados, no deben ser tenidos en cuenta porque esta probeta fue utilizada para calibrar el sistema. La 0°-2 sólo llegó hasta el 36% porque cuando se la estaba ensayando se deslizó y la 0°-3 llegó hasta la rotura. Todas las de 90° fueron ensayadas hasta la rotura.

En la Figura 7.49 se muestra la Kurtosis en función de la Carga aplicada: (a) para las probetas de 0° y (b) para las probetas de 90°. Para las probetas 0°-2 y 0°-3, se observa la misma tendencia que en cada uno de los bucles de la probeta 0°-3 (ver Figura 7.43 a)), excepto la probeta 0°-1 que empleada para calibrar el sistema experimental, sufrió deslizamiento de las mordazas. En b) para las probetas 90°-2 y 90°-3, se observa la misma tendencia que con cada uno de los bucles de la probeta 90°-3 (ver Figura 7.44 b)), excepto la probeta 90°-1.

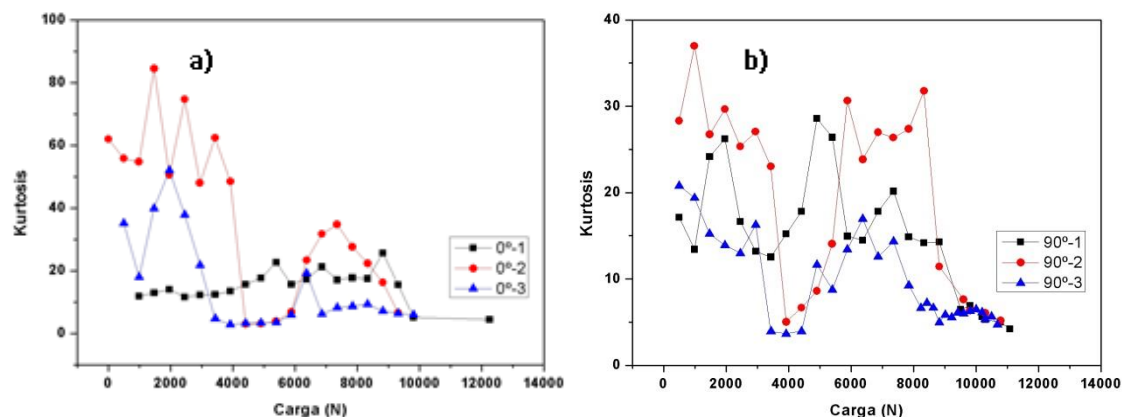


Figura 7.49. Kurtosis de toda la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la carga aplicada: a) probetas 0°; b) probetas 90°

En la Figura 7.50 se muestra la Asimetría en función de la Carga aplicada: (a) para las probetas de 0° y (b) para las probetas de 90° . Las probetas 0° -2 y 0° -3, 90° -2 y 90° -3 tienen el mismo comportamiento correspondiente al análisis de cada uno de los bucles (ver Figura 7.44).

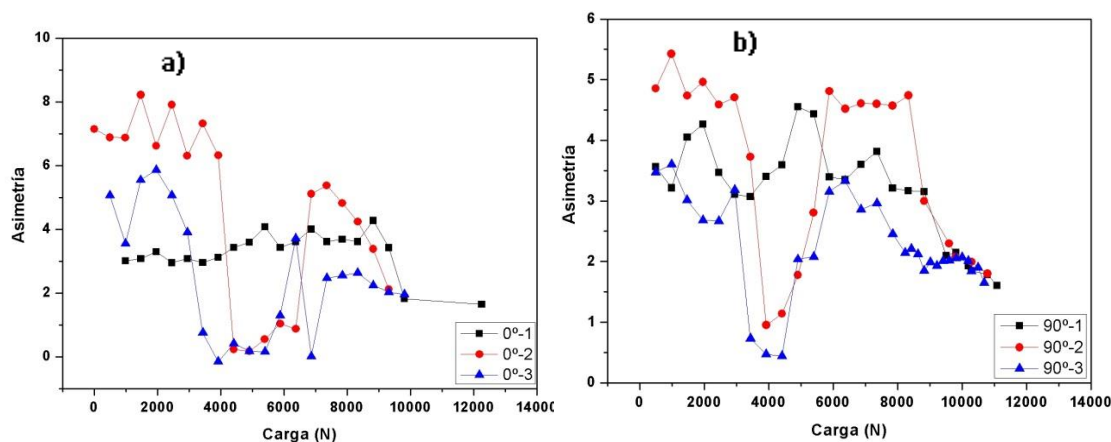


Figura 7.50. Asimetría de toda la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la carga aplicada, a) probetas 0° ; b) probetas 90°

