

Universidad Nacional de Rosario
Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura
Escuela de Posgrado y Educación Continua



Tesis Doctoral

Desarrollo de aceros de alto manganeso para la industria automotriz

Ing. María Florencia Sklate Boja

Directora: Dra. Ing. Ana Velia Druker

Miembros del Jurado: Dra. Silvina Hereñú
Dr. Carlos Cicutti
Dr. Alberto Baruj

Tesis presentada en la Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura, en cumplimiento parcial de los requisitos para optar al título de:

Doctora en Ingeniería

Marzo de 2023

Certifico que el trabajo incluido en esta tesis es el resultado de tareas de investigación originales y que no ha sido presentado para optar a un título de postgrado en ninguna otra Universidad o Institución.



María Florencia Sklate Boja
35462553

Agradecimientos

Esta tesis sintetiza el trabajo llevado a cabo durante 5 años y fue gracias al aporte, dedicación y esfuerzo de muchas personas que compartieron conmigo este tiempo. No hubiese podido ser posible sin ellos. Por esto me gustaría agradecer a las personas que me acompañaron y colaboraron conmigo en estos años. Particularmente, a Ana Druker por la inspiración brindada desde hace mucho tiempo, en la materia *Ciencia de los Materiales*, donde nos mostró con mucho entusiasmo un poco del fascinante mundo de los materiales y de la investigación; por abrirme las puertas del IFIR y presentarme al hermoso grupo de trabajo, y por tomar la dirección de mi tesis en momentos de incertidumbre. Además, por guiarme todos estos años con tanta dedicación, esmero y entusiasmo. Ana fue para mí una referencia como docente, profesional y como mujer en el mundo de la ingeniería.

Luego me gustaría agradecer a todo el equipo de *Shape Memory*, por su calidez humana y apoyo constante. Particularmente a Jorge Malarria por abrirme las puertas del grupo, a Mauro Martin y Marcio Raposo por introducirme a los aceros TRIP/TWIP y acompañarme en mis primeros pasos en el doctorado. Al resto de los investigadores del IFIR que me acompañaron aportando sus conocimientos con mucha generosidad: Mike Stout, Javier Signorelli y Raúl Bolmaro. Al personal de apoyo por trabajar codo a codo en muchas de las tareas realizadas.

A la FCEIA-UNR por brindarme las herramientas para llegar a esta instancia. A la cátedra de introducción a la ingeniería mecánica, a Guille, por recibirme y acompañarme desde mis primeros pasos en la docencia universitaria.

A mis compañeros, mis amigos, *los Troupies*, quienes me acompañaron día a día, en cada reunión, cada almuerzo, cada salida, e hicieron que la cotidianeidad sea un placer, con las risas, los debates y las reflexiones compartidas que resultaron invaluable. Además, a todos aquellos que pasaron por la 120 y dejaron su impronta. A Bruno y al Tecla por la escucha y el apoyo cotidiano; a Tane, a Jose y a Luli por cada sidrita compartida que albergo una charla y una motivación, a Lu Imhoff y al Tucho a quienes adoro y admiro profundamente desde siempre.

Finalmente, a quienes me sostuvieron desde afuera: a mi familia, a mis amigos y a Lucho, por su apoyo y cariño incondicional, ellos fueron pilares fundamentales en mi vida. Especialmente, a mi mamá y a Mario por ser mis fans y mi ejemplo; a Anita por el cariño que sigue intacto con un océano de por medio; a Manu, mi hermano y *mi único héroe en este lío...*

Resumen

Los aceros TWIP (plasticidad inducida por maclado) de alto contenido de manganeso resultan de gran interés para la industria automotriz debido a sus excelentes propiedades mecánicas: resistencia mecánica de 1 GPa y deformación total mayor al 50 %. Su elevada resistencia permite utilizar chapas de menores espesores y, por ende, reducir el peso total del chasis de los vehículos. Sumado a esto, su gran capacidad de deformación permite aumentar la conformabilidad de las chapas, y fabricar piezas que requieran embutidos profundos. Además, su alto potencial para absorber energía frente a un impacto, mejora la seguridad pasiva de los vehículos.

En este trabajo elaboramos un acero TWIP del cual seleccionamos la composición química y los procesamiento termomecánicos que potencian sus propiedades mecánicas, y garantizan la estabilidad del flujo plástico durante la deformación. Concretamente, establecimos datos tecnológicos de procesamiento que facilitan la producción y uso del acero TWIP Fe-22Mn-0.6C-1.5Al. Las mejores propiedades mecánicas se obtuvieron en las chapas laminadas a temperatura ambiente y a 600 °C seguido de recocidos a 750 °C y 850 °C, respectivamente.

Analizamos el efecto de las diferentes condiciones de procesamiento del material, mediante microscopía óptica y electrónica de transmisión, y difracción de rayos X. Esto permitió relacionar las microestructuras y las texturas cristalográficas desarrolladas en cada etapa de procesamiento con sus propiedades mecánicas. En los dos casos mencionados, el material presentó una estructura austenítica antes y después de la deformación, y el mecanismo principal de deformación fue el maclado junto con el deslizamiento de dislocaciones. No obstante, la cantidad de defectos y las texturas cristalográficas desarrolladas fueron diferentes. Para el caso laminado a temperatura ambiente, la textura fue la típica de laminación de materiales de baja energía de falla de apilamiento (SFE), mientras que la chapa laminada a 600 °C desarrolló una textura con componentes típicos de los materiales de media/alta SFE. Además, la cantidad de maclas presentes luego del laminado a temperatura ambiente fue sustancialmente mayor que luego del laminado a 600 °C. En consecuencia, y a pesar de su textura favorable al maclado, las chapas laminadas a temperatura ambiente tuvieron una menor disposición para maclar en el período de deformación plástica, reduciendo así su capacidad de endurecimiento. En cambio, al inhibirse el maclado durante la laminación a 600 °C, se genera en los granos austeníticos una alta densidad de fallas de apilamiento extrínsecas para activar el maclado por deformación durante los ensayos de tracción.

En conclusión, hemos seleccionado la composición química e identificado los tratamientos termomecánicos más adecuados, logramos modificar las texturas cristalográficas desarrolladas y comprender el mecanismo por el cual se inhibe o fomenta la formación de maclas mecánicas en cada etapa del procesamiento. Estas maclas son responsables de la reducción gradual del camino medio de las dislocaciones mientras el material se deforma y de su extraordinario endurecimiento.

Abstract

High manganese TWIP (twinning-induced plasticity) steels are of great interest to the automotive industry due to their excellent mechanical properties: an ultimate-tensile strength of 1 GPa; and a total elongation of more than 50%. Their high strength makes it possible to use thinner sheets and thus reduce the overall weight of the vehicle chassis. In addition, the high deformation capacity of these steels corresponds to increased formability, which makes it possible to manufacture parts that require deep drawing. Plus, TWIP steel's great potential to absorb energy in the event of an impact improves the passive safety of vehicles.

In this work, by tailoring the chemical composition and thermomechanical processing, we produced a TWIP steel with enhanced mechanical properties that guarantee plastic-flow stability during deformation. Specifically, we measured and catalogued technological processing data that facilitate the production and use of an Fe-22Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel. The best mechanical properties were obtained for sheets rolled at room temperature and at 600 °C followed by anneals at 750 °C and 850 °C, respectively.

We analyzed the microstructures that resulted from these different thermo-mechanical processes using optical and transmission-electron microscopy (TEM) and X-ray diffraction. This allowed us to relate the microstructures and crystallographic textures developed at each processing stage to the steel's mechanical properties. For both of the rolling and annealing treatments, an austenitic structure resulted before and after deformation, and the main deformation mechanisms were twinning together with dislocation glide. However, the number of defects and the crystallographic textures that developed were different. The room-temperature rolling and 750 °C anneal developed the typical, low stacking-fault energy (SFE), FCC, rolling texture, which is favorable for twinning. However, the texture developed by the second process has components typical of medium/high SFE metals. Furthermore, the number of twins present after rolling at room temperature was substantially higher than after rolling at 600 °C. Consequently, and despite their favorable texture for twinning, the room temperature rolled sheets had a limited ability to continue twinning during subsequent plastic tensile deformation. Because of this reduced ability to twin, the room-temperature rolled sheets exhibited reduced strain hardening during tensile tests. Although twin formation was inhibited during rolling at 600 °C, a high number of extrinsic stacking faults developed, which were available as nucleation sites, thus increasing the deformation twinning during tensile tests.

In conclusion, we selected an optimal chemical composition and identified the most appropriate thermomechanical treatments, in order to enhance mechanical properties, for an Fe-Mn TWIP steel. Also, through thermo-mechanical processing we were able to develop specific crystallographic textures and inhibit or promote the formation of mechanical twins at each stage of rolling, annealing and subsequent tensile deformation. These twins are responsible for the gradual reduction of the mean free path for dislocation glide and thus result in extraordinary hardening.

Índice

1. Introducción	15
1.1. Aceros de alto contenido de Manganeso	15
1.2. Aceros de avanzados de alta resistencia.....	16
1.3. Aplicación en la industria automotriz.....	17
1.4. Objetivos de la tesis	20
1.4.1. Objetivo General.....	20
1.4.2. Objetivos Específicos.....	20
1.5. Metodología aplicada	21
1.6. Estructura de la tesis	21
1.7. Publicaciones relacionadas con la tesis	22
Revistas internacionales con referato	22
Congresos internacionales.....	22
Congresos Nacionales	22
Referencias.....	23
2. Marco teórico y antecedentes bibliográficos	25
2.1. Aleaciones Fe-Mn-x.....	25
2.2. Maclado mecánico	27
2.3. Mecanismos de deformación y energía de falla de apilamiento.....	28
2.4. Propiedades mecánicas	30
2.4.1. Propiedades de tensión, deformación y fluencia.....	30
2.4.2. Variables que influyen en el mecanismo de deformación y en las propiedades mecánicas.....	32
a) Composición química.....	32
b) Temperatura	35
c) Velocidad de deformación	35
d) Tamaño de grano.....	37
2.4.3. Propiedades de conformado.....	38
2.4.4. Propiedades de impacto	41
2.4.5. Fractura	41
2.5. Endurecimiento por deformación en aceros TWIP.....	42
2.6. Texturas cristalográficas	44
Figura de polos	45
Figura de polo inversa	45
Espacio de Euler	46
2.6.1. Textura en función de la energía de falla de apilamiento.....	47
2.6.2. Evolución de las texturas en un acero TWIP	48
2.6.2.1. Luego del laminado.....	48
2.6.2.2. Luego de la recristalización	49
2.6.2.3. Luego de la deformación uniaxial.....	50
Referencias.....	53
3. Procedimientos Experimentales	57
3.1. Proceso de producción de aleaciones	57

3.1.1.	Preparación de la materia prima	57
3.1.2.	Diseño y preparación del molde	58
3.1.3.	Procedimiento de colada	59
3.1.4.	Recocido de homogenización en atmósfera controlada.	60
	Encapsulado.....	60
	En horno con flujo de argón	61
3.2.	Análisis de la composición química.....	62
3.3.	Tratamientos termomecánicos: laminados y recocidos	62
3.3.1.	Laminados.....	63
3.3.2.	Tratamientos térmicos.....	63
3.4.	Ensayo de tracción	65
3.4.1.	Preparación de probetas para ensayos de tracción	65
3.4.2.	Ensayos de tracción uniaxial.....	66
3.5.	Ensayos de dureza	67
	Microdureza Vickers	67
	Dureza HRB y HRA	67
3.6.	Caracterización microestructural.....	67
3.6.1.	Microscopía óptica.....	67
	Preparación de muestras	68
3.6.2.	Microscopía electrónica de transmisión (TEM)	69
3.6.3.	Difracción de rayos X	70
	Preparación de muestras	72
	Procedimiento general:	72
	Método de refinamiento estructural: Rietveld.	73
3.7.	Medición de texturas	74
	Referencias	75
4.	<i>Definición de la composición química, proceso de manufactura y propiedades mecánicas.....</i>	76
4.1.	Definición de la composición química de la aleación.....	76
4.1.1.	Cálculo de energía de falla de apilamiento	77
4.2.	Tratamientos termomecánicos.....	81
4.3.	Propiedades mecánicas.....	82
4.3.1.	Ensayos de tracción	82
4.3.1.1.	Laminado en frío.....	82
4.3.1.2.	Laminado a 600 °C.....	82
4.3.1.3.	Laminado a 800 °C.....	83
4.3.1.4.	Laminado a 1000 °C.....	84
4.3.2.	Análisis de las propiedades mecánicas	85
4.3.3.	Endurecimiento por deformación.....	87
	Referencias.....	89
5.	<i>Caracterización microestructural del material mediante microscopía.....</i>	91
5.1.	Estructuras de defectos desarrolladas en los aceros TWIP	91
5.2.	Microestructura de la aleación antes de los tratamientos termomecánicos	93

5.3. Influencia de los tratamientos termomecánicos en la microestructura.....	93
5.3.1. Muestras laminadas en frío (LF)	94
a) LF-0	94
b) LF-650	96
c) LF-750	97
5.3.2. Muestras laminadas a 600 °C (L6)	98
d) L6-0	98
e) L6-750.....	100
f) L6-850.....	101
5.3.3. Muestras laminadas a 1000 °C (L10)	103
g) L10-0	103
h) L10-1000.....	104
5.4. Análisis.....	106
Referencias.....	111
6. Caracterización microestructural mediante Difracción de Rayos X.....	113
6.1. Análisis de los difractogramas	113
6.1.1. Ajuste por Rietveld	114
6.1.2. Cálculo de la densidad de dislocaciones	118
6.2. Análisis de texturas cristalográficas	120
6.2.1. Laminado a temperatura ambiente con recocido a 750 °C (LF-750).....	120
6.2.2. Laminado a 600 °C con recocido a 850 °C (L6-850).....	122
6.2.3. Evolución de las texturas cristalográficas durante la deformación por tracción	126
6.2.4. Análisis	126
Referencias.....	128
6. Conclusiones y perspectivas futuras	130
6.1. Conclusiones.....	130
6.2. Perspectivas futuras	132

Índice de figuras

Figura 1.1: Las aleaciones Fe-Mn tienen múltiples y potenciales aplicaciones. Para ello, se estudian la correlación entre sus propiedades y sus microestructuras. [2]	15
Figura 1.2: Deformación total a rotura vs resistencia ingenieril a tracción (UTS) de diferentes grupos de aceros de alta resistencia [2]	17
Figura 1.3: Aumento del peso de vehículos medianos de pasajeros en la Unión Europea. El peso se incrementó cerca de un 90 % en el período entre 1970-2010 [21]	17
Figura 1.4: Estructura del chasis de un Volvo XC60 [22]	18
Figura 1.5: El potencial de reducción de peso de varios materiales de alta resistencia en la fabricación de carrocerías [23].	19
Figura 1.6: Potenciales aplicaciones de aceros TWIP en carrocerías (BIW) y piezas de chasis de automóviles [24].	19
Figura 1.7: Aplicación de un acero TWIP en una viga de un parachoques del Fiat Nuova Panda [25].	20
Figura 2.1: Diagrama de fases Fe-Mn [1]	25
Figura 2.2: Micrografías de aceros con diferentes contenidos de manganeso a temperatura ambiente [1].	26
Figura 2.3: a) Diagramas de fase en equilibrio Fe-Mn-C a 700 °C mostrando el rango de estabilidad de la austenita en gris, b) Superposición del rango de estabilidad de la austenita a 700 °C con el diagrama de fases a temperatura ambiente luego de un templado desde 950 °C [1].	26
Figura 2.4: Secuencia de apilamiento para (a) FCC, (b) una falla de apilamiento intrínseca, (c) una falla de apilamiento extrínseca. Orden de apilamiento en HCP y en FCC [4].	27
Figura 2.5: Ilustración del efecto Hall-Petch dinámico [1]	28
Figura 2.6: Mecanismo de deformación en función de la SFE [1].	29
Figura 2.7: Aproximación termodinámicas para aleaciones Fe-Mn-C realizadas por: a) Allain et al. para aceros Fe-Mn-C, b) Saeed-Akbari et al., c) Nakano-Jacques y d) Saeed-Akbari et al. para aleaciones con agregado de 1,5%Al [6]	29
Figura 2.8: Rango típicos de propiedades mecánicas en aceros TWIP [1].	30
Figura 2.9: Gráficos tensión-deformación para aceros TWIP con tamaño de grano de 20 a 40 μm , con diferentes contenidos de C y Mn [12].	31
Figura 2.10: Límite elástico vs deformación total de dos aceros TWIP sometidos a diferentes condiciones de laminación y recocidos [12].	32
Figura 2.11: Variación de la SFE en función de la temperatura y el porcentaje de Mn para aceros con 1% Al y 10% Al. [22]	33
Figura 2.12: a) Curvas tensión-deformación ingenieriles a una velocidad de 10^{-3} s ⁻¹ para aceros TWIP con diferentes cantidades de aluminio, (b) Curvas tensión-deformación reales para los mismos aceros junto con su variación en el endurecimiento por deformación [29]	34
Figura 2.13: Influencia de la temperatura en la energía de falla de apilamiento para diferentes aceros TWIP [35].	35
Figura 2.14: Valores de tensión de fluencia (YS) y resistencia máxima ingenieril (UTS) para diferentes aceros TWIP en función de la velocidad de deformación; m es el factor de sensibilidad a la velocidad de deformación [34].	36
Figura 2.15: (a) Difractogramas de un acero TWIP antes de la deformación y luego de ser deformado a diferentes velocidades. (b) Diagrama tensión-deformación para diferentes velocidades de deformación junto con sus respectivas derivadas (endurecimientos por deformación) [37]	37
Figura 2.16: Variación de la SFE con el incremento del tamaño de grano y del porcentaje de Mn. Para (a) 1% Al y (b) 10 %Al [22]	38