En las Figuras 7.51 y 7.52 se muestran: el Máximo y el valor RMS, en función de la Carga aplicada: (a) para las probetas de 0° y (b) para las probetas de 90° . Se graficaron el valor Máximo y el RMS de cada una de las señales registradas, incluidas las primeras donde no se distinguían nítidamente los pulsos de RMB por encima del nivel de ruido. En las dos Figuras se pueden observar claramente que el valor Máximo y el RMS crecen al aumentar la carga (deformación) y por lo tanto la cantidad de martensita. En la Figura 7.51: a) para el valor Máximo, se aprecia un gran incremento, indicando la creciente transformación de austenita a martensita; en el caso de b) el valor Máximo, se mantiene constante hasta aproximadamente 6000 N, aumentando hasta antes que se produjera la rotura.

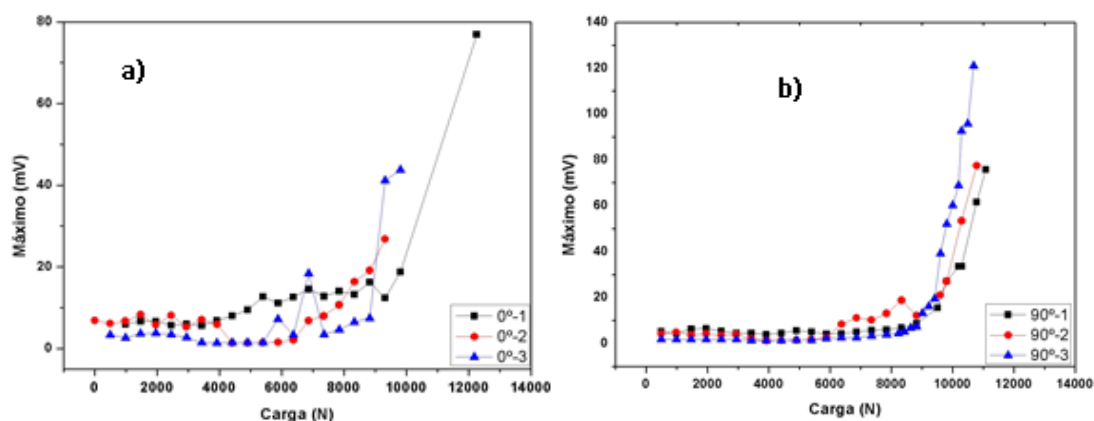


Figura 7.51. Máximo de toda la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la Carga aplicada: a) probetas 0° ; b) probetas 90° .

En la Figura 7.52 para el valor RMS, se observa el mismo comportamiento anterior.

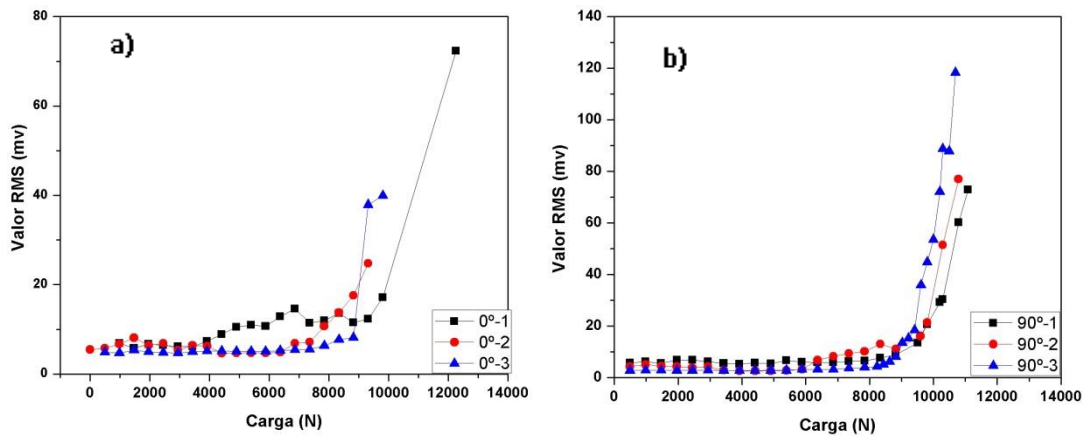


Figura 7.52. Valor RMS de la señal completa del RMB (dos ciclos) en función de la Carga aplicada: a) probetas 0°; b) probetas 90°.

La pequeñísima variación del Máximo y del valor RMS hasta aproximadamente los 8000 N, se puede deber a que la probeta no se deformó lo suficiente para generar mayor transformación a fase martensítica.

En la Figura 7.53 se muestran para cada probeta, los valores finales de RMS y de Energía obtenidos en el proceso de deformación, en función de la martensita final. Cada punto corresponde a una de las probetas ensayadas. Se observa que aumenta el valor de RMS y la Energía, con el aumento de la martensita, estos resultados experimentales se corroboran en la literatura estudiada [Ahmadzade Beiraki E et al. 2016, Easterling K. E. et al 1976, Ding S. et al. 2017, Hausild P. et al. 2013, Lebedev A. A et al. 2000, Das A. et al. 2011]. Allí se explica que las interfaces austenita-martensita puede ser consideradas como fuertes puntos de anclaje de las PDs. Las transformaciones martensíticas tienen lugar a través de mecanismos de nucleación homogénea, que se da preferencialmente en bordes de grano y/o defectos con un posterior crecimiento de la fase previamente nucleada. La nucleación implica la formación de embriones de martensita dentro de la matriz. Estos embriones, en condiciones de temperatura y esfuerzo adecuados, alcanzan un tamaño crítico, que les permite crecer. Además los bordes de grano son sitios densos de fijación y liberación repentina de PDs, que generan un gran pico en el perfil del RMB [Hausild P. et al. 2013]. Por tales motivos se puede explicar que las probetas deformadas en sentido perpendicular al sentido de laminación, tengan mayores porcentajes de martensita ya que contienen mayor cantidad de obstáculos (bordes de grano) en la dirección de la deformación axial. A medida que la martensita aumenta con la deformación en frío, la fase austenítica va disminuyendo conjuntamente; las interfaces están constituidas por un plano denominado plano de hábito. El proceso de crecimiento de la martensita genera defectos cristalinos como las dislocaciones y un aumento en la magnetización total, lo que indica un aumento de la magnetización de saturación y de remanencia, generando un aumento en los valores de RMS y Energía [Mitra A., et al., 2004, E Ahmadzade Beiraki E., et al., 2016].