Figura 2.17: Curvas tensión-deformación experimentales y simuladas para un acero Fe-22Mn-0,6C con diferentes tamaños de granos [12].	39
Figura 2.18: a) Altura máxima luego de la rotura en un estampado en cruz que combina embutido profundo, deformación plana y expansión en caminos de deformación; b) Altura máxima alcanzada en el ensayo de acopado [40].	40
Figura 2.19: Prototipo de parte estructural de un automóvil estampado en frío [12]	40
Figura 2.20: FLC de un acero TWIP comparado con un acero TRIP y otro de alta calidad de embutido profundo como el DC06 [12].	41
Figura 2.21: Comparación cuantitativa de la capacidad de absorber energía de diferentes aceros de alta resistencia usados en automóviles, obtenidas en ensayos uniaxiales de impacto [6].	41
Figura 2.22: Superficie de fractura de un acero Fe-18%Mn-0.6%C-1.5%Al TWIP luego de una deformación por tracción. Los hoyuelos observados son indicativos de la fractura dúctil por coalescencia de micro huecos [6].	42
Figura 2.23: Efecto de la fractura retardada para aceros embutidos de diferentes composiciones químicas [42].	42
Figura 2.24: a) Endurecimiento por deformación de un acero TWIP, mostrando diferentes etapas durante la deformación. En la última etapa se presenta el envejecimiento dinámico (DSA) propio de los aceros TWIP. b) Detalle de las etapas iniciales del endurecimiento por deformación [6].	43
Figura 2.25: a) material aleatoriamente orientado. b) material orientado, con textura.	44
Figura 2.26: Macrotextura y microtextura. Técnicas utilizadas para estudiar un material.	45
Figura 2.27: Concepto de formación de figuras de polos [46].	45
Figura 2.28: Figuras de polo inversas representada en escala de colores [45].	46
Figura 2.29: Espacio de Euler, definición del espacio a través de la rotación en los ángulos de precesión, nutación y spin [45].	47
Figura 2.30: Espacio de Euler. Fibras cristalográficas más importantes [45].	47
Figura 2.31: (a) Componentes de orientación (123) en el espacio de Euler reducido. (b) Mismas componentes de (a) graficadas con líneas de isointensidad en la sección φ_2 del espacio de Euler.	47
Figura 2.32: Evolución de la textura durante el laminado para aceros FCC en función de su SFE.[1]	48
Figura 2.33: (a) Evolución de la ODF durante el laminado en frío para un acero Fe-22Mn-0,6C-0,08N TWIP. (b) Evolución de la fracción de volumen de las texturas principales presentes en (a) [48].	49
Figura 2.34: Secciones de la ODF $\varphi_2=45^\circ$ (a) componentes principales, (b) luego de 50% de laminado en frío, (c) 600 °C – 120s, (d) 625 °C – 120 s, (e) 650 °C – 120s, (f) 700 °C – 120s. Las líneas de contorno indican la multiplicidad de ocurrencia comparada con la distribución uniforme.	50
Figura 2.35: Fracción de volumen de los componentes de textura de un acero TRIP luego del laminado en frío (barras negras), y luego de la recrystalización a 560 °C (barras azules) y a 700 °C (barras rojas) [49].	51
Figura 2.36: Análisis de EBSD in situ para deformaciones en el rango de 0.0 a 0.3, a) evolución de la figura de polo inversa del material, b) Imágenes de calidad con contraste de la misma región, c) figuras de polos tomadas a diferentes deformaciones.	51
Figura 2.37: Análisis de orientación de granos en un acero Fe-Mn-Al-C TWIP a 50% de deformación ingenieril. Se muestra la diferencia de orientación entre granos sin maclas, con una cantidad moderada de maclas y con gran cantidad de maclas [1].	52
Figura 3.1: Balance de masa de la cantidad necesaria de cada material para realizar la colada de un acero de composición Fe-22Mn-0.6C-1.5Al.	58
Figura 3.2: Plano de una de las mitades del molde [1]	58
Figura 3.3: Fotos de la lingotera metálica con su respectivo embudo. Su interior está pintado, listo para realizar la colada.	59

Figura 3.4: a) Material colado, se observó un burbujeo típico de las coladas metálicas. b) Lingotes obtenidos de acero Fe-22Mn-0.6C-1.5Al. Entre los lingotes se observa el material solidificado en el canal de colada y el embudo. _____ 60

Figura 3.5: Equipo de electroerosión ACTSPARK SP1 con control CNC _____ 61

Figura 3.6: Caja de acero inoxidable construida a medida para realizar tratamientos térmicos con atmósfera controlada _____ 61

Figura 3.7: Esquema del procesamiento termomecánico para elaborar las chapas de acero TWIP. _____ 62

Figura 3.8: Laminadora de rodillos presente en el IFIR. _____ 63

Figura 3.9: Horno Nabertherm con controlador presente en el IFIR. _____ 65

Figura 3.10: a) Probeta adaptada según normas ASTM E8M, y b) diseño de electrodo de cobre para maquinado por electroerosión. _____ 65

Figura 3.11: Indentas realizadas en las probetas de tracción para medir la deformación total, luego del ensayo a rotura. _____ 66

Figura 3.12: Máquina de ensayos de tracción universal INSTRON 3382 perteneciente al IFIR. _____ 66

Figura 3.13: Principios del contraste de interferencia diferencial de Nomarski [2] _____ 68

Figura 3.14: Esquema de funcionamiento de un microscopio electrónico de transmisión [7]. _____ 69

Figura 3.15: Microscopio STEM JEOL JEM-2100 Plus. _____ 70

Figura 3.16: Ley de Bragg: esquema de interferencia constructiva [8] _____ 71

Figura 3.17: Ubicación angular (2θ) de los picos característicos de las fases BCC, FCC y HCP del hierro. _____ 71

Figura 3.18: a) Difractómetro Phillip Xpert Pro con cabezal para medir texturas b) Difractómetro PANalytical Empyrean. _____ 72

Figura 3.19: Ejemplo de acero TWIP refinamiento de Rietveld realizado con el programa MAUD. _____ 73

Figura 3.20: Medición de textura y procesamiento mediante el programa Mtex. A la izquierda se observan las figuras de polo de los planos (220), (111) y (200) de una estructura FCC. _____ 74

Figura 4.1: Gráficas de los valores de SFE en función del contenido de aluminio para: a) aleaciones Fe-22Mn-0.6C-(x)Al, b) Fe-18Mn-(x)Al _____ 80

Figura 4.2: a) Curvas tensión-deformación ingenieriles de probetas tomadas de chapas Fe-18Mn-0.6C-1.5Al laminadas en frío y recocidas a distintas temperaturas; b) límite elástico en función de las temperaturas de recocido aplicadas a chapas del mismo material laminadas en frío a distintos porcentajes de reducción [25]. _____ 81

Figura 4.3: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas: a 20°C, sin recocido (LF-0), con recocidos a 550 °C (LF-550), 650 °C (LF-650) y 750 °C (LF-750). _____ 82

Figura 4.4: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas a 600 °C, sin recocido (L6-0), con recocidos a 600 °C (L6-600), 700 °C (L6-700), 750 °C (L6-750) y 850 °C (L6-850). _____ 83

Figura 4.5: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas a 800 °C, sin recocido (L8-0), con recocidos a 600 °C (L8-600) y 700 °C (L8-700). _____ 83

Figura 4.6: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas a 1000 °C, sin recocido (L10-0), y con recocidos a 1000 °C (L10-1000). _____ 84

Figura 4.7: Deformación real total, Resistencia máxima real y límite elástico para las distintas condiciones de laminado, en función de la temperatura de recocido aplicada _____ 92

Figura 5.1: a) Microestructura OM de la muestra colada y homogeneizada a 1100 °C durante 4 horas. b) Imagen TEM de la misma, que muestra una matriz austenítica indexada en el SAEDP tomada a lo largo del eje de la zona [112] _____ 93

Figura 5.2: Imágenes de micrografía óptica de las muestras a) LF-0, b) L6-0, c) L10-0, d) LF-750, e) L6-850 y f) L10-1000 antes de traccionar. _____ 94

Figura 5.3: Microestructura de la aleación tal cual laminada a 20 °C (LF-0). a) imagen TEM de campo claro mostrando bandas de dislocaciones (D) y maclas (T) en la matriz austenítica. b) imagen de campo oscuro tomada del spot [200] en el patrón de difracción de área selecta (SAEDP) inserto; eje de zona [110] y _____95

Figura 5.4: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C, traccionada hasta rotura (LF-0-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando bandas de dislocaciones (D), fallas de apilamiento (SF) y maclas (T) en la matriz austenítica. b) con mayor magnificación, en la imagen de campo claro se observan maclas orientadas en (111)[112]. _____95

Figura 5.5: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C con recocido posterior a 650 °C (LF-650). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas mecánicas orientadas en (111)[112] en la matriz austenítica. b) imagen de campo claro con mayor magnificación que permite determinar el espesor de las maclas. _____96

Figura 5.6: Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación laminada a 20 °C, recocida a 650 °C, y luego traccionada hasta rotura (LF-650-T). Se observan paredes densas de dislocaciones (DDW) y maclas mecánicas (T) en la matriz austenítica. _____96

Figura 5.7: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C y recocida a 750 °C (LF-750). a) imagen TEM de campo claro de baja magnificación mostrando granos pequeños poligonales con una macla de recocido; b) imagen de campo claro con mayor magnificación de la zona marcada por el círculo amarillo, el patrón de difracción de área selecta (SAEDP) indexado indica que la macla de recocido está orientada en (111)[112]; c) imagen de campo claro tomada con mayor magnificación de la zona marcada por el círculo rojo junto con el SAEDP indexado, mostrando paredes de dislocaciones orientadas en (111)[110]; d) mayor magnificación para mostrar maclas de unos pocos nanómetros en (111)[112]. Eje de zona [001] _____97

Figura 5.8: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C con recocido posterior a 750 °C traccionada hasta rotura (LF-750-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones y maclas (T) orientadas en (111)[112] en la matriz austenítica según el SAEDP inserto; eje de zona [110] y; b) imagen de campo oscuro tomada del spot [111]. _____98

Figura 5.9: a) Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación tal cual laminada a 600 °C (L6-0) mostrando dos granos y el borde respectivo (GB); en el grano superior se observan bandas de dislocaciones (DB) orientadas en (111)[110], indexadas con el SAEDP mostrado en b); b) SAEDP correspondiente a la zona marcada por el círculo rojo (eje de zona [110] y); c) SAEDP correspondiente a la zona marcada por el círculo amarillo que incluye la difracción de ambos granos con el mismo eje de zona [110] y, rotados entre sí 24 grados. _____99

Figura 5.10: Microestructura de la aleación laminada a 600 °C y traccionada hasta rotura (L6-0-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas (T) orientadas en (111)[112] en la matriz austenítica con el SAEDP mostrado en d); b) imagen de campo oscuro tomada del spot [111]; c) imagen con mayor magnificación mostrando las nanomaclas; d) SAEDP indexado; eje de zona [110] y _____99

Figura 5.11: Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación laminada a 600 °C y recocida a 750 °C (L6-750) mostrando bandas de dislocaciones (DB) orientadas en (111)[110]. _____100

Figura 5.12: Microestructura de la aleación laminada a 600 °C y recocida a 750 °C, traccionada hasta rotura (L6-750-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas (T) orientadas en (111)[112] en la matriz austenítica. b) imagen de campo oscuro tomada del spot [200] para apreciar las maclas, el SAEDP está inserto en la figura; eje de zona [110] _____100

Figura 5.13: Microestructura de la aleación laminada a 600 °C y recocida a 850 °C (L6-850). a) imagen TEM de baja magnificación, se observan unas pocas dislocaciones (D) y una macla de recocido incompleta (T) en la matriz austenítica; b) imagen con mayor magnificación de la macla de recocido orientada en (111)[112] con el SAEDP inserto; eje de zona [110]. _____101

Figura 5.14: Detalles de la microestructura de la chapa laminada a 600 °C y recocida a 850 °C (L6-850): a) bordes de granos (GB) escalonados, tipo cornisa, b) macla de recocido interactuando con dislocaciones, c) fallas de apilamiento (SF) y, d) una macla de recocido (T) de esquina orientada en (111)[112], eje de zona [110] y. _____102

Figura 5.15: Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación laminada a 600 °C con recocido posterior a 850 °C, traccionada hasta rotura (L6-850-T), mostrando dislocaciones (D) y, fallas de apilamiento (SF) y maclas mecánicas (T) orientadas en (111)[112] junto con el SAEDP inserto; eje de zona [110] y _____102

Figura 5.16: Microestructura de la aleación tal cual laminada a 1000 °C (L10-0). a) imagen TEM de baja magnificación con pocas dislocaciones (D) y una macla de recocido (T) en la matriz austenítica. b) Otra zona del mismo grano con una macla de recocido más fina orientada en (111)[112] con el SAEDP inserto; eje de zona [110]γ. c) imagen con mayor magnificación en un grano con dislocaciones formando marañas; d) SAEDP correspondiente a este grano; eje de zona [110]γ. _____103

Figura 5.17: Microestructura de la aleación tal cual laminada a 1000 °C, traccionada hasta rotura (L10-0-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando maclas de deformación orientadas en (111)[112] con SAEDP inserto; eje de zona [110]γ; b) imagen de otro grano sin presencia de maclas mecánicas, con muchas dislocaciones formando bandas y fallas de apilamiento (SF), como confirman los spots alargados del SAEDP inserto, eje de zona [110]γ _____104

Figura 5.18: Microestructura de la aleación laminada a 1000 °C con recocido posterior a 1000 °C (L10-1000). a) imagen TEM de baja magnificación con pocas dislocaciones en la matriz austenítica; b) SAEDP correspondiente a este grano, eje de zona [110]γ; c) Otra zona del mismo grano presenta maclas de recocido de dos tipos: de esquina e incompleta d) imagen con mayor magnificación mostrando dislocaciones disociadas (DD). _____105

Figura 5.19: Microestructura de la aleación laminada a 1000 °C con recocido posterior a 1000 °C, traccionada hasta rotura (L10-1000-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones formando bandas (DB) orientadas en (111)[110]; b) SAEDP correspondiente a este grano, eje de zona: [110]γ. c) imagen de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas (T) orientadas en (111)[112] en la matriz austenítica con el SAEDP inserto; eje de zona [110]γ. c) imagen de campo oscuro tomada del spot [111] mostrando maclas de deformación. _____105

Figura 5.20: a) Relación entre la distancia entre maclas medida experimentalmente y la tensión real de las probetas traccionadas hasta rotura; b) Tamaño de grano vs espesor de maclas medido experimentalmente en probetas traccionadas hasta rotura. _____109

Figura 6.1: Difractogramas normalizados de muestras correspondientes a las condiciones seleccionadas: a) Laminada en frío ; b) Laminada a 600 °C. _____114

Figura 6.2: Probabilidad de fallas de apilamiento intrínsecas, extrínsecas y probabilidad de maclas calculadas mediante al programa MAUD, para el acero TWIP laminado a 600 y 20 °C en distintas etapas del procesamiento. Los valores se expresan en cantidades de defecto cada 100 planos atómicos. _____117

Figura 6.3: Ancho de pico, microdeformación y tamaño de cristal para laminado a 600 °C (a, c, e) y para laminado a temperatura ambiente (b, d, f). _____118

Figura 6.4: Densidad de dislocaciones promedio calculada para cada orientación cristalográfica para: a) chapas laminadas en frío, b) chapas laminadas a 600 °C. _____119

Figura 6.5: Figuras de polo medidas en muestras de acero TWIP: a) después de laminado a 20°C, b) después de recocido a 750°C y c) después de tracción hasta 45% de deformación plástica. _____121

Figura 6.6: Figuras de polo inversa de muestras de acero TWIP: a) después de laminado a 20°C, b) después de recocido a 750°C y c) después de tracción hasta 45% de deformación plástica. _____122

Figura 6.7: a) Evolución de la fracción de volumen de varios componentes de texturas típicos de aceros FCC con el procesamiento aplicado: después del laminado en frío (LF-0), después de recocido a 750 °C (LF-750) y después de tracción hasta 45% de deformación plástica (LF-750-T), b) Evolución de la fracción de volumen de componentes de texturas cercanas a tipo cubo. Durante el laminado en frío, después de recocido a 750 °C, después de tracción hasta 45% de deformación plástica _____122

Figura 6.8: Figuras de polo medidas en muestras: a) laminada a 600 °C, b) después de recocido a 850°C y c) después de tracción hasta 50% de deformación plástica. _____124

Figura 6.9: Figuras de polo inverso de muestras a) luego de laminado a 600°C, b) recocido 850°C y c) tracción a rotura (50% de deformación plástica). _____125

Figura 6.10: a) Evolución de la fracción de volumen de varios componentes de texturas típicos de aceros FCC durante el laminado a 600 °C, después de recocido a 850 °C y después de tracción hasta 50% de deformación plástica, b) Evolución de la fracción de volumen de componentes de texturas cercanas a tipo cubo. Durante el laminado a 600 °C, después de recocido a 850 °C, después de tracción hasta 50% de deformación plástica. _____125

Índice de Tablas

<i>Tabla 2.1: Relación entre tamaño de grano y exceso de energía de Gibbs, donde ρ es la densidad molar de superficie relacionada con el parámetro de red del material [22].</i>	37
<i>Tabla 2.2: Composición química de diferentes aceros Fe-Mn comerciales [40].</i>	39
<i>Tabla 2.3: Propiedades mecánicas de diferentes aceros Fe-Mn comerciales: límite elástico (YS), tensión máxima (TS), tensión a la deformación total uniforme (TS a U. El), deformación total uniforme (U. El.) [40].</i>	39
<i>Tabla 2.4: Resumen de texturas características de aceros FCC con sus respectivos factores de Schmid máximo para maclado $\{111\}<112>$ y deslizamiento $\{111\}<110>$</i>	48
<i>Tabla 3.1 : Composición química, medida a través de análisis de emisión de espectroscopía óptica y absorción atómica.</i>	62
<i>Tabla 3.2: Resumen de probetas estudiadas: nombre, temperaturas de laminado y recocido, y porcentaje de deformación.</i>	64
<i>Tabla 3.3: Penetrador y carga para los ensayos de dureza HRB y HRA.</i>	67
<i>Tabla 3.4: Listado de reactivos y electrolitos utilizados para la preparación de muestras.</i>	68
<i>Tabla 4.1 Cálculos termodinámicos utilizados para la ecuación de SFE.</i>	78
<i>Tabla 4.2: Cálculos de la SFE según diferentes autores.</i>	79
<i>Tabla 4.3: Resultados de ensayos de tracción.</i>	84
<i>Tabla 5.1: Identificación de defectos observados a través de microscopía electrónica de transmisión.</i>	92
<i>Tabla 6.1: Valores de parámetro de celda, probabilidades de fallas de apilamiento intrínsecas y extrínsecas y de maclas, microdeformaciones y el ancho de pico a media altura (FWHM) para distintas reflexiones, e índice de calidad de ajuste (Rwp), calculados para el acero TWIP laminado a 20 °C y 600 °C en distintas etapas de proceso.</i>	116
<i>Tabla 6.2: Valores de ρ_D debida al tamaño de cristalita, ρ_S debida a las microtensiones y densidad de dislocaciones promedio ρ_{av} para distintas reflexiones, y densidad de dislocaciones ponderado según las intensidades relativas de las reflexiones, calculadas para el acero TWIP laminado a 600° y 20°C en distintas etapas de proceso.</i>	119

1. Introducción

1.1. Aceros de alto contenido de Manganeso

Los aceros de alto contenido de manganeso fueron ampliamente estudiados desde las investigaciones pioneras de Sir Robert Hadfield en 1888 [1] debido a sus excelentes propiedades mecánicas. Estas los posicionan en un lugar de gran interés para su aplicación en diversas industrias. En la actualidad, su estudio es primordial para fortalecer y potenciar sus propiedades mecánicas. En la Figura 1.1 se presenta un diagrama que muestra la evolución de los aceros de alto Mn y sus aplicaciones industriales [2]. Los aceros Hadfield (Fe-Mn-C), con gran endurecimiento por deformación bajo carga, son aún muy utilizados en industrias pesadas como: extractiva, cementeras y siderúrgica. También, los aceros Fe-Mn-Si con memoria de forma tienen aplicación en amortiguadores sísmicos y acoples para ejes y caños. Además, las aleaciones de alta entropía son muy estudiadas para su uso en la industria criogenica. Muchos autores [3–6] profundizaron el conocimiento sobre los aceros Hadfield, tanto en lo concerniente a su mecanismo de deformación como a su microestructura. Estos trabajos fueron fundamentales para el desarrollo de aceros de alta resistencia, *High-Strength* [7,8] y, posteriormente, los aceros avanzados de alta resistencia (*Advanced High Strength Steels, AHSS*) investigados por Grässel *et al.* [9]. Las prestaciones mecánicas de las aleaciones de la familia Fe-Mn-Si-Al, han llegado a ocupar un lugar de suma importancia entre los AHSS, llamando la atención de los metalurgistas en las últimas cuatro décadas para su aplicación en la industria automotriz [10–12].