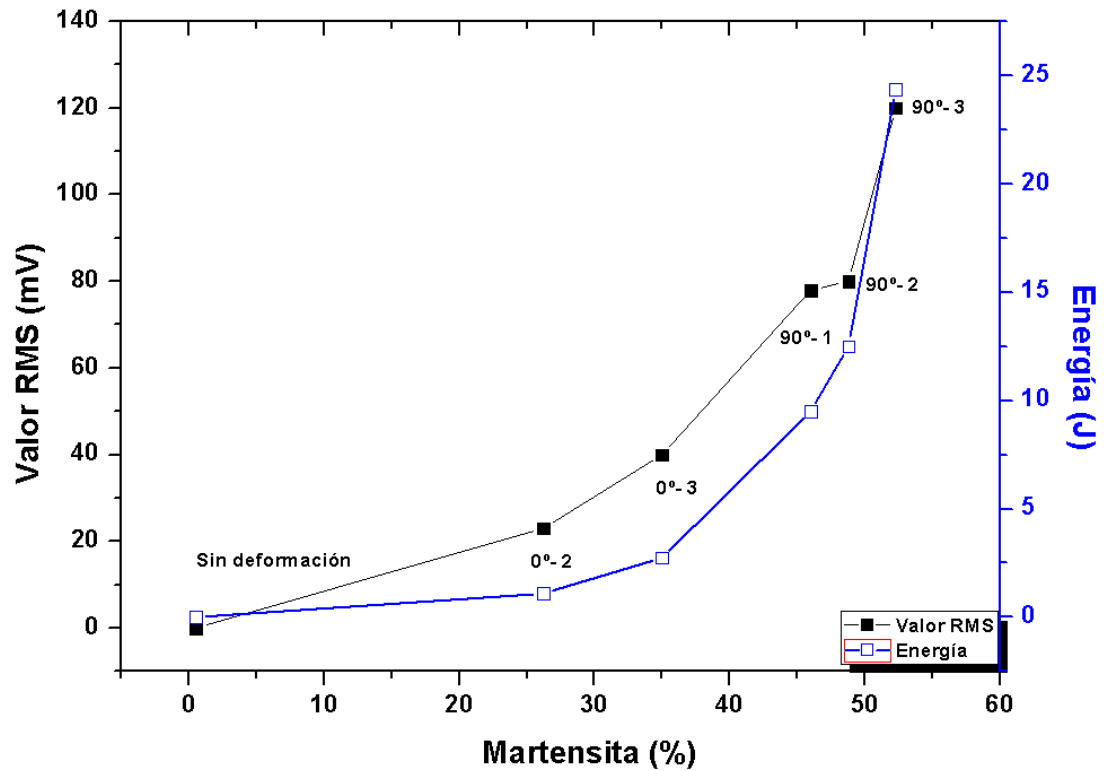


Figura 7.53. Valores finales de RMS y Energía, en función del porcentaje final de martensita.

Desde la Figura 7.51 a 7.53, se ve nítidamente que al aumentar la deformación aumenta el RMB debido al crecimiento de la fase martensítica. Esto fue confirmado con las mediciones del Ferrideltímetro, por lo tanto este método magnético sirve para detectar y predecir la transformación martensítica durante el proceso de deformación en línea [Neyra Astudillo M. R. et al., 2015].

7.4 Conclusiones parciales

- Se usó la técnica de RMB para estudiar, en línea, la transformación martensítica inducida por deformación en ensayos de tracción uniaxial del acero inoxidable austenítico AISI 304 (probetas de 0° y 90°).
- Antes de realizar los ensayos en línea, se calcularon sus propiedades mecánicas con ensayos de tracción uniaxial a rotura.
- En todos los ensayos, mediante el registro dinámico del RMB se pudo establecer el comienzo de la transformación martensítica y su evolución con la deformación, demostrando el aumento de la martensita al crecer la deformación.
- Se demostró que el tipo de corte de la probeta (0° y 90°) y la velocidad de deformación, influían en la cantidad de fase martensita obtenida.
- La dureza en las probetas de 0° aumentó al crecer la deformación. En las probetas de 90° no se observaron diferencias apreciables, debido a que la deformación final alcanzada fue muy similar entre ellas.
- Las probetas deformadas fueron caracterizadas y estudiadas metalográficamente, comprobándose el aumento de cantidad de las maclas y de la cantidad de agujas de martensita con la creciente deformación.
- Después del proceso de deformación, se verificó la presencia de la fase magnética martensítica con el Método de Inducción Magnética (Ferrideltímetro) y el análisis de textura cristalográfica.
- Se determinó el ciclo de histéresis para las probetas, antes y después de la deformación. Se calculó el campo coercitivo, comprobándose que disminuía con el aumento de la deformación. En particular para las tres probetas de 90°, dado que el porcentaje de deformación final fue muy similar, no se observó gran diferencia en la coercitividad.
- En el espectro de Fourier del RMB en las probetas de 0°, se distinguieron varios picos de diferentes amplitudes para varias frecuencias. Los picos fueron desapareciendo a medida que aumentaba la Carga. En las probetas de 90° se observó un sólo pico y pequeñas oscilaciones que se iban atenuando a medida que aumentaba la deformación y la rigidez del sistema.
- En el proceso de transformación austenita-martensita, por deformación, se observó que al aumentar la deformación, se necesitan menores valores de corriente de excitación (energía) para producir RMB. Este efecto se observó más nítidamente en las probetas de 90°, ya que tienen una mayor cantidad de bordes de grano en la dirección de tracción. Al aumentar la deformación habrá mayores lugares para la nucleación de la martensita y una mayor cantidad de saltos de RMB.
- El valor RMS del RMB permitió detectar el inicio de la transformación martensítica durante el proceso de deformación y también permitiría estimar el porcentaje de martensita creada en función de la deformación.
- A partir del tramo medio del proceso de deformación, los recíprocos matemáticos del valor RMS, de la Amplitud del máximo pico y la Posición del pico máximo, variaron linealmente con la Carga aplicada, encontrándose una buena correlación lineal en los dos primeros.
- Los valores máximos de Amplitud, RMS y Energía, resultaron mayores en los