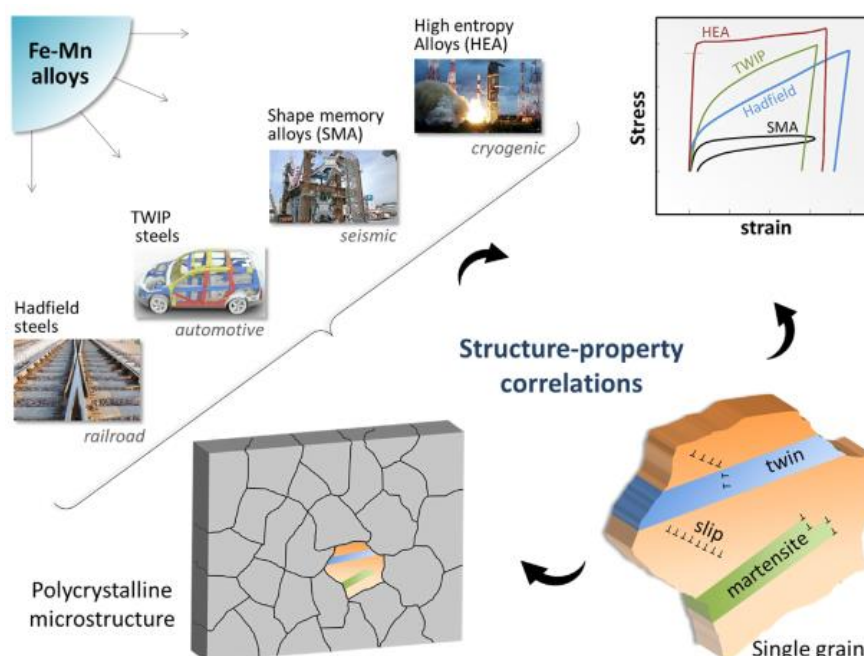


Figura 1.1: Las aleaciones Fe-Mn tienen múltiples y potenciales aplicaciones. Para ello, se estudian la correlación entre sus propiedades y sus microestructuras. [2]

1.2. Aceros de avanzados de alta resistencia

Entre los aceros denominados avanzados de alta resistencia se destacan diferentes grupos o generaciones. En el primer grupo se encuentran los aceros DP (duals) y aceros TRIP (plasticidad inducida por transformación) *tradicionales*, con contenidos de manganeso inferiores al 2%. En el segundo, aparecen aceros de alto contenido de manganeso, entre 15 y 30%, con efectos TRIP y TWIP (plasticidad inducida por maclado; en inglés *twinning induced plasticity*) combinados cuyas proporciones determinan fundamentalmente el valor de la energía de falla de apilamiento del material (SFE) [13,14].

Mediante los efectos TRIP/TWIP se busca obtener aceros con una resistencia mecánica elevada, mayor a 1 GPa, en combinación con una deformación total hasta rotura mayor al 50%. Esto califica a este grupo de aceros como de alta resistencia y alta ductilidad. Sin embargo, algunos autores [10,15–18] reportan algunos aceros de este tipo, con capacidades de deformación total muy escasas producto de las transformaciones de fase martensíticas inducidas en el material. Es por esto que resulta fundamental controlar la microestructura de este tipo de aleaciones, con el fin de garantizar que alcancen las propiedades mecánicas deseadas. Los aceros TRIP/TWIP de segunda generación se componen de elementos como manganeso, silicio y aluminio, los que, además de modificar la SFE, tienen efectos metalúrgicos de interés para la aplicación industrial de este tipo de aceros.

En este marco, y para el surgimiento de aceros de tercera generación, la inclusión del elemento carbono tiene como objetivo contribuir a la estabilización de la austenita a temperatura ambiente y a incrementar la SFE [10,19,20]. El hecho de que el carbono refuerce el efecto del manganeso sobre la estabilidad de la austenita y que el aluminio aumente la SFE, permite optimizar las cantidades de cada elemento de aleación.

Entre las aleaciones de tercera generación, tomamos como referencia el material comercial X-IP®, producido por las compañías ArcelorMittal y Thyssenkrupp. Esta aleación pertenece al sistema Fe-Mn-C con un contenido variable de manganeso entre 17-22% y de carbono entre 0.5-0.7%. Entre sus propiedades se destaca el maclado (comportamiento TWIP) como principal mecanismo de deformación, con muy buena conformabilidad y una deformación a rotura de 50%.

La alta resistencia y ductilidad de los aceros TWIP los hace muy interesantes para su aplicación automotriz. Generalmente, la alta resistencia de los aceros tradicionales se corresponde con una baja ductilidad. Sin embargo, este tipo de material combina alta resistencia con buena conformabilidad, como se puede observar en la Figura 1.2. Esto, les da una gran ventaja frente a otros tipos de aceros estructurales.

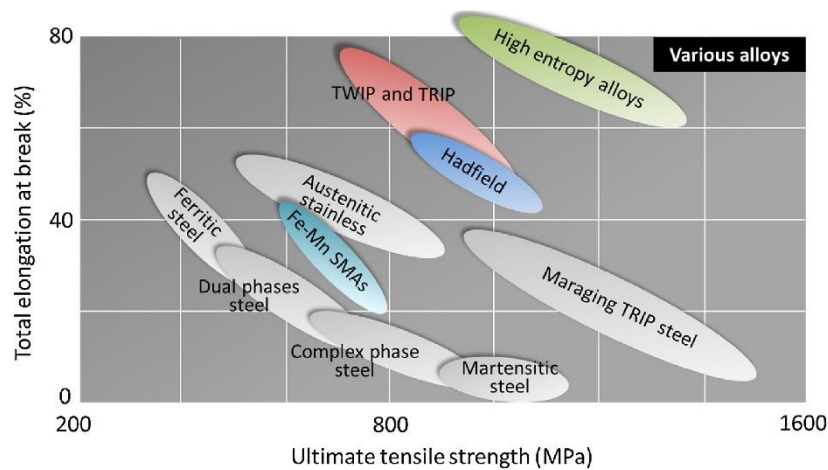


Figura 1.2: Deformación total a rotura vs resistencia ingenieril a tracción (UTS) de diferentes grupos de aceros de alta resistencia [2]

1.3. Aplicación en la industria automotriz

A lo largo de los años, las crecientes expectativas de los usuarios resultaron en un incremento sistemático del peso total de los vehículos (ver Figura 1.3), debido a mejoras en seguridad, aumento de espacio interior, performance, confiabilidad, confort de pasajeros, y calidad general del vehículo. Esta tendencia resultó en un incremento en el uso de acero para la fabricación de carrocerías de automóviles, llegando hasta 90% en términos absolutos.

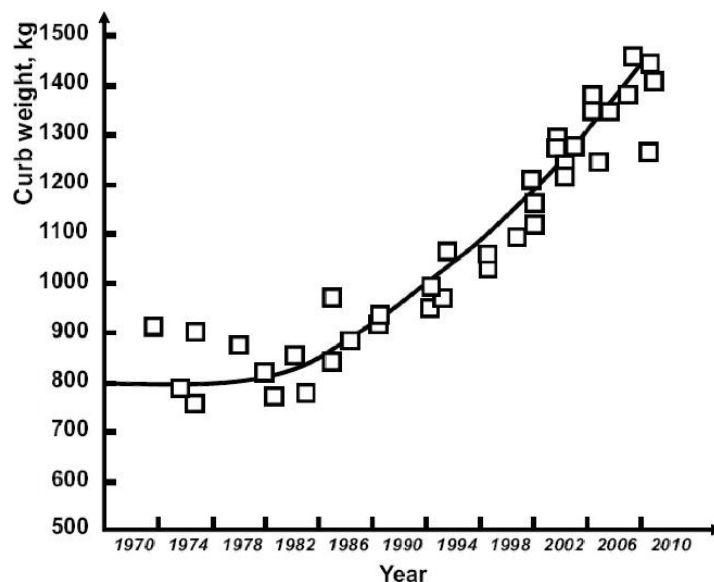


Figura 1.3: Aumento del peso de vehículos medianos de pasajeros en la Unión Europea. El peso se incrementó cerca de un 90 % en el período entre 1970-2010 [21]

El aumento del peso de los vehículos impacta en el ambiente y contribuye con las emisiones de gases de efecto invernadero (CO_2). Es por esto que, hoy en día, la industria automotriz enfrenta el desafío de reducir el peso de los vehículos y mejorar el rendimiento de los motores y combustibles, sin perder la seguridad y el confort brindado por los autos modernos. Para cumplir con esto se busca mejorar los

materiales utilizados en la construcción de la carrocería y los chasis. En la mayoría de los casos, estos componentes están fabricados de acero, lo que representa el 60% del peso total del vehículo [21].

Para reducir este peso, es esencial un estudio detallado de las solicitaciones particulares a las que esté sometida cada pieza que conforma el chasis y, consecuentemente, seleccionar las aleaciones más apropiadas. En la Figura 1.4 se muestran las partes del chasis de un Volvo XC60 diferenciados según sus resistencias máximas o familias de materiales. La absorción de energía de alto impacto requerida para choques frontales y traseros, y las propiedades anti-intrusión necesarias para evitar o disminuir las posibles lesiones a los pasajeros en situaciones como colisiones laterales o vuelcos, son algunos de los factores que influyen en la elección de cada material.

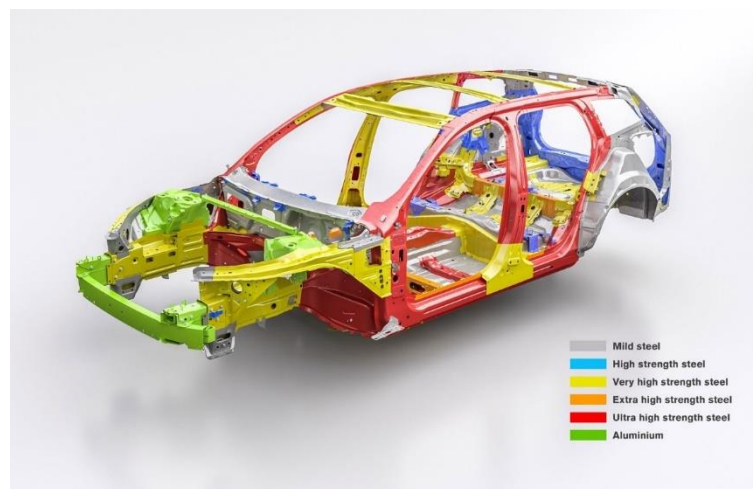


Figura 1.4: Estructura del chasis de un Volvo XC60 [22]

En este contexto, los aceros TWIP fueron abordados con gran interés con el objetivo de colaborar con el cumplimiento de las necesidades planteadas por la industria automotriz. En la actualidad, la incorporación de los aceros TRIP *tradicionales* en la fabricación de autos ha reportado reducciones de hasta 25 % a 35 % en peso. [11]. Vehículos como el Toyota Corolla 2020, el Subaru Forester 2019 y el Mercedes-Benz G-class 2019 han aumentado significativamente la cantidad de AHSS utilizado en su construcción. Particularmente, el Mercedes-Benz Clase G ha logrado perder 170 kg, mientras que el Corolla ha mejorado la rigidez torsional en un 60 % en comparación con su predecesor [22]. En la Figura 1.5 se observa la reducción en peso que significa la implementación de cada tipo de material tomando como referencia los aceros convencionales de alta resistencia (HSLA) [23].

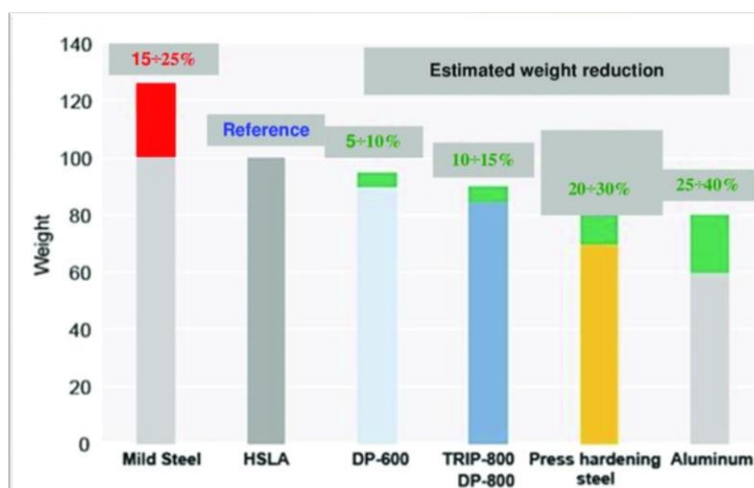


Figura 1.5: El potencial de reducción de peso de varios materiales de alta resistencia en la fabricación de carrocerías [23].

De la misma manera, la utilización de los aceros TWIP podría resultar en reducciones de peso aún mayores. Su elevada resistencia mecánica permite desarrollar chapas de espesores reducidos y, por ende, reducir el peso total del chasis. Sumado a esto, su gran capacidad de deformación permite aumentar la posibilidad de conformado de las chapas, y fabricar piezas complejas que requieran embutidos profundos. Además, la combinación de alta resistencia junto con alta ductilidad es un indicio de la gran capacidad de absorber energía frente a un impacto que posee una chapa de este material, mejorando como consecuencia la seguridad pasiva del vehículo. La potencial aplicación de estos aceros se puede observar en las Figura 1.6 tanto en partes complejas como en aquellas que requieran gran capacidad de absorber energía [24].

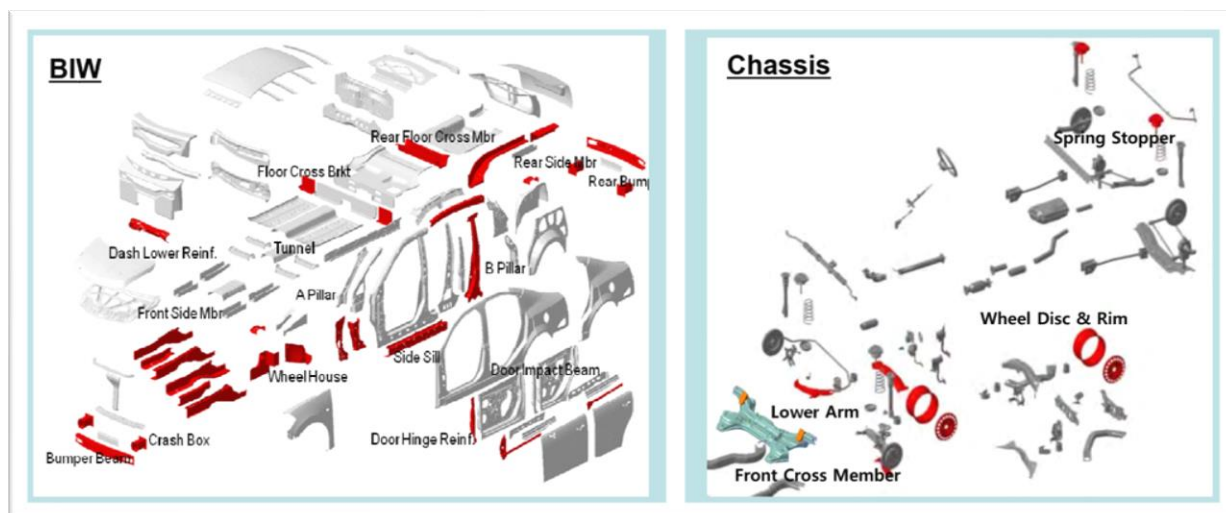


Figura 1.6: Potenciales aplicaciones de aceros TWIP en carrocerías (BIW) y piezas de chasis de automóviles [24].

Alguna de las primeras aplicaciones automotrices de aceros TWIP incluyeron la viga del parachoques del Fiat Nuova Panda 2011 (Figura 1.7), dando como resultado un 28 % de ahorro de peso y un 22 % de ahorro de costos en comparación con el modelo anterior que usaba una combinación de aceros *press hardening* (PHS) y duales (DP) [25].

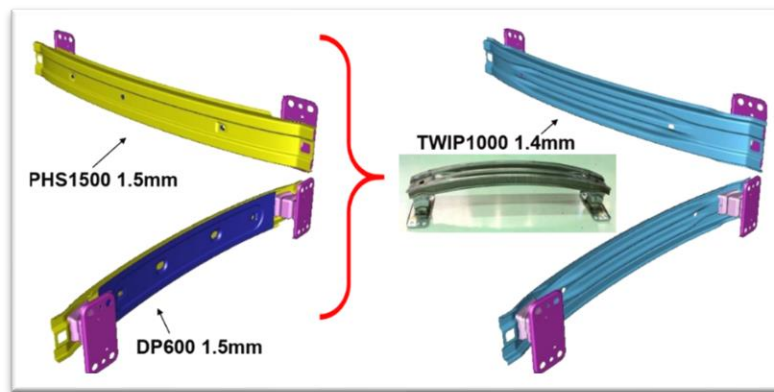


Figura 1.7: Aplicación de un acero TWIP en una viga de un parachoques del Fiat Nuova Panda [25].

1.4. Objetivos de la tesis

1.4.1. Objetivo General

Esta tesis propone el desarrollo de aceros de alta resistencia de tercera generación, como parte de una estrategia de impulso de materiales de interés para la industria automotriz. Tomando como punto de partida los aceros de segunda generación, de efecto TWIP/TRIP del sistema Fe-Mn-Si-Al, nos proponemos incrementar el efecto TWIP en las aleaciones mediante modificación de su composición química. Esto permitirá mejorar la conformabilidad del material, incrementando su ductilidad y manteniendo su resistencia mecánica. Concretamente, se tratará de lograr una nueva aleación que combine alta resistencia y conformabilidad, lo que permitirá reducir el peso de las carrocerías y chasis, y consecuentemente, el consumo de combustible y el nivel de emisiones de escape.

1.4.2. Objetivos Específicos

Con el desarrollo de aceros de tercera generación en el sistema Fe-Mn-Si-Al-C se pretende superar la barrera de 1 GPa de resistencia mecánica y 50 % de deformación a rotura. Para ello, se hará uso del efecto TWIP (twinning induced plasticity) como principal mecanismo actuante en el material. Si bien las transformaciones martensíticas inducidas por deformación presentes en los aceros de la segunda generación, γ gama (fcc) $\rightarrow$ ϵ épsilon (hcp) $\rightarrow$ α alfa (bcc), resultan en un coeficiente de endurecimiento mayor, limitan al mismo tiempo la conformabilidad del material. Por lo tanto, se espera que una microestructura austenítica, en la que se active el maclado, habilite una deformación macroscópica más homogénea mayor al 50 %.

Por lo tanto, para lograr esto se definen las siguientes metas:

- 1) Formular una composición química que garantice estabilidad termodinámica de la fase austenita y un valor de la energía de falla de apilamiento que permita que el mecanismo de principal de deformación del material sea el maclado. Para esto, evaluaremos la influencia de los elementos manganeso, carbono y aluminio.

- 2) Seleccionar un procesamiento termomecánico del material que permita maximizar la combinación de propiedades mecánicas: deformación total mayor al 50 %, y resistencia mecánica máxima mayor a 1 GPa, junto con un elevado límite elástico.
- 3) Investigar los efectos de los procesamientos aplicados sobre la microestructura. Relacionar estructura de defectos con el comportamiento mecánico
- 4) Medir la textura cristalográfica desarrollada durante los procesos de conformado, con el objetivo de identificar su efecto sobre el maclado.

1.5. Metodología aplicada

Combinamos estudios experimentales con los análisis críticos de los resultados obtenidos y sus conclusiones. Las actividades desarrolladas fueron:

- Fundición y colada de las aleaciones
- Laminado en caliente y frío, y tratamientos térmicos vinculados a este proceso
- Preparación de muestras mediante técnicas metalográficas usuales y pulido electrolítico
- Ensayos mecánicos de dureza y tracción.
- Análisis microestructural mediante microscopía óptica y electrónica de transmisión y difracción de rayos x
- Caracterización de texturas por difracción de rayos X

1.6. Estructura de la tesis

La tesis consta de siete capítulos. En el primero presentamos una introducción al tema y a la problemática que se pretende abordar, el segundo capítulo aborda el marco teórico y antecedentes bibliográficos para facilitar la comprensión al lector no familiarizado con el tema. En el Capítulo 3 describimos los métodos y procedimientos experimentales empleados, con cierto grado de detalle. El Capítulo 4 relata el proceso de diseño y elaboración de la aleación estudiada, así como, la determinación de sus propiedades mecánicas según los tratamientos termomecánicos a los que fue sometida. La caracterización de la microestructura mediante microscopía óptica y electrónica de transmisión, se encuentra en el Capítulo 5. En el Capítulo 6 profundizamos el análisis de la microestructura a través de difracción de rayos X y el desarrollo de texturas cristalográficas de las chapas sometidas a los tratamientos termomecánicos seleccionados. Por último, en el Capítulo 7 se resumen las conclusiones a que arribamos y la propuesta de futuras líneas de investigación que se abren a partir de este trabajo. En cada capítulo se escribe una breve introducción a la temática a abordar y al final de cada uno se encuentran las referencias, ordenadas de acuerdo a su aparición en el texto.

1.7. Publicaciones relacionadas con la tesis

Revistas internacionales con referato

Sklate Boja, M.F., Druker, A.V. Controlling Mechanical Behavior of TWIP Steels by Tuning Texture and Stacking Faults. *Metall Mater Trans A* (2022). <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06804-0>.

Sklate Boja, M. F., Giordana, M.F., Malarria, J., Druker, A.V. Procedures for microstructurally conditioning an Fe-22Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel for optimal mechanical behaviour. *Mat Char* (2023). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2023.112790>.

Congresos internacionales

SAM/CONAMET 2022, 20vo Congreso Internacional de Materiales, “ESTUDIO DE LA ANISOTROPÍA PLÁSTICA EN UN ACERO TWIP”, autores: Julia Azqueta Mozzi, María Florencia Sklate Boja, Martín Leonard y Ana Velia Druker.

SAM/CONAMET 2022, 20vo Congreso Internacional de Materiales, “ESTUDIO DE LA SOLDABILIDAD DE ACEROS TWIP”, María Florencia Sklate Boja, Sabina Banegas, Pablo Francia, Ariel Perotti y Ana Velia Druker.

SAM/CONAMET 2022, 20vo Congreso Internacional de Materiales, “EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TERMOMECÁNICOS EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA TEXTURA DE LOS ACEROS TWIP, Autores: María Florencia Sklate Boja y Ana Velia Druker.

Congresos Nacionales

SAMIC 2022, 7mo Congreso Argentino de Microscopía, “Desarrollo de defectos microestructurales en aceros TWIP”, autores: María Florencia Sklate Boja, María Florencia Giordana, Jorge Malarria y Ana Velia Druker.

XV Jornadas de Ciencias, Tecnologías e Innovación (UNR-2021), “DESARROLLO DE ACEROS TWIP DE APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA AUTOMOTRIZ”, autores: María Florencia Sklate Boja y Ana Velia Druker.

XVI Jornadas de Ciencias, Tecnologías e Innovación (UNR-2022), “COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE UN ACERO DE PLASTICIDAD INDUCIDA POR MACLADO”, autores: Julia Azqueta Mozzi, María Florencia Sklate Boja, Ana Velia Druker y Martín Leonard.

XVI Jornadas de Ciencias, Tecnologías e Innovación (UNR-2022), “SOLDADURA GTAW APLICADA A LOS ACEROS DE PLASTICIDAD INDUCIDA POR MACLADO”, autores: María Florencia Sklate Boja, Sabina Banegas, Pablo Francia, Ariel Perotti y Ana Velia Druker.

VII CAIM/ II CAIFE 2020, Facultad Regional San Nicolás de la Universidad Tecnológica Nacional, “Desarrollo de aceros TWIP de aplicación en la industria automotriz”, autores: María Florencia Sklate Boja, Ana Druker.

Referencias

- [1] R.A. Hadfield, Hadfield ' s Manganese Steel, *Science* (1979). 12 (1888) 284–286.
- [2] P. Chowdhury, D. Canadinc, H. Sehitoglu, On deformation behavior of Fe-Mn based structural alloys, *Materials Science and Engineering R: Reports*. 122 (2017) 1–28. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2017.09.002>.
- [3] I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Gall, Y.I. Chumlyakov, On the deformation mechanisms in single crystal hadfield manganese steels, *Scr Mater*. 38 (1998) 1009–1015. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(97\)00581-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(97)00581-2).
- [4] I. Karaman, H. Sehitoglu, A.J. Beaudoev, Y.I. Chumlyakov, H.J. Maier, C.N. Tomé, Modeling the deformation behavior of Hadfield steel single and polycrystals due to twinning and slip, *Acta Mater*. 48 (2000) 2031–2047. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00051-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00051-3).
- [5] B. Gumus, B. Bal, G. Gerstein, D. Canadinc, H.J. Maier, F. Guner, M. Elmadagli, Twinning activities in high-Mn austenitic steels under high-velocity compressive loading, *Materials Science and Engineering A*. 648 (2015) 104–112. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.045>.
- [6] E.G. Astafurova, M.S. Tukeeva, G.G. Maier, E. V. Melnikov, H.J. Maier, Microstructure and mechanical response of single-crystalline high-manganese austenitic steels under high-pressure torsion: The effect of stacking-fault energy, *Materials Science and Engineering A*. 604 (2014) 166–175. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.029>.
- [7] L. Rémy, A. Pineau, Twinning and strain-induced f.c.c. $\rightarrow$ h.c.p. transformation on the mechanical properties of CoNiCrMo alloys, *Materials Science and Engineering*. 26 (1976) 123–132. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(76\)90234-2](https://doi.org/10.1016/0025-5416(76)90234-2).
- [8] T.W. Kim, Y.G. Kim, Properties of austenitic Fe-25Mn-1Al-0.3C alloy for automotive structural applications, *Materials Science and Engineering A*. 160 (1993) 13–15. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(93\)90463-O](https://doi.org/10.1016/0921-5093(93)90463-O).
- [9] O. Grässel, G. Frommeyer, C. Derder, H. Hofmann, Phase transformations and mechanical properties of Fe-Mn-Si-Al TRIP-steels, *Journal De Physique. IV : JP*. 7 (1997) 1–6. <https://doi.org/10.1051/jp4:1997560>.
- [10] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr Opin Solid State Mater Sci*. 15 (2011) 141–168. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2011.04.002>.
- [11] B.C. De Cooman, K. Chin, J. Kim, High Mn TWIP Steels for Automotive Applications, *New Trends and Developments in Automotive System Engineering*. (2012). <https://doi.org/10.5772/14086>.
- [12] R.W. Neu, Performance and characterization of TWIP steels for automotive applications, *Mater Perform Charact*. 2 (2013) 244–284. <https://doi.org/10.1520/MPC20130009>.
- [13] K.T. Park, K.G. Jin, S.H. Han, S.W. Hwang, K. Choi, C.S. Lee, Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition, *Materials Science and Engineering A*. 527 (2010) 3651–3661. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.058>.

- [14] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton, Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys, *Materials Science and Engineering A*. 387–389 (2004) 158–162. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.059>.
- [15] G. Scavino, F. D’Aiuto, P. Matteis, P. Russo Spena, D. Firrao, Plastic localization phenomena in a Mn-alloyed austenitic steel, *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*. 41 (2010) 1493–1501. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0191-9>.
- [16] K. Chung, K. Ahn, D.H. Yoo, K.H. Chung, M.H. Seo, S.H. Park, Formability of TWIP (twinning induced plasticity) automotive sheets, *Int J Plast*. 27 (2011) 52–81. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2010.03.006>.
- [17] Y. Tomota, M. Strum, J.W. Morris, Microstructural Dependence of Fe-High Mn Tensile Behavior, *Metall. Trans. A*. 17 (1986) 537.
- [18] Y. Tomota, M. Strum, J.W. Morris, Tensile deformation behavior of mechanically stabilized Fe-Mn austenite, *Metallurgical Transactions A*. 19 (1988) 1563–1568. <https://doi.org/10.1007/BF02674030>.
- [19] M. Martín, S. Weber, W. Theisen, T. Michler, J. Naumann, Development of a stable high-aluminum austenitic stainless steel for hydrogen applications, *Int J Hydrogen Energy*. 38 (2013) 5989–6001. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2013.02.127>.
- [20] B.C. De Cooman, *Phase Transformations in Steels*, Elsevier, 2012. <https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.295>.
- [21] B.C. de Cooman, K. Chin, J. Kim, High Mn TWIP Steels for Automotive Applications, *New Trends and Developments in Automotive System Engineering*. (2011). <https://doi.org/10.5772/14086>.
- [22] <https://worldsteel.org/steel-stories/automotive/manufacturers-stronger-lighter-cars-ahss>
- [23] M. Tisza, Z. Lukács, High strength aluminum alloys in car manufacturing, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*. 418 (2018). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/418/1/012033>.
- [24] Jae-Bok Nam, “Development of New Auto Steels and Application Technology,” worldsteel / CISA China Automotive Steel Conference, Nov. 21, 2013
- [25] F. D’Aiuto, “Innovative materials and solutions for automotive components,” Presented at ANFIA – Associazione Nazionale Fra Industrie Automobilistiche (National Association of the Automobile Industry; Torino, Italy), 28 April 2016.

2. Marco teórico y antecedentes bibliográficos

En este capítulo presentamos un resumen basado en una revisión bibliográfica de lo publicado hasta el momento en el tema estudiado y de las bases teóricas necesarias para llevar adelante la investigación. Esta información servirá de sustento para los desarrollos experimentales y los posteriores análisis de los resultados obtenidos.

2.1. Aleaciones Fe-Mn-x

Los aceros TWIP se caracterizan por tener alto contenido de manganeso, elemento estabilizador de la austenita. Para definir su composición química es necesario partir del diagrama metaestable Fe-Mn. Este nos permite predecir la microestructura de la aleación según sea su contenido de manganeso, en función de la temperatura. Podemos observar en la Figura 2.1 que la adición de pequeños porcentajes de Mn tiene un pronunciado efecto en la formación de martensita α' (bcc); a mayores contenidos de manganeso se forma martensita ϵ (hcp), y con contenidos superiores al 27% de Mn se estabiliza la austenita a temperatura ambiente [1].

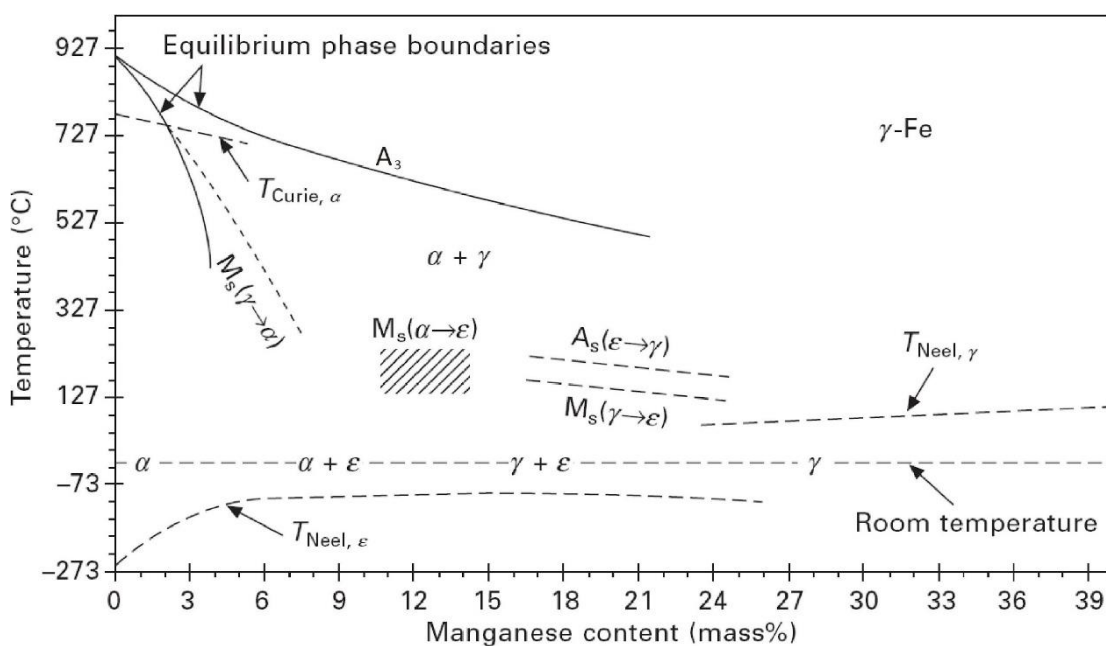


Figura 2.1: Diagrama de fases Fe-Mn [1]

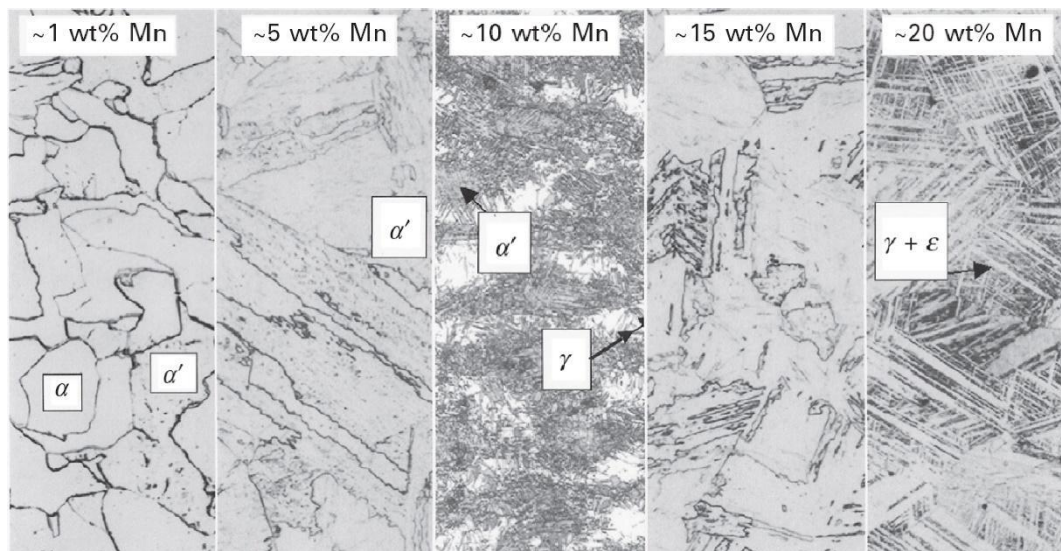


Figura 2.2: Micrografías de aceros con diferentes contenidos de manganeso a temperatura ambiente [1].

En las micrografías de la Figura 2.2 podemos observar cómo varía la microestructura de las aleaciones Fe-Mn, para valores crecientes de manganeso.

No obstante, es posible obtener austenita estable a temperatura ambiente con porcentajes de Mn menores al 25%, suprimiendo la formación de martensita α' y ϵ , mediante a la adición de carbono a la composición química, tal como se aprecia en los diagramas de fases en equilibrio Fe-Mn-C de la Figura 2.3. Es necesario tener en cuenta que, para evitar la formación de carburos, el límite máximo de carbono es 0.6% [1].

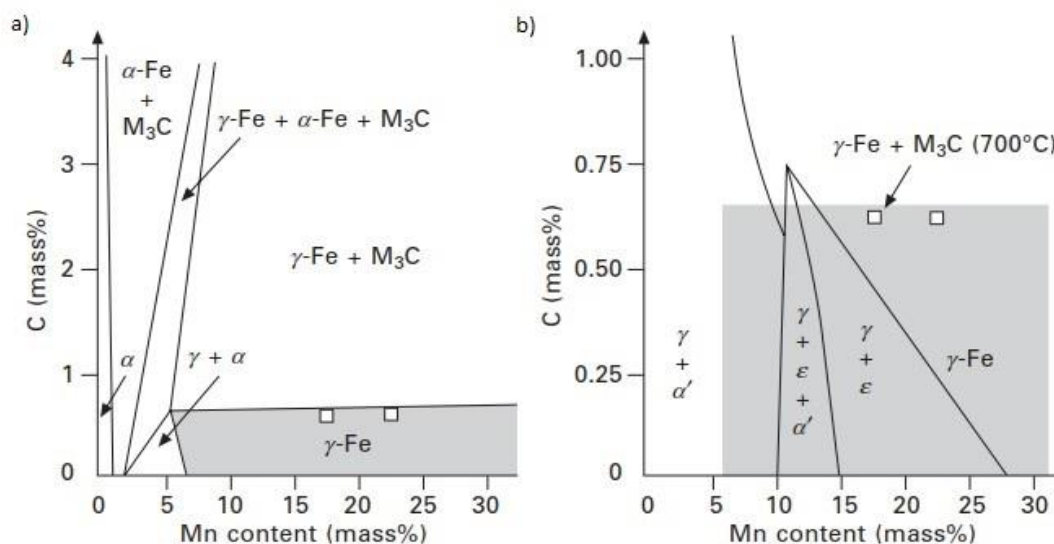


Figura 2.3: a) Diagramas de fase en equilibrio Fe-Mn-C a 700 °C mostrando el rango de estabilidad de la austenita en gris, b) Superposición del rango de estabilidad de la austenita a 700 °C con el diagrama de fases a temperatura ambiente luego de un templado desde 950 °C [1].