ensayos de las probetas de 90°.

- Se analizaron los parámetros estadísticos: Kurtosis, Asimetría, Máximo, Valor RMS y Energía, para la señal completa del RMB y para cada uno de los bucles, al aumentar la carga. Se comprobó que la respuesta de los parámetros es la misma, para un bucle o para la señal completa.

7.5 Referencias

Ahmadzade Beiraki E., Mazinani M. and M Kashefi, *Examination of Barkhausen noise parameters for characterisation of strain-induced martensitic transformation in AISI 304 stainless steel*, Insight, V. 58, N° 6, June 2016.

ASTM E384–10, *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, 2010.

ASTM E8-04, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, 2004.

Baiotto R., Gerhardt G., Fukuhara M., Yonamine T., F. P. Missell F. P., *Barkhausen Noise and Magnetic Properties of Plastically Deformed Silicon Steels*, IEEE Transactions on Magnetics, V.46, pp. 294-297, 2010.

Breda E. H., *Efeito da martensita induzida por deformação nas propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 304*, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de San Pablo, 2012.

Das A., Tarafder S., Chandra Chakraborti P., *Estimation of deformation induced martensite in austenitic stainless steels*, Materials Science and Engineering A, V. 529, pp. 9-20, august 2011.

Ding S., Tian G., Dobmann G., Wang P., *Analysis of domain wall dynamics based on skewness of magnetic Barkhausen noise for applied stress determination*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 421, pp. 225-229, 2017.

Ding S., Tian G., Moorthy V., Wang P., *New feature extraction for applied stress detection on ferromagnetic material using magnetic Barkhausen noise*, Measurement, V. 173, pp. 515-519, 2015.

Easterling K. E., Tholen A. R., *The Nucleation Of Martensite In Steel*, Acta Metallurgica, V. 24, pp. 331-314, 1976.

Hausild P., Kolarík K., Karlík M., *Characterization of strain-induced martensitic transformation in A301 stainless steel by Barkhausen noise measurement*, Material & Design, V.44, pp. 548-554, 2013.

Jiles D.C., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman and Hall, 1995.

Kleber X., Barroso S. P., *Investigation of shot-peened austenitic stainless steel 304L by means of magnetic Barkhausen noise*, Materials Science and Engineering A 527, pp. 6046-6052, 2010.

Kobayashi S., Saito A., Takahashi S., Kamada Y. and Kikuchi v., *Characterisation of strain-induced martensite phase in austenitic stainless steel using a magnetic minor-loop scaling relation*, Applied Physics Letters, V. 92, pp. 182508-182508-3, 2008.

Lebedev A. A., Kosrchunk V. V., *Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels*, International Journal of Plasticity, V. 16, pp. 749-767, 2000.

Mészáros I. and Prohászka J., *Magnetic investigation of the effect of α' martensite on the properties of austenitic stainless steel*, Journal of Materials Processing Technology, V. 161, pp. 162-168, 2005.

Mierzac L., Jiles D. C., Fellow, IEEE, and G. Fantoni, *A New Method for Evaluation of Mechanical Stress Using the Reciprocal Amplitude of Magnetic Barkhausen Noise*, IEEE Transactions on Magnetics, V. 47, N° 2, pp. 459-465, february 2001.