2.2. Maclado mecánico

Se define como “macla” a un defecto cristalino bidimensional que consiste en una sucesión de fallas de apilamiento en cada plano $\{111\}$ de la estructura FCC, respecto al cual existe una simetría de red especular; los átomos de un lado del plano son imágenes especulares de los átomos que se encuentran del otro lado. El maclado mecánico es un fenómeno que ocurre en la mayoría de los materiales bajo ciertas condiciones de deformación, tanto en estructuras FCC, como HCP, BCC, e incluso estructuras de menores simetrías [2]. Este mecanismo resulta indispensable en los materiales cuyo número de sistemas de deslizamiento sea limitado. Además, juega un papel importante en materiales que poseen estructuras FCC con alta simetría, como los aceros Hadfield, los aceros inoxidables austeníticos y los aceros TRIP/TWIP [3].

La nucleación de maclas no es un proceso homogéneo y está relacionado con la actividad previa de las dislocaciones. En los aceros TWIP sometidos a deformación plástica, las dislocaciones perfectas se disocian en dislocaciones parciales de Shockley $a/6 \langle 112 \rangle$ en los planos $\{111\}$ de la austenita, produciendo fallas de apilamiento. Particularmente, cuando la deformación mecánica induce el deslizamiento en los planos $\{111\}$, modifica la secuencia normal γ -FCC, ABCABC (Figura 2.4a), en una nueva secuencia de apilamiento ABC(B)CA (Figura 2.4b), donde cuatro planos se apilan de la manera típica de la estructura HCP. En cambio, cuando dos planos $\{111\}$ consecutivos se deslizan en el mismo sentido, la nueva secuencia de apilamiento se convierte en AB(C)BAB (Figura 2.4c), como una falla de apilamiento extrínseca, que son núcleos para la formación de maclas mecánicas en esa fase [4, 5].

Al igual que el deslizamiento de dislocaciones, el maclado es un proceso evolutivo; a medida que la tensión aumenta, la fracción volumétrica de maclas aumenta sostenidamente, dividiendo continuamente los granos en menores unidades. Esta división, como se esquematiza en la Figura 2.5, reduce el camino libre medio de las dislocaciones, funcionando como obstáculos para el deslizamiento de las mismas, las cuales tienen que encontrar caminos nuevos para seguir deslizando, elevando así la tasa de endurecimiento por deformación. Este efecto, llamado “Hall Petch Dinámico”, es causante de la gran capacidad de deformación combinada con la alta resistencia mecánica de los aceros TWIP [6, 7].

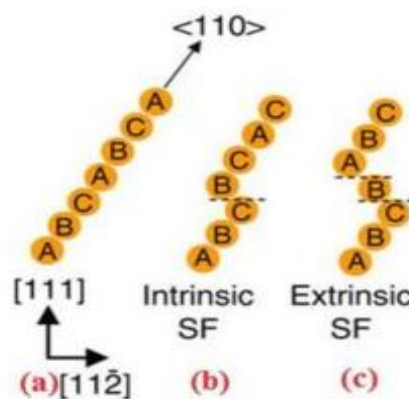


Figura 2.4: Secuencia de apilamiento para (a) FCC, (b) una falla de apilamiento intrínseca, (c) una falla de apilamiento extrínseca. [4].

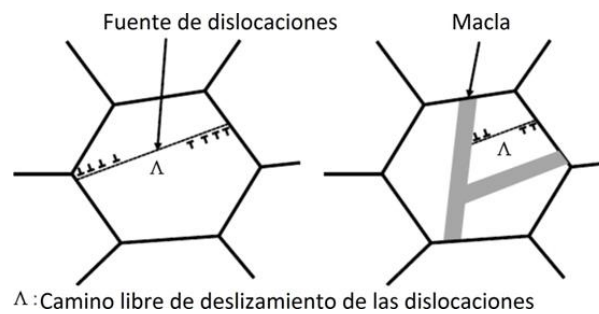


Figura 2.5: Ilustración del efecto Hall-Petch dinámico [1]

Las maclas mecánicas que aparecen en el curso de la deformación plástica, no deben ser confundidas con las maclas de recocido. Las primeras son nanométricas y su morfología es de tipo aguja. Estas características se deben a que la formación de las maclas mecánicas está determinada estrictamente por la necesidad de minimizar la energía de deformación. En cambio, las maclas de recocido son más anchas y con caras paralelas, pudiendo ser consideradas como granos individuales. Éstas se forman durante el proceso térmico de recrystalización como consecuencia del crecimiento de los defectos de los materiales FCC deformados, con el objetivo de reconstituir los granos y disminuir las tensiones internas. Las maclas de recocido no producen un cizallamiento, siendo nula la suma de los vectores de Burgers de las dislocaciones que la forman [2, 8].

2.3. Mecanismos de deformación y energía de falla de apilamiento

Se denomina *energía de falla de apilamiento* (SFE) de un material a la fuerza de repulsión, por unidad de área, generada entre dos dislocaciones parciales disociadas que forman una falla en la secuencia de apilamiento normal de planos atómicos en la estructura cristalina (falla de apilamiento) [8]. Esta propiedad cumple un rol fundamental sobre el efecto TWIP en las aleaciones Fe-Mn. A medida que disminuye la SFE, la acumulación de dislocaciones aumenta debido a que la disociación de las mismas será energéticamente favorable, y la distancia entre las dislocaciones parciales será mayor, dificultando el deslizamiento cruzado de dislocaciones perfectas. Entonces, el rango de SFE en que se encuentre el material determinará el mecanismo de deformación actuante. En la Figura 2.6 se observa la ocurrencia de cada mecanismo de deformación en función de la SFE para aleaciones con estructuras FCC. Una muy baja energía de falla ($SFE < 18 \text{ mJ/m}^2$) resulta en transformación martensítica inducida por deformación, tanto a martensita ϵ (HCP) como α' (BCC); para mayores valores ($18 < SFE < 45 \text{ mJ/m}^2$), el maclado se ve favorecido; mientras que, el deslizamiento de dislocaciones es el mecanismo predominante para valores de energías superiores ($SFE > 45 \text{ mJ/m}^2$) [9].

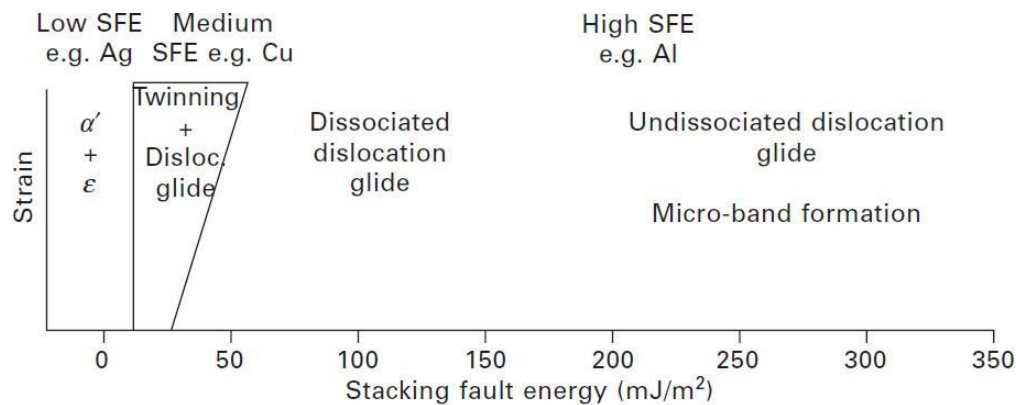


Figura 2.6: Mecanismo de deformación en función de la SFE [1].

A pesar de que hay pocas formas para conocer con precisión el valor de la SFE en los aceros de alto contenido de manganeso, existen varios modelos teóricos para definirla. Estos pueden ser cálculos termodinámicos, o bien, cálculos con base experimental como aquellos determinados a partir de difracción de rayos X.

2.3.1. Cálculos de la SFE por aproximaciones termodinámicas

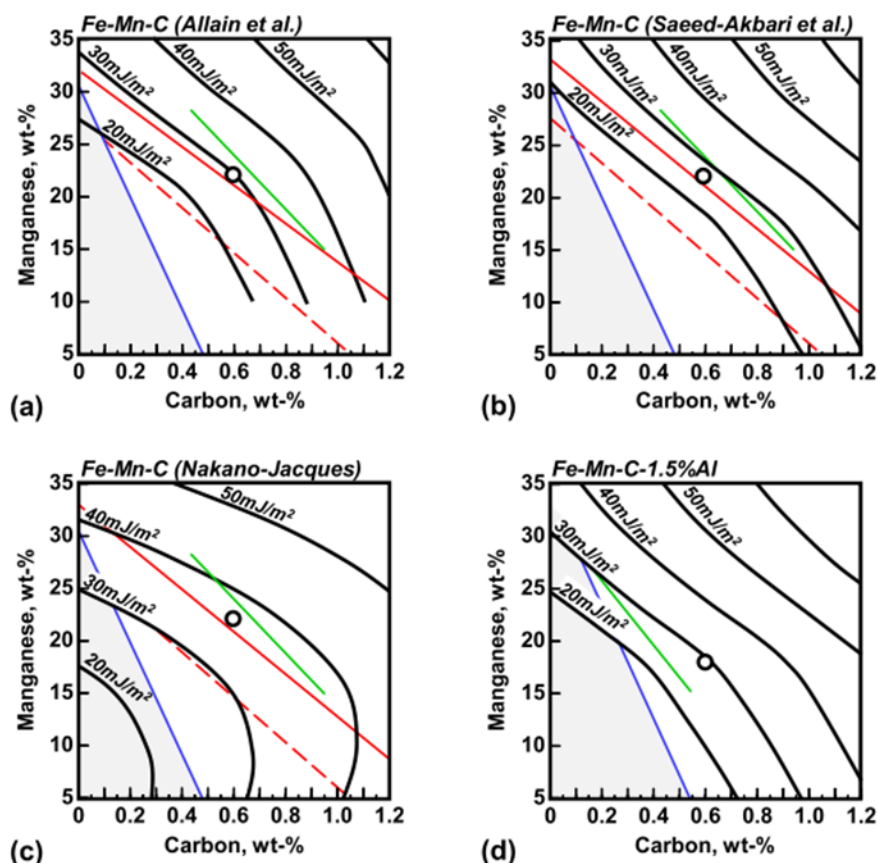


Figura 2.7: Aproximación termodinámica para aleaciones Fe-Mn-C realizadas por: a) Allain et al. para aceros Fe-Mn-C, b) Saeed-Akbari et al., c) Nakano-Jacques y d) Saeed-Akbari et al. para aleaciones con agregado de 1,5%Al [6]

La energía de falla de apilamiento puede ser calculada por la aproximación termodinámica de la ecuación 2.1 propuesta por Olson y Cohen [10]:

$$SFE = 2\rho\Delta G^{\gamma\rightarrow\epsilon} + 2\sigma_{\gamma/\epsilon} \quad (2.1)$$

siendo ρ la densidad molar de superficie a lo largo del plano $\{111\}$, $\Delta G^{\gamma\rightarrow\epsilon}$ la energía libre de Gibbs molar de la transformación $\gamma \rightarrow \epsilon$, y $\sigma_{\gamma/\epsilon}$ la energía de superficie de la interfase γ/ϵ .

En base a esto, diferentes autores pudieron dar una aproximación de la energía de falla de apilamiento en función de su composición química para aleaciones Fe-Mn-C y Fe-Mn-C-Al (Figura 2.7) [6].

2.4. Propiedades mecánicas

Los aceros austeníticos de alto contenido de manganeso con comportamiento TWIP resultan de gran interés debido a sus ya mencionadas propiedades mecánicas lo que les otorga una elevada potencialidad de aplicación en la industria. Dichas propiedades mecánicas fueron estudiadas en profundidad con el objetivo de optimizarlas y de aprovecharlas al máximo. Las más importantes se describen a continuación.

2.4.1. Propiedades de tensión, deformación y fluencia

Las propiedades características de los aceros TWIP se muestran en la Figura 2.8 [11]. En esta gráfica podemos observar tanto la tensión máxima como la tensión de fluencia en función de la deformación total, para diferentes composiciones químicas. Es posible apreciar que pueden tener gran capacidad de deformación en combinación con una elevada resistencia mecánica.

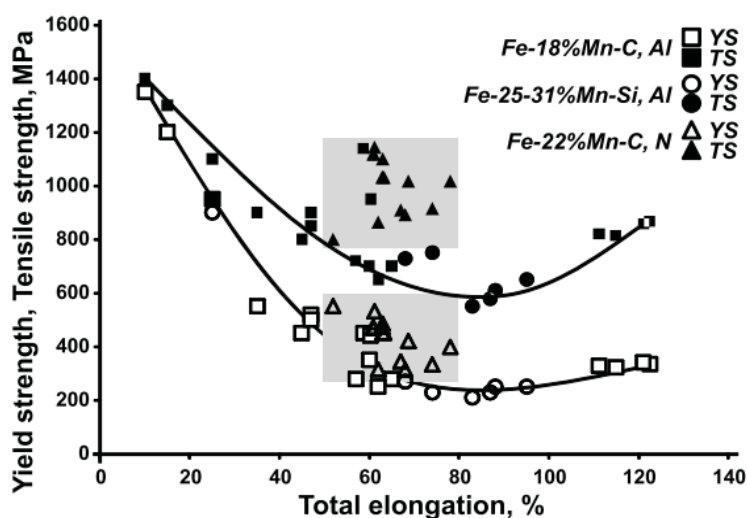


Figura 2.8: Rango típicos de propiedades mecánicas en aceros TWIP [1].

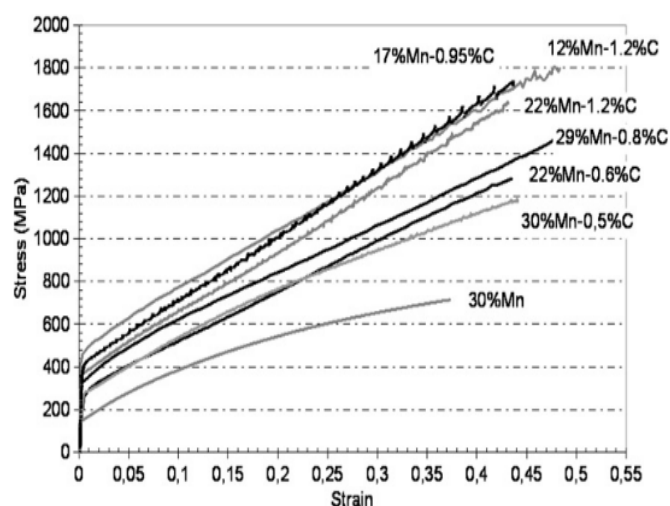


Figura 2.9: Gráficos tensión-deformación para aceros TWIP con tamaño de grano de 20 a 40 μm , con diferentes contenidos de C y Mn [12].

Estas propiedades pueden variar significativamente según la microestructura y la composición química del acero TWIP. En la Figura 2.9 se presentan algunas curvas de ensayo de tracción [12] para chapas con distintos contenidos de manganeso y de carbono, luego de ser laminadas en frío y recocidas. Particularmente, podemos observar significativas diferencias en la curva tensión-deformación del acero con 30 % de Mn, respecto a las curvas de otras aleaciones. En la primera, tanto el límite elástico como la tensión máxima a rotura y la deformación total desarrolladas, son mucho menores que en las aleaciones con carbono agregado, dando indicios de que con esta composición química no se activó el efecto TWIP durante la deformación plástica del material. Además, en las últimas se observa claramente un *aserrado*, o un flujo discontinuo, típico de los aceros TWIP que contienen carbono. Este fenómeno se conoce como efecto de Portevin – Le Chatelier y se manifiesta macroscópicamente como bandas de deformación, que son indeseables para las aplicaciones industriales [13, 14]. Es consecuencia del envejecimiento dinámico por deformación (DSA), una inestabilidad en el flujo plástico de los materiales asociada con la interacción entre las dislocaciones móviles y los solutos difundidos. Los átomos solutos, con mayor movilidad que las dislocaciones, generan atmósferas que funcionan como obstáculos para su deslizamiento, hasta que se alcanza una tensión tal que logran desbloquearse y pueden continuar deslizando. Este mecanismo está relacionado con el fortalecimiento de la solución sólida y es propio de aleaciones sustitucionales e intersticiales FCC dentro de rangos específicos de temperatura y velocidad de deformación. Particularmente en los aceros FeMnC, es consecuencia de las formaciones octaédricas Mn-C, que anclan las dislocaciones causando una acumulación de las mismas [15].

Por otro lado, la microestructura del material varía según los tratamientos termomecánicos a los que fue sometido, modificándose las propiedades mecánicas del mismo. En la Figura 2.10 podemos observar el límite elástico en función de la deformación total de dos aceros de composiciones químicas definidas que fueron sometidos a laminados con diferentes porcentajes de reducción (RR) y tratamientos térmicos a distintas temperaturas y tiempo.

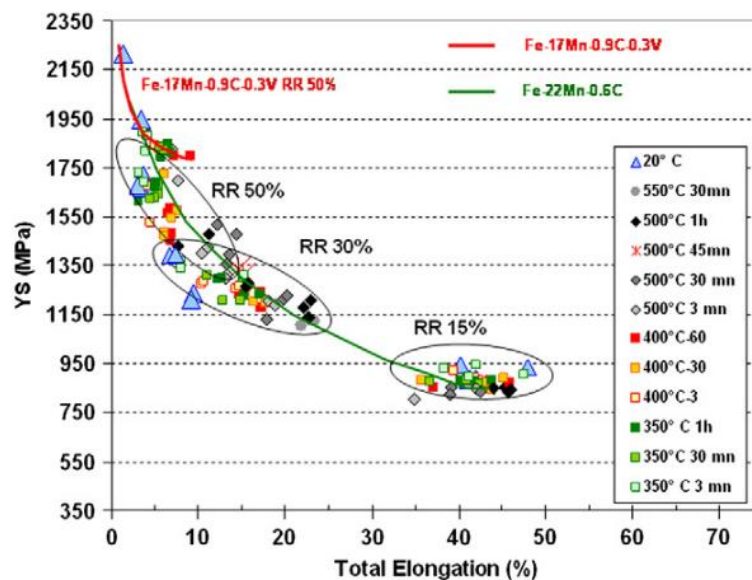


Figura 2.10: Límite elástico vs deformación total de dos aceros TWIP sometidos a diferentes condiciones de laminación y recocidos [12].

2.4.2. Variables que influyen en el mecanismo de deformación y en las propiedades mecánicas

Como vimos, muchas variables afectan el mecanismo de deformación actuante en el material. Entre ellas se destacan la composición química, características microestructurales, como el tamaño de grano y densidad de defectos, la temperatura y la velocidad de deformación. Por ende, estos factores afectarán las propiedades mecánicas del material.

a) Composición química

La composición química del material influye fuertemente en el comportamiento del mismo durante deformación. Por un lado, define la SFE y, por otro, cada uno de los aleantes influyen de una manera particular en las propiedades mecánicas del material.