Mitra A., Srivastava P. K., Bhattacharya D. K., and Jiles D.C., *Ferromagnetic Properties of Deformation-Induced Martensite Transformation in AISI 304 Stainless Steel*, Metallurgical and Materials Transactions A., V. 35A, pp. 599-605, february 2004.

De Moraes V. L., *Estudo Comparativo da Deformação a Frio e da Resistência à Corrosão Nos Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI 201 e AISI 304*, Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia, São Paulo 2010.

Mumtaz K., Takahashi S., Echigoya J., Kamada Y., Zhang L. F., Kikuchi H., Ara K., Sato M., *Magnetic measurements of martensitic transformation in austenitic stainless steel after room temperature rolling*, Journal of Materials Science, V. 39, pp. 85– 97, 2004.

Neyra Astudillo M. R., Núñez N. M., Ruzzante J., Gómez M., Ferrari G., Rodrigues Padovese L., López Pumarega M. I., *Correlation between Martensitic Phase Transformation and Magnetic Barkhausen Noise AISI 304 Steel*, Procedia Materials Science, 2015.

Neyra Astudillo M. R., Núñez N. M., Ruzzante J., Gómez M., Ferrari G., Rodrigues Padovese L., López Pumarega M. I., *Comportamiento magnético del acero AISI 304 en ensayos de tracción uniaxial*, aprobado para su publicación en la Revista Materia, V. 23, Nº 2, junio 2018.

Neyra Astudillo M. R., Núñez N., López Pumarega M. I., Ruzzante J., Gómez M., Ferrari G., Rodrigues Padovese L., *Análisis de Ruido Magnético Barkhausen en acero AISI 304*, 28th internacional congreso of Condition Monitoring and Diagnostic Engineering X Congreso Regional de Ensayos No Destructivos y Estructurales, ISBN: 978-987-23957-6, 1-4 de diciembre 2015.

O'Sullivan D., Cotterell M., Meszaros I., *The characterisation of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques*, NDT&E International, V. 37, pp. 265–269, 2004.

Oyarzábal M., Gurruchaga K., De Guerenú Martínez A. and Gutiérrez I., *Sensitivity of Conventional and Non-destructive Characterization Techniques to Recovery and Recrystallization*, ISIJ International, V. 47, Nº 10, pp. 1458–1464, 2007.

Proakis J., Manolakis D., *Tratamiento digital de señales* (4ta. Edición), Ed. Pearson., Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2007.

Stefanita C. G., *From Bulk to Nano. The Many Sides of Magnetism*, Springer Series in Materials Science, 2008.

Stupakov O., Melikhov Y., *Influence of magnetizing and filtering frequencies on Barkhausen noise response*, IEEE Transactions on Magnetism, V. 50, Nº 4, 2014.

Tavares S. S. M., Da Silva M.R., Neto J.M., Miraglia S., and Fruchart D., *Ferromagnetic properties of cold rolled AISI 304L steel*, Journal. Magnetic Material, V. 242–245, pp. 1391. 2002.

Ümit Akçaoğlu F., Hakan Gür C., *Monitoring Magnetic Anisotropy Variations in Cold Rolled Steels by Magnetic Barkhausen Noise Method*, 11th European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT 2014), October 6-10, 2014, Prague, Czech Republic.

Vicente Alvarez M. A., Malamud F., Moya Rizzo A., Wilberger D., Informe Técnico, *Determinación de la textura cristalográfica de muestras de acero por difracción de rayos X*, Gerencia de Área Energía Nuclear Unidad de Actividad de Energía Nuclear, 2015.

8. Conclusiones generales

Empleando las técnicas de RMB y EMA, se estudió un conjunto de aceros ferromagnéticos, encontrándose claras vinculaciones de ambos metodos con los diversos resultados provistos por la caracterización metalográfica realizada en todos ellos. Para ello, se diseñó el sistema completo de RMB y EMA que permitiera poder ser aplicado en el desarrollo todos los ensayos programados. Como fuente de excitación magnética se emplearon tres dispositivos contruidos especialmente: dos yugos de diferente tamaño y un solenoide. Estos sistemas permitieron realizar estudios de anisotropía magnética en los aceros estudiados y monitorizar en línea ensayos de tracción uniaxiales.