Influencia del carbono

El carbono tiene un rol esencial en los aceros TWIP ya que: incrementa el parámetro de red, estabiliza la austenita, eleva la SFE y la tensión de fluencia y aumenta la dureza y resistencia del material [6]. En la fase austenita se ubica intersticialmente y de manera homogénea. Además, O. Bouaziz *et al.* [12] mostraron que existe una fuerte influencia del contenido de carbono sobre el endurecimiento por deformación. Para aceros Fe-Mn-C con SFE similares, se observaron diferentes comportamientos mecánicos según la cantidad de carbono agregado. Esto se debe a que este elemento controla la estructura de las dislocaciones, que son almacenadas en los obstáculos planares que estos generan y aumentan la distorsión de la red cristalina. Según estos autores, la influencia del contenido de Mn y de C puede ser descripta con el parámetro n_0 , que es el máximo número de dislocaciones en los bordes de

macla. También el parámetro de tensión de fricción, σ_0 , depende del contenido de C y Mn y puede ser expresado matemáticamente según la ecuación 2.2.

$$\sigma_0(Mpa) = 228 + 187 \%C - 2\%Mn \quad (2.2)$$

Asimismo, n_0 puede ser ajustado linealmente con σ_0 según la ecuación 2.3,

$$n_0 = 0.02 \sigma_0 \quad (2.3)$$

Es decir que, un acero TWIP con alta tensión de fricción debido al endurecimiento por solución sólida (generado por el carbono) tendrá un n_0 elevado, por lo tanto, las maclas serán mejores obstáculos para las dislocaciones. Es importante destacar que el límite de carbono que se puede agregar a la composición química es de 0.6% para evitar la formación de carburos, como se menciona en la Sección 2.1.

Influencia del manganeso

El manganeso se adiciona con el objetivo de estabilizar la fase austenita a temperatura ambiente [16], es decir, disminuir la temperatura de la transformación austenita $\rightarrow$ ferrita y retardar la velocidad de esta transformación [17-19]. Otro efecto muy importante a considerar en cuanto a la adición de manganeso es su influencia sobre la SFE. Tanto en el sistema binario Fe-Mn como en aceros austeníticos del sistema Fe-Cr-Ni-Mn, el manganeso disminuye la SFE a razón de -2.3 mJ/m^2 por porcentaje atómico agregado [1, 18, 20, 21]. Sin embargo, Zambrano *et al.* [22] afirman que el manganeso afecta a la SFE del material de manera no lineal. Esta relación se debe al efecto del contenido de Mn sobre la diferencia de energía libre entre fases FCC-HCP, un aumento de Mn suprime la formación de la fase HCP. Esta relación se puede observar en la Figura 2.11 para aceros Fe-Mn-C-Al con 1% y 10% de aluminio. Donde, a altos porcentajes de manganeso se observa un incremento de la SFE. A pesar esto, los valores se mantienen dentro de los rangos establecidos para el maclado. En cuanto a su influencia en las propiedades mecánicas, la adición de manganeso incrementa la tensión de fluencia del material a través del endurecimiento por solución solida [16].

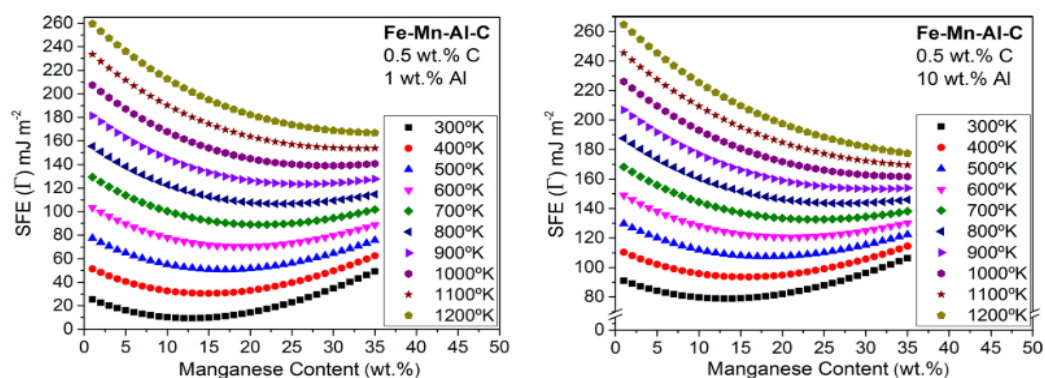


Figura 2.11: Variación de la SFE en función de la temperatura y el porcentaje de Mn para aceros con 1% Al y 10% Al.[22]

Influencia del aluminio

El rol del aluminio sobre las aleaciones FCC fue ampliamente estudiado [23-27], ya que afecta fuertemente la SFE y propiedades mecánicas. Como muestra la Figura 2.11, el Al eleva la SFE y es un

gran estabilizador de la ferrita. La relación para aleaciones Fe-Mn [28], se describe según la ecuación 2.4.

$$\gamma \left(\frac{mJ}{m^2} \right) = 20 + 7.8 \times \%Al(mass - \%) \quad (2.4)$$

El aumento que produce el aluminio en la SFE del material, influye fuertemente en la microestructura del mismo ya que retarda la formación de maclas; a mayor cantidad de aluminio, menor resulta el porcentaje de material maclado. Esto trae como consecuencia una variación significativa en las propiedades mecánicas del material. Park *et al.* [29] estudiaron aceros Fe-22Mn-0.6C con diferentes cantidades de Al (0Al-3Al-6Al); analizaron su curva de tracción y su microestructura observando que la deformación total y la resistencia máxima disminuyen significativamente con el aumento de aluminio, tal como se observa en la Figura 2.12. Además, al igual que otros autores [30-32], notaron que no aparece flujo serrado en las curvas de tracción de las aleaciones que poseen aluminio. Esto se debe a que al añadir este aleante se reduce la fuerza de anclaje de las dislocaciones disminuyendo la cantidad de formaciones Mn-C. Es decir que, la presencia de Al retrasa el DSA hasta casi desaparecer completamente (ver Sección 2.4.1).

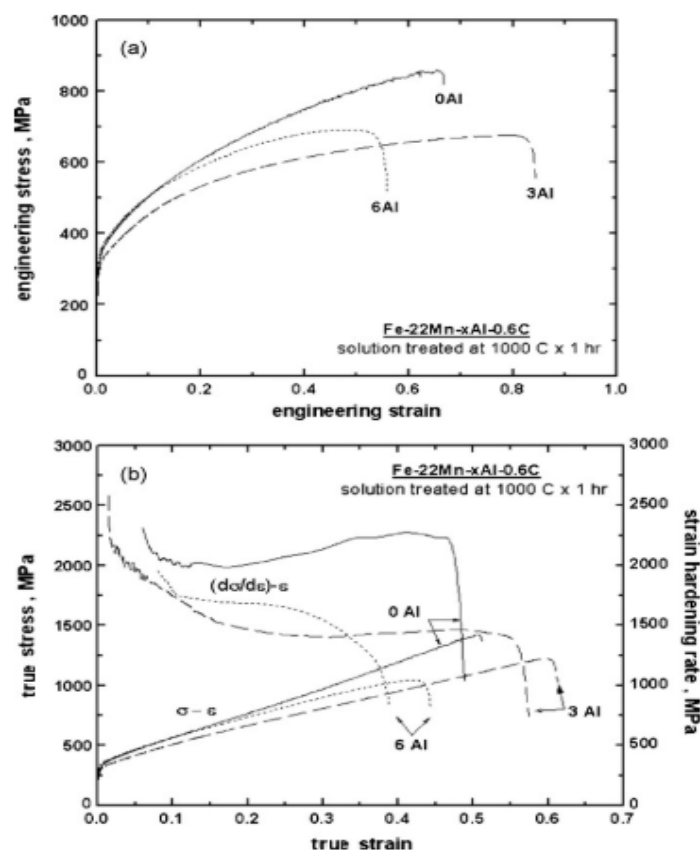


Figura 2.12: a) Curvas tensión-deformación ingenieriles a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} para aceros TWIP con diferentes cantidades de aluminio, (b) Curvas tensión-deformación reales para los mismos aceros junto con su variación en el endurecimiento por deformación [29]

Influencia del cobre

El cobre al igual que el C y el Mn, estabiliza la austenita, eleva la energía de falla de apilamiento y retarda la formación de maclas. Además, tiene la capacidad de incrementar la deformación sin reducir la resistencia mecánica [6].

b) Temperatura

Originalmente Remy *et al.* [33] reportaron la relación entre la energía de falla de apilamiento y la temperatura. Esto fue demostrado experimentalmente por Zambrano *et al.* [22] para aleaciones del Fe-Mn-Al-C. Además, Curtze y Kuokkala [34] calcularon la SFE para tres composiciones del sistema Fe-Mn-Al-Si-C, en un gran rango de temperaturas, basado en el modelo termodinámico propuesto por Olson y Cohen [10] donde mostraron un claro aumento de la SFE con la temperatura. Luego, Shterner *et al.* [35] resumieron el trabajo de varios autores (Figura 2.13) y describieron este fenómeno en detalle. Al aumentar la temperatura del material se incrementa la distancia de separación de las dislocaciones parciales disociadas, lo que reduce su interacción con las fallas de apilamiento. A su vez, la fijación de dislocaciones contra los límites de grano se vuelve progresivamente menos efectiva. Como consecuencia de esto, se modifica el mecanismo de deformación actuante, según los rangos establecidos, lo que puede afectar las propiedades mecánicas del material, incluso inhibiendo el efecto TWIP.

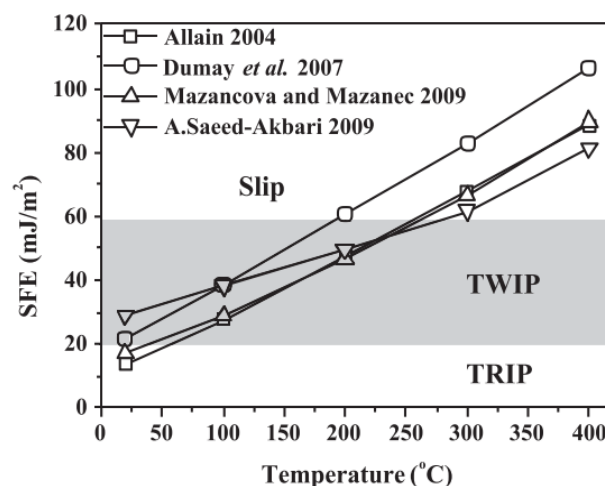


Figura 2.13: Influencia de la temperatura en la energía de falla de apilamiento para diferentes aceros TWIP [35].

c) Velocidad de deformación

Así como la temperatura afecta la energía de falla de apilamiento del material, también lo hace la velocidad de deformación. Este efecto no sólo es propio del mecanismo que se activa a altas velocidades de deformación, sino que cuando esto ocurre la aleación sufre un calentamiento adiabático que eleva la temperatura interna del mismo y, por lo tanto, la SFE [36].

Curtze y Kuokkala [34] han estudiado el comportamiento de diferentes aceros TWIP a distintas velocidades de deformación entre 10^{-3} s^{-1} y 1250 s^{-1} . La sensibilidad a la velocidad de deformación

de todos los aceros resultó ser débil en el rango de $\dot{\epsilon} = 10^{-3} - 750 \text{ s}^{-1}$, mientras que para $\dot{\epsilon} = 1000 \text{ s}^{-1}$ todos los ensayos mostraron un aumento en la resistencia máxima y la tensión de fluencia, junto con una clara reducción en sus valores de alargamiento. Esto fue atribuido a un sustancial incremento en la SFE causando que el mecanismo de deformación por deslizamiento de dislocaciones desplace al maclado, resultando en una disminución del efecto TWIP. Este fenómeno se observa claramente en las propiedades mecánicas graficadas en la Figura 2.14.

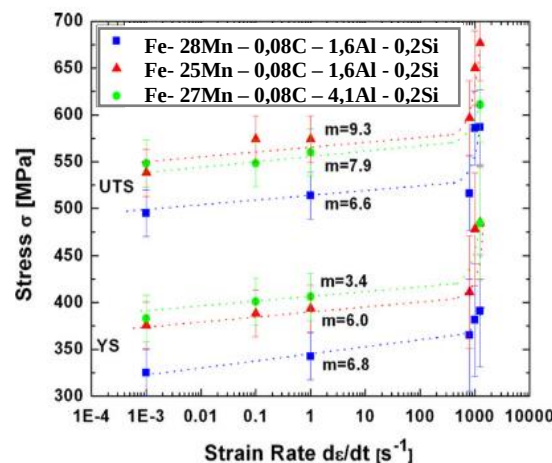


Figura 2.14: Valores de tensión de fluencia (YS) y resistencia máxima ingenieril (UTS) para diferentes aceros TWIP en función de la velocidad de deformación; m es el factor de sensibilidad a la velocidad de deformación [34].

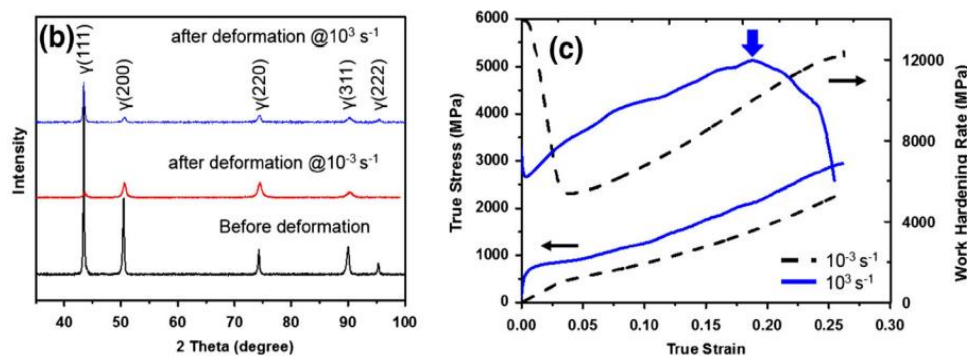


Figura 2.15: (a) Difractogramas de un acero TWIP antes de la deformación y luego de ser deformado a diferentes velocidades. (b) Diagrama tensión-deformación para diferentes velocidades de deformación junto con sus respectivas derivadas (endurecimientos por deformación) [37]

Además, Ha *et al.* [37] han reportado, para un acero Fe-22Mn-0,4C, que las cargas dinámicas generan nanoestructuras austeníticas. Esto es consecuencia de que, la formación de maclas de deformación produce nano láminas de tipo matriz/macla, con un tamaño de grano 20-30 nm, seguido de una recuperación dinámica inducida por el calentamiento adiabático durante la deformación a alta velocidad. En la Figura 2.15a podemos observar los difractogramas antes y después de la deformación a dos velocidades diferentes; en ambos casos vemos que la estructura se mantiene austenítica antes y después de la deformación ya que sólo se aprecian picos característicos de FCC; mientras que en la Figura 2.15b

vemos los diagramas tensión-deformación para distintas velocidades de ensayo con sus respectivos endurecimientos por deformación (este fenómeno se explica en la Sección 2.5). Observamos que a mayor velocidad de ensayo la tensión de fluencia, la resistencia máxima y el endurecimiento por deformación son superiores.

d) Tamaño de grano

Varios autores [38, 39] reportaron un efecto del tamaño de grano (TG) sobre la SFE en los aceros austeníticos. Particularmente, Zambrano *et al.* [22] mostraron que, para TG menores a 35 μm la SFE aumenta y para valores de TG mayores a 150 μm la SFE decrece.

Este comportamiento fue modelado en base al exceso de energía libre de Gibbs, según la fórmula 2.5.

$$\Delta G_{ex} = 170.06 e^{\left(\frac{-d}{18.55}\right)} \quad (2.5)$$

donde d es el tamaño de grano.

Los valores obtenidos para diferentes tamaños de granos se muestran en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1: Relación entre tamaño de grano y exceso de energía de Gibbs, donde p es la densidad molar de superficie relacionada con el parámetro de red del material [22].

Tamaño de grano de la austenita (μm)	$2p\Delta G_{ex}$ (mJ/m^2)
1	9.09
10	5.59
20	3.26
38	1.45
50	0.64
100	0.04
200	0.0004
300	0

En esta tabla se ve claramente la dependencia del TG con la ΔG_{ex} . Además, con el modelo propuesto en ese trabajo se obtuvieron las gráficas de la Figura 2.16. En las mismas se observa la contribución del TG en la energía de falla de apilamiento para aceros TWIP con 2 contenidos de aluminio diferentes.

En la Figura 2.16 podemos observar una diferencia de $10 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$ entre el tamaño de grano máximo estudiado y el más pequeño. Esta diferencia puede afectar al mecanismo de deformación actuante en la aleación. Además, tanto la UTS como el YS varían en función del tamaño de grano. Bouaziz *et al.* [12] modelizaron el comportamiento de este tipo de aceros en función de estas variables. Los resultados se pueden observar en la Figura 2.17, comparados con una curva experimental.

Vemos que el modelo (línea de trazos) propuesto se ajusta perfectamente a la curva experimental obtenida (línea llena): a medida que el tamaño de grano es más pequeño, aumenta tanto el YS como la UTS. Esta información puede ser ajustada con el modelo de Hall-Petch, descripto en la ecuación 2.6

$$YS = \sigma_0 + \frac{k_Y}{\sqrt{d}} \quad (2.6)$$

siendo k_Y el coeficiente de endurecimiento, d el tamaño de grano y σ_0 la tensión de fricción de la celda.

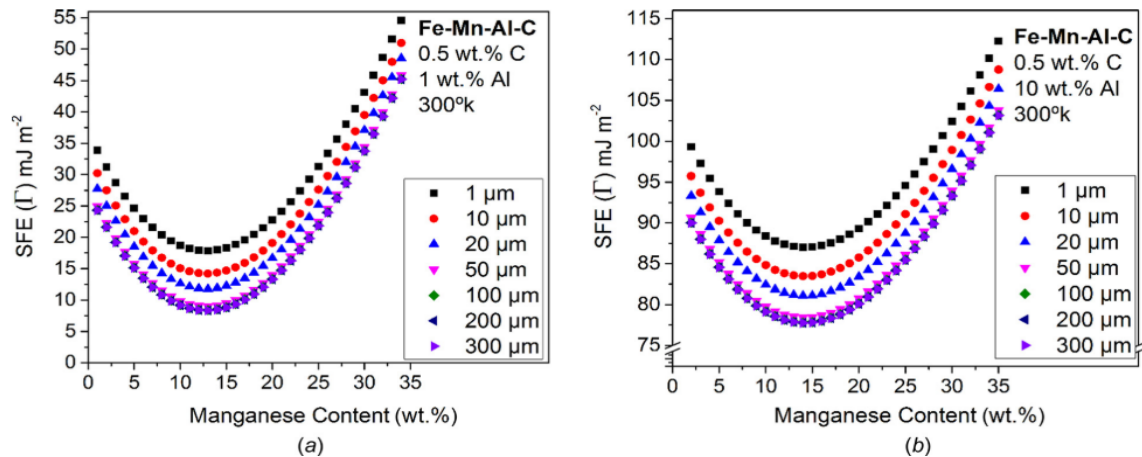


Figura 2.16: Variación de la SFE con el incremento del tamaño de grano y del porcentaje de Mn. Para (a) 1% Al y (b) 10 %Al [22]

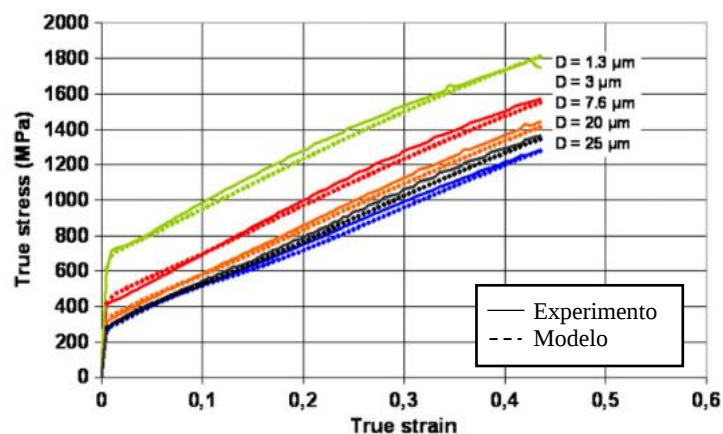


Figura 2.17: Curvas tensión-deformación experimentales y simuladas para un acero Fe-22Mn-0.6C con diferentes tamaños de granos [12].

2.4.3. Propiedades de conformado

La propiedad de conformabilidad de los aceros TWIP ha sido estudiada intensamente por Cornette *et al.* [40], debido a su importancia para la aplicación en la industria automotriz. La capacidad de conformar piezas complejas no puede describirse únicamente mediante los resultados de los ensayos de tracción uniaxial. Por eso, estos autores compararon la conformabilidad del acero TWIP FeMn1000 comercial (X-IP™ Fe-22Mn-0.6C) con otros aceros Fe-Mn comerciales de equivalente resistencia mecánica (ver

Tablas 2.2 y 2.3), mediante ensayos de tracción cruzados (Figura 2.18a) y de acopado (Figura 2.18b) donde se determinaron las alturas de falla de cada material. Estos ensayos son ampliamente reconocidos en el campo de los estudios de conformabilidad por la capacidad que poseen de producir estados de tracción biaxiales.

Tabla 2.2: Composición química de diferentes aceros Fe-Mn comerciales [40].

Material	Max. C (%)	Max. Si (%)	Max. Mn (%)	Max. P (%)	Max. S (%)	Max. Ti + Nb (%)	Max. Cr + Mo (%)
DP590	0,15	0,8	2,5	0,05	0,01	0,15	1,4
DP980Y700	0,23	1	2,9	0,05	0,01	0,15	1,4
HSLA 320	0,08	0,03	0,5	0,01	0,01	0,01	0,01
TRIP 800	0,18	1,62	1,75	0,01	0,01	0,01	0,01
X-IP 1000	0,6	0,01	22	0,01	0,01	0,01	0,01
DC06	0,02	0,01	0,25	0,02	0,02	0,3	0,01

Tabla 2.3: Propiedades mecánicas de diferentes aceros Fe-Mn comerciales: límite elástico (YS), tensión máxima (TS), tensión a la deformación total uniforme (TS a U. El), deformación total uniforme (U. El.) [40].

Material	YS [MPa]	TS [MPa]	TS a U.El [MPa]	U. El. [%]
HSLA320	342	428	496	16
DP590	342	629	727	15,6
TRIP800	478	825	998	21,1
DP980	644	1009	112	10,2
X-IP1000	599	1162	1776	52,8

En la Figura 2.18 se muestra las excelentes propiedades de conformado por estiramiento del FeMn TWIP 1000 en comparación con otros aceros, donde alcanza aproximadamente el doble de altura la falla que el DP980, sin presentar fisuras. Tanto la elevada conformabilidad como la gran resistencia a la tracción de los aceros TWIP se deben a su elevado endurecimiento por deformación; este comportamiento previene la aparición de deformaciones locales excesivas mediante una buena distribución de la deformación durante el conformado. Estas propiedades hacen que sea una excelente opción para piezas complejas estampadas en frío tal como la mostrada en la Figura 2.19.

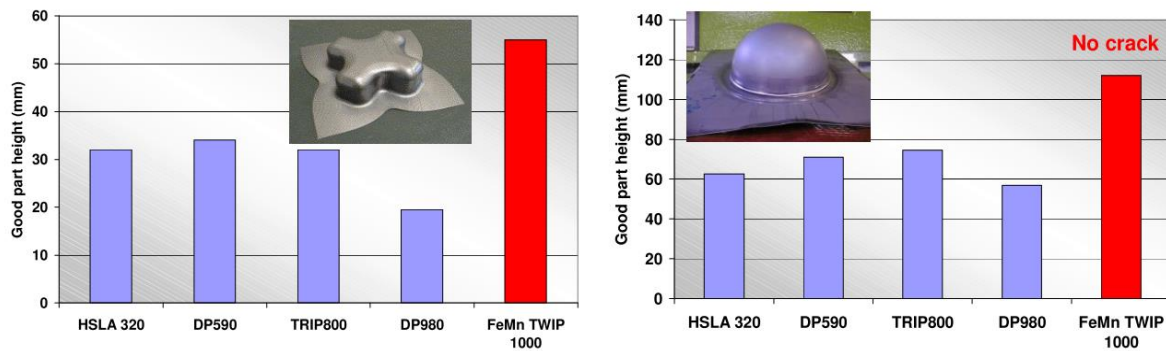


Figura 2.18: a) Altura máxima luego de la rotura en un estampado en cruz que combina embutido profundo, deformación plana y expansión en caminos de deformación; b) Altura máxima alcanzada en el ensayo de acopado [40].

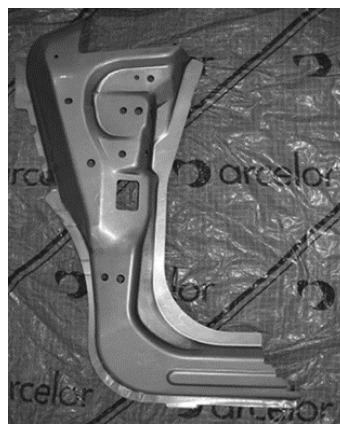


Figura 2.19: Prototipo de parte estructural de un automóvil estampado en frío [12].

Por otro lado, Cugy *et al.* [41] realizaron ensayos de curva límite de conformado (FLC) en un acero TWIP con la composición química del X-IP 1000, comparándolo con otros aceros utilizados en la industria. Según se observa en la Figura 2.20, este acero TWIP tiene una enorme capacidad de conformado comparado con los otros aceros de embutido profundo. La buena combinación de resistencia y conformabilidad resulta óptima para su aplicación en partes estructurales de automóviles.

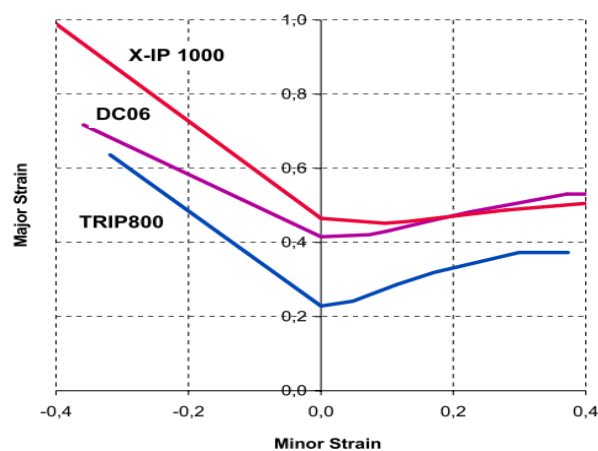


Figura 2.20: FLC de un acero TWIP comparado con un acero TRIP y otro de alta calidad de embutido profundo como el DC06 [12].

2.4.4. Propiedades de impacto

La elevada capacidad de absorber energía frente a un impacto es muy importante en los materiales utilizados en partes estructurales de vehículos, ya que aumenta su seguridad pasiva. Esta propiedad se ha estudiado utilizando velocidades de deformación muy altas: 100 s^{-1} [6]. En comparación con otros aceros utilizados para automóviles, los TWIP han demostrado una capacidad superlativa de absorción de energía, como se muestra en la Figura 2.21.

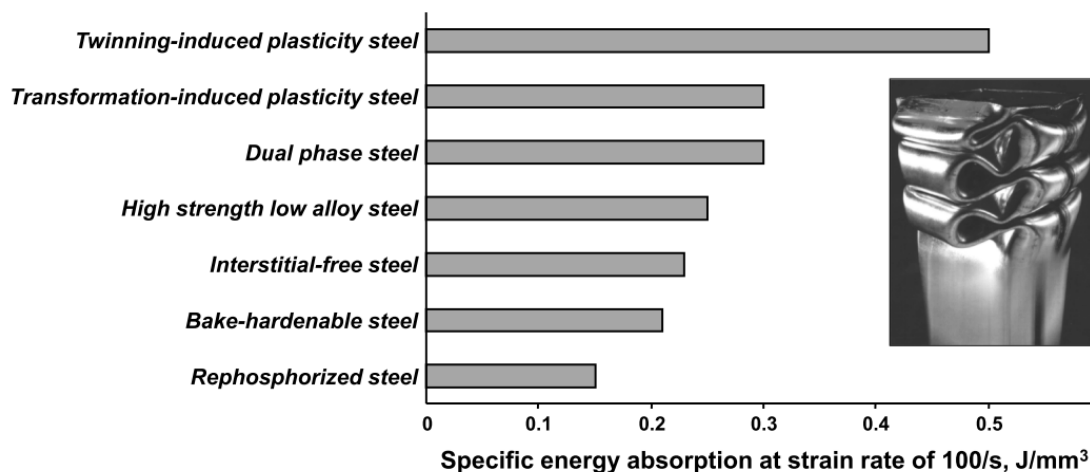


Figura 2.21: Comparación cuantitativa de la capacidad de absorber energía de diferentes aceros de alta resistencia usados en automóviles, obtenidas en ensayos uniaxiales de impacto [6].

2.4.5. Fractura

La fractura de los aceros TWIP es, generalmente, dúctil. En la Figura 2.22, podemos observar la imagen obtenida mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), de la fractura de un acero Fe-18Mn-0,6C-1,5Al, luego de una rotura por tracción.

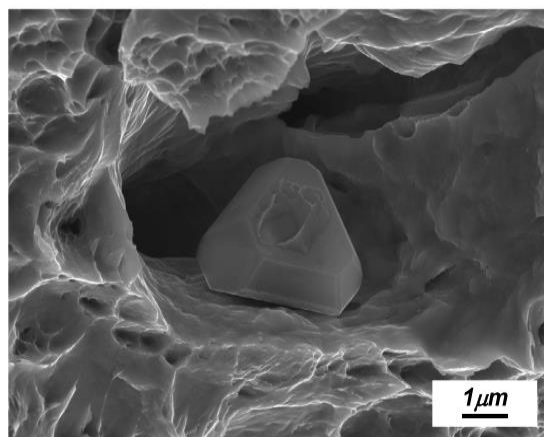


Figura 2.22: Superficie de fractura de un acero Fe-18%Mn-0.6%C-1.5%Al TWIP luego de una deformación por tracción. Los hoyuelos observados son indicativos de la fractura dúctil por coalescencia de micro huecos [6].

La imagen muestra huecos equiaxiales que juegan un rol clave como pequeños puntos iniciadores de la fractura dúctil por coalescencia de micro huecos.

Por otro lado, una característica de los aceros TWIP es la fractura con poco o nada de estricción post-uniforme. Este fenómeno se asocia con la sensibilidad a la velocidad de deformación (SRS), ya que en la estricción se produce un aumento en la velocidad de deformación localizada. Generalmente, en los aceros TWIP Fe-Mn-C, los valores de SRS son negativos, y aumentan ligeramente en aceros con agregados de aluminio [28], aumentando así su deformación no uniforme.

Retardo en la fractura

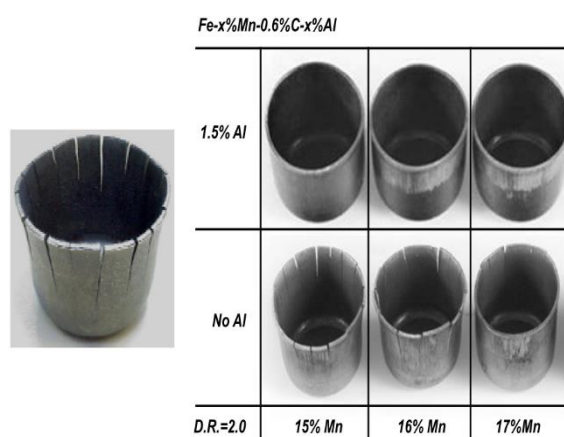


Figura 2.23: Efecto de la fractura retardada para aceros embutidos de diferentes composiciones químicas [42].

Este es un problema identificado en los aceros TWIP Fe-22%Mn-0,6%C [42], que aparece luego de cierto tiempo, en embutidos profundos, como roturas en los bordes. Su origen no está identificado, pero se cree que puede deberse a una transformación martensítica inducida por la presencia de tensiones residuales. Sin embargo, la presencia de Al suprime la fractura retardada, tal como se muestra en la Figura 2.23, correspondiente a chapas con diferentes porcentajes de Mn y Al sometidas a embutidos profundos.

2.5. Endurecimiento por deformación en aceros TWIP

Las excelentes propiedades mecánicas desarrolladas por los aceros TWIP son consecuencia de su elevado endurecimiento por deformación. En los aceros que maclan este comportamiento es sustancialmente diferente al de aquellos aceros en los que el único mecanismo de deformación presente es el deslizamiento de dislocaciones. Esto fue analizado por muchos autores [6, 35, 43, 44], quienes identificaron varias etapas durante la deformación. En la Figura 2.24, se representa la variación del endurecimiento por deformación en función de la tensión verdadera.

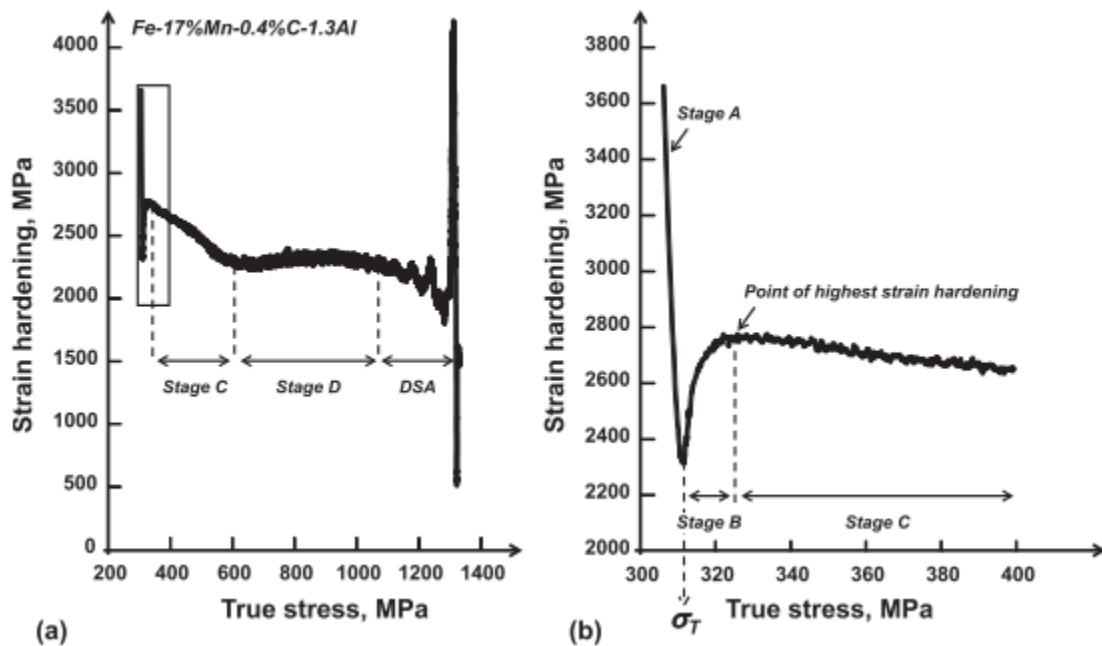


Figura 2.24: a) Endurecimiento por deformación de un acero TWIP, mostrando diferentes etapas durante la deformación. En la última etapa se presenta el envejecimiento dinámico (DSA) propio de los aceros TWIP. b) Detalle de las etapas iniciales del endurecimiento por deformación [6].

La etapa inicial del endurecimiento por deformación, A, es controlada fundamentalmente por deslizamiento de dislocaciones, sin la formación de maclado mecánico. Se observa un declive abrupto del endurecimiento debido al decrecimiento del almacenamiento de dislocaciones producto de la recuperación dinámica del material. En esta etapa hay una incubación de puntos de nucleación de maclas debido a la interacción de dislocaciones entre sí y a la formación de fallas de apilamiento.

En la etapa B el endurecimiento por deformación se incrementa, y el maclado comienza en los granos preferentemente orientados. Esta etapa se inicia usualmente entre el 3 y 4% de deformación. Las maclas funcionan como obstáculos para el deslizamiento de las dislocaciones, por lo que se necesita cada vez mayor tensión para seguir deformando; a su vez, el maclado da lugar a una rotación de los granos, activándose nuevos sistemas de deslizamiento que permiten continuar con la deformación plástica.

El máximo rango de endurecimiento por deformación está dado entre la etapa B y C, y luego va decreciendo. Los granos se encuentran segmentados por las maclas, a las cuales las dislocaciones irán sorteando para seguir deformando el material.

En la etapa D, el endurecimiento permanece constante, debido a la activación de sistemas de maclado secundarios y a interacciones macla-macla.

En la última etapa, la curva sinuosa previa a la rotura se la asocia al envejecimiento dinámico por deformación (DSA), descrito en la Sección 2.4.1.

2.6. Texturas cristalográficas

Se define como textura cristalográfica a la tendencia a la orientación de los planos cristalinos en un volumen de material respecto a un sistema de referencia [45]. En la Figura 2.25 se muestra la diferencia entre un material aleatoriamente orientado y uno preferentemente orientado; las flechitas indican una determinada dirección cristalográfica en cada grano. Es muy importante conocer la textura del material que estamos trabajando ya que de ella dependen muchas propiedades del mismo: módulo de Young, coeficiente de Poisson, ductilidad, tenacidad, permeabilidad magnética, conductividad eléctrica, etc.

Desde un punto de vista estadístico, podemos distinguir entre:

- **Macrotextura:** textura que refleja un valor promedio de las orientaciones en el volumen de la muestra, se determina midiendo la orientación de un gran número de granos (desde 100 hasta 1000 granos o más).
- **Microtextura:** textura que refleja la estadística de las orientaciones y también la ubicación espacial de cada grano.

El estudio de textura se refiere a la determinación de las direcciones preferenciales de orientación (cualitativamente), y el cálculo de la fracción de volumen asociada a cada una de esas orientaciones (cuantitativamente).

Existen diversas técnicas para medir las texturas, cada una apropiada al tipo de análisis que se quiera hacer (macro o microtextura). Estas se resumen en el esquema de la Figura 2.26.