En la muestra del acero de recipiente de presión, los ensayos de RMB y EMA mostraron una orientación de la anisotropía magnética diferente de la indicada en el proceso de forjado. Esa misma orientación fue corroborada mediante la manifestación visual de la disposición de los sulfuros de manganeso y con la determinación de la textura cristalográfica. Así se pudo identificar y reconocer la dirección real del flujo plástico durante el proceso de forjado para la fabricación del material.

Las placas de los aceros inoxidables ferríticos, laminadas y recocidas, mostraron en el análisis microestructural granos equiaxiales, no observándose granos alargados en el sentido de la laminación. Sin embargo, el RMB detectó el eje de fácil magnetización en la dirección de laminación, en 3 de las 5 muestras estudiadas, en las otras dos hubo una rotación de 90° en los resultados. El análisis de la textura cristalográfica, mostró que las imágenes de esas dos muestras eran bastante similares entre sí, pero ligeramente diferentes del resto.

Se cortaron probetas normalizadas, en el sentido de laminación y transversal, para realizar ensayos de tracción uniaxial. Mediante el análisis del RMB en las probetas deformadas, se observó que la anisotropía magnética inducida en el proceso, coincidía con la dirección de tracción. En general, el RMB aumentaba a medida que se incrementaba la deformación. Sin embargo, la probeta del material con menor tamaño de grano, tuvo un comportamiento diferente. Si bien las máximas deformaciones alcanzadas, se encontraban próximas a la zona de fluencia (zona de deformación no homogénea), se comprobó la sensibilidad del RMB con la deformación. Con la EMA sí se verificó un comportamiento sistemático, siempre se observó la disminución de su amplitud, al aumentar la deformación. Se mostró que la separación de los dos picos en las señales de EMA, disminuía al aumentar la deformación. Estos picos fueron explicados mediante el proceso de nucleación y aniquilación de los dominios magnéticos.

Se estudió con RMB en línea, la transformación de fase austenita-martensita en el AISI 304, mediante ensayos de tracción uniaxial. Se concluyó que el corte de las probetas (0° y 90°) influye fuertemente en la cantidad de fase martensita producida. Se comprobó el aumento progresivo del RMB con el aumento de la deformación, verificándose el incremento de la fracción volumétrica de la martensita (ferrideltímetro) y el análisis de textura cristalográfica. Así el método de RMB resultó una técnica eficaz para la evaluación del inicio y de la evolución de la transformación de fase austenita-martensita.

De todos los parámetros estadísticos estudiados en las señales de RMB y EMA, los que mostraron ser más representativos de los fenómenos analizados fueron: el valor RMS, el valor Máximo y la energía.

9. Trabajos futuros

A continuación se mencionan algunos trabajos que podrían realizarse en el futuro, como consecuencia de los resultados obtenidos en esta Tesis.

- a) Desarrollar un sistema propio de medición de ciclo de histéresis.
- b) Desarrollar un equipo de medición del campo magnético en el rango apropiado de trabajo del RMB, para usarse conjuntamente con el yugo o solenoide excitador.
- c) Irradiar con neutrones en el Reactor RA-1 del CAC, una pequeña probeta del Material 1 disponible. Planificar ensayos de RMB y EMA, luego del necesario decaimiento radiactivo, para estudiar los efectos de la irradiación neutrónica.
- d) Implementar la incorporación del sistema de EMA, en línea, durante los ensayos de tracción uniaxial, minimizando la influencia de los ruidos electromagnéticos.
- e) Realizar los ensayos de tracción uniaxial que aún restan en los aceros inoxidables ferríticos: AISI 439, 444, monitorizados con RMB y EMA, cubriendo toda la curva de tensión-deformación.
- f) Como parte de un futuro Proyecto de Investigación con la Universidad Federal Fluminense, Brasil, realizar ensayos de tracción uniaxial en "línea", monitorizados con RMB y EMA, en probetas de acero AISI 321, estudiando el cambio de fase austenita-martensita.