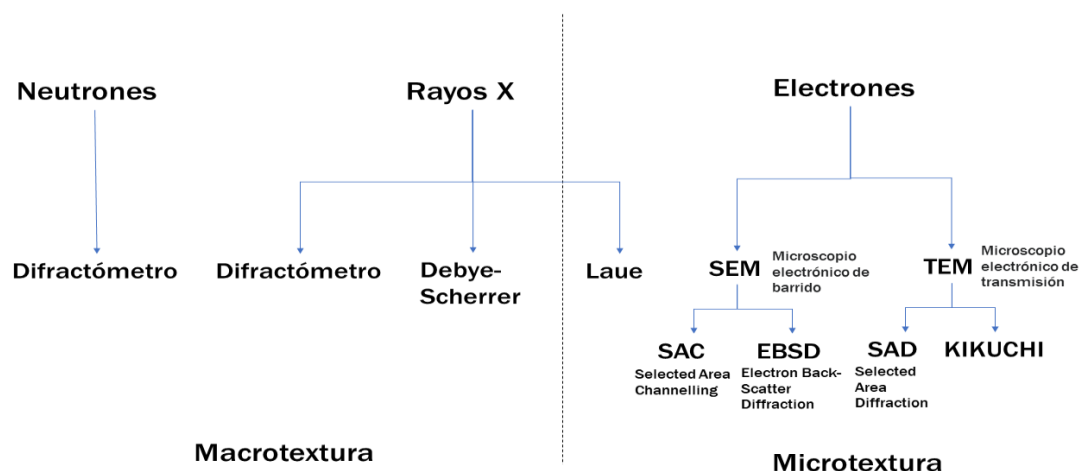


Figura 2.26: Macrotextura y microtextura. Técnicas utilizadas para estudiar un material.

A la hora de analizar los datos medidos, tanto cuantitativa como cualitativamente, la representación de la distribución de las orientaciones de los cristales puede hacerse en forma de figuras de polos (proyección estereográfica de los planos cristalográficos), figuras de polos inversas o el espacio de Euler.

Figura de polos

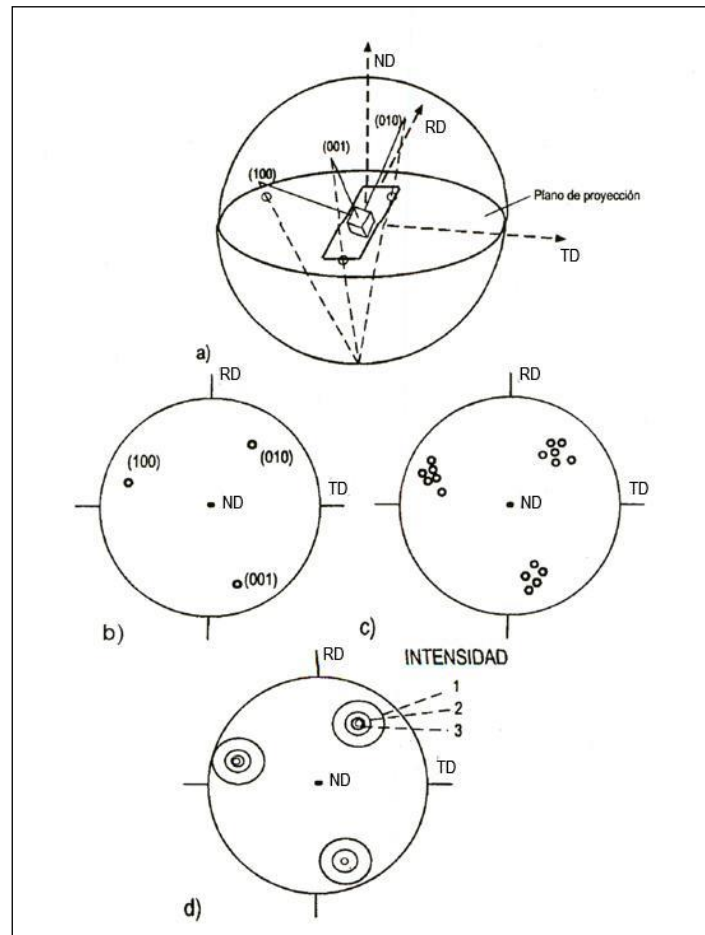


Figura 2.27: Concepto de formación de figuras de polos [46].

El diagrama de la Figura 2.27, muestra el concepto de formación de figuras de polos; en la Figura 2.27a se muestra la proyección sobre el plano de referencia de los ejes de la muestra (RD: dirección de laminación, ND: dirección normal, TD: dirección transversal), y los planos (100), (010) y (001) de un grano. En la Figura 2.27b se muestra la proyección de un grano en el plano de referencia, en la 2.27c se muestra la repetición de la proyección para otros granos, y en la 2.27d, los contornos de densidad de c.

Figura de polo inversa

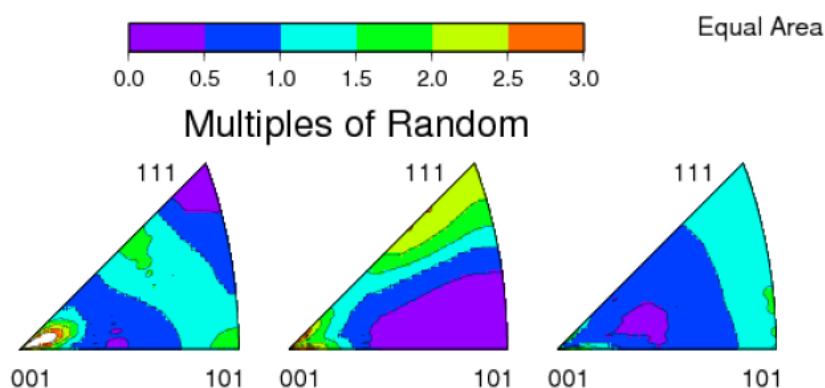


Figura 2.28: Figuras de polo inversas representada en escala de colores [45].

Una figura de polo inversa (Figura 2.28) registra la densidad de polos de los planos $\{hkl\}$, paralelos a una superficie dada de la muestra, sobre una región característica del sistema cristalino del material. Es suficiente plotear una pequeña porción de la proyección estereográfica para representar la Figura de Polos Inversa en su totalidad. Esto se debe a la simetría cristalina del material, que es la que determina la llamada "región irreducible" en la esfera de proyección.

Espacio de Euler

Otra forma de mostrar la orientación cristalográfica del material respecto a la orientación de la muestra es como un punto en el espacio de Euler. Este espacio es tridimensional y se forma a través de los ángulos de precesión, nutación y spin (ángulos de Euler), como se muestra en la Figura 2.29. Estos se determinan a partir de tres rotaciones consecutivas de los ejes del sistema coordenado de la muestra para hacerlos coincidir con los ejes coordenados del cristal.

Existen diferentes convenciones para expresar los ángulos de Euler, la convención más común es la formulada por Bunge, quien describe las rotaciones como ψ_1 , Φ , y ψ_2 .

Algunas orientaciones se encuentran a lo largo de cierto camino formando una fibra cristalográfica en el espacio de orientaciones. La Figura 2.30 muestra las fibras más importantes que se pueden encontrar en los aceros en el espacio de Euler reducido [45].

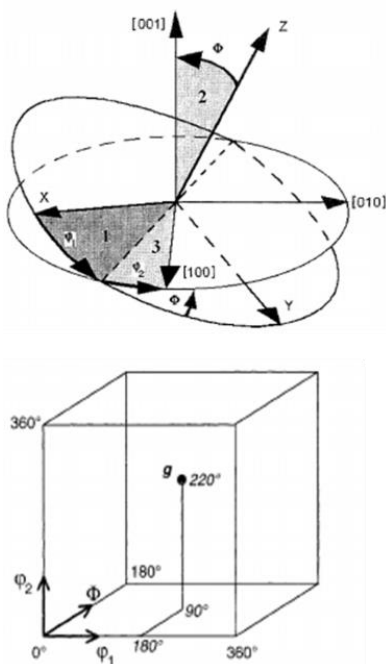


Figura 2.29: Espacio de Euler, definición del espacio a través de la rotación en los ángulos de precesión, nutación y spin [45].

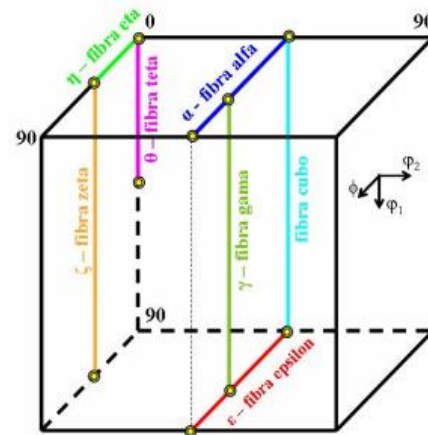


Figura 2.30: Espacio de Euler. Fibras cristalográficas más importantes [45].

Usualmente, la representación tridimensional resulta incómoda y compleja de comunicar, es por eso que generalmente, la representación se realiza mediante secciones a través del espacio de orientaciones. En la Figura 2.31, se muestra el espacio de Euler tridimensional y las representaciones en las distintas secciones del espacio cada 5 grados.

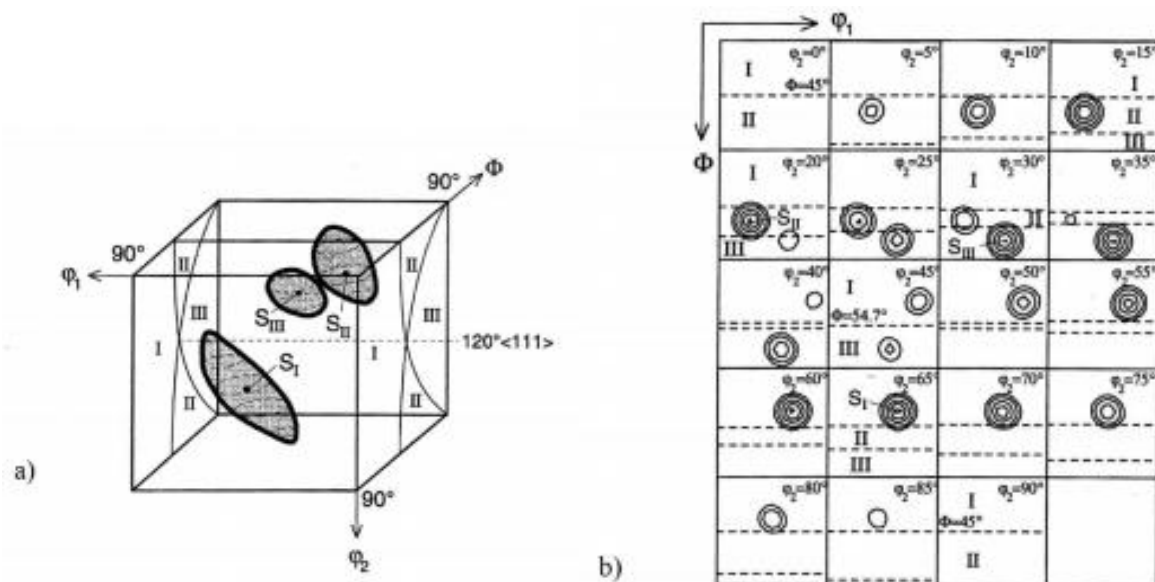


Figura 2.31: (a) Componentes de orientación (123) en el espacio de Euler reducido. (b) Mismas componentes de (a) graficadas con líneas de isointensidad en la sección ϕ_2 del espacio de Euler [45].

Función distribución de orientaciones

La proyección de la distribución de orientaciones tridimensional en figuras de polos bidimensionales causa, generalmente, pérdida de información, por lo que no es posible determinar la densidad de orientación de los cristalitos de una muestra policristalina, es decir, su textura, a partir de las figuras de los polos experimentales sin cierta ambigüedad. Por esto, para el análisis cuantitativo de la macrotextura es necesario el cálculo de la función de distribución de orientaciones (ODF). La ODF se define como una función sobre el espacio de orientaciones que asocia a cada orientación g el porcentaje en volumen de cristales de una muestra policristalina que se encuentran en esta orientación específica. Generalmente, la ODF se calcula a partir de un conjunto de figuras de polos medidas experimentalmente en la muestra y, para representarla se requiere un marco tridimensional apropiado. El espacio de Euler es el más utilizado para los datos de macrotextura, donde se asocia los ángulos de Euler ϕ_1 , Φ y ϕ_2 con la densidad de probabilidad de orientaciones g [45].

2.6.1. Textura en función de la energía de falla de apilamiento

La textura que desarrollará un material luego de su deformación, depende del valor de la SFE del mismo, del tipo de deformación o tratamiento termomecánico aplicado. En la Figura 2.32 podemos ver los aspectos más importantes de la textura de laminado en materiales FCC en función de su SFE [1].

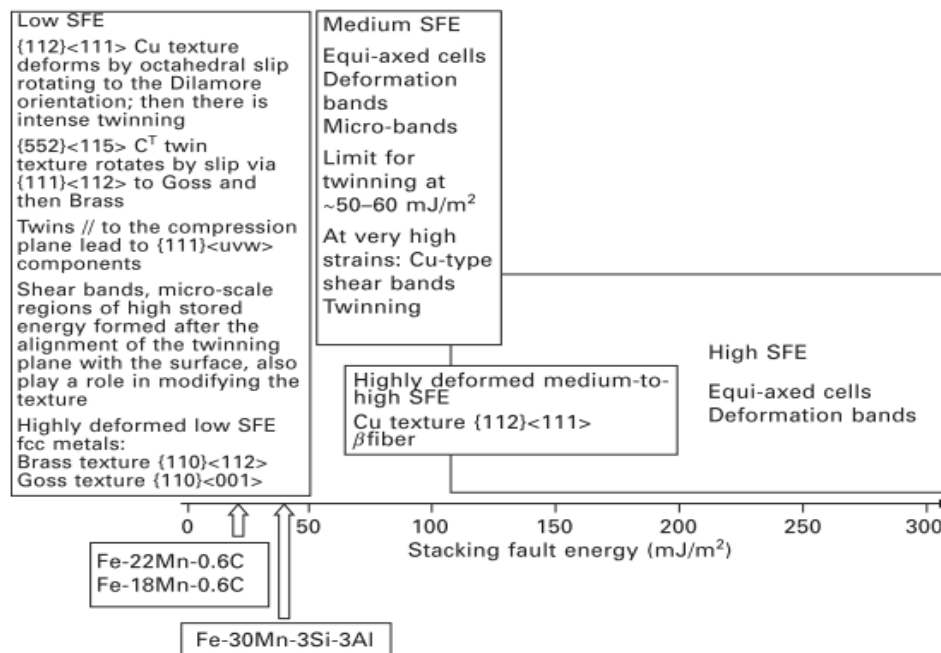


Figura 2.32: Evolución de la textura durante el laminado para aceros FCC en función de su SFE. [1]

En los aceros TWIP, de baja SFE, el mecanismo de formación de la textura cristalográfica es complejo, ya que el maclado genera una rotación específica en los granos del material. La formación de maclas no es homogénea y depende de la orientación previa de los granos, que activará un determinado sistema de maclado o de deslizamiento. En la Tabla 2.4 se resumen algunas componentes de texturas características de los aceros TWIP.

Tabla 2.4: Resumen de texturas características de aceros FCC con sus respectivos factores de Schmid máximo para maclado $\{111\}<112>$ y deslizamiento $\{111\}<110>$

Nombre de la componente	Plano Normal	Dirección	Factor de Schmid Máximo	
			Maclado	Deslizamiento
Cube	$\{001\}$	$<100>$	0.23	0.41
Goss	$\{001\}$	$<110>$	0.23	0.41
Brass	$\{110\}$	$<112>$	0.39	0.41
Copper	$\{112\}$	$<111>$	0.31	0.27
Rotated Brass	$\{110\}$	$<111>$	0.31	0.27

2.6.2. Evolución de las texturas en un acero TWIP

2.6.2.1. Luego del laminado

Los cambios de orientación en la deformación por laminado son complejos y, como ya hemos mencionado, dependen de la SFE del material. Entonces, el desarrollo de las texturas va a depender de la composición química, las condiciones de laminado, y el proceso de recristalización. Para los aceros FCC las texturas típicas de laminado son tipo Cu y tipo Brass. La textura tipo Cu es típica de los aceros laminados de alta SFE, donde su mecanismo de deformación es el deslizamiento por dislocaciones en el sistema $\{111\}<110>$. La textura tipo Cu en una combinación de componentes S, Cu y Brass,

desarrollan una fibra beta. En cambio, los aceros TWIP, que maclan durante la deformación, transforman la textura tipo Cu en tipo Brass. Ésta se mantiene estable luego de laminar el material, cuando se activan ambos mecanismos de deformación: deslizamiento de dislocaciones y maclado. Es una textura típica de materiales FCC de baja energía de falla de apilamiento, y sus componentes son Brass $\{110\}\langle 112 \rangle$ y Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$, desarrollando una fibra alfa [12, 6].

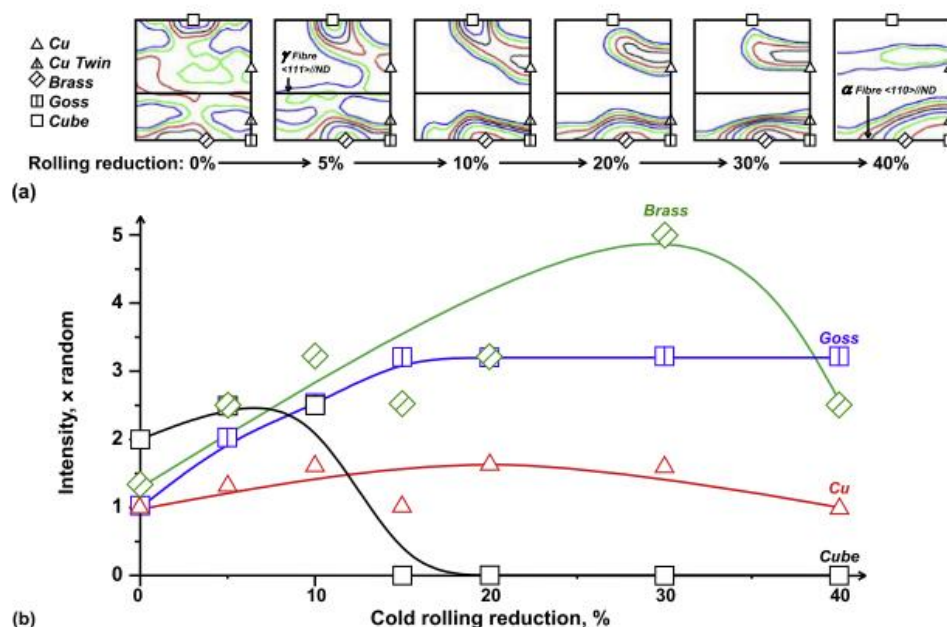


Figura 2.33: (a) Evolución de la ODF durante el laminado en frío para un acero Fe-22Mn-0,6C-0,08N TWIP. (b) Evolución de la fracción de volumen de las texturas principales presentes en (a) [48].

Entonces, el maclado juega un rol importante en la aparición de la textura tipo Brass en aceros de baja SFE. Durante la deformación, aquellos granos con orientación Cu $\{112\}\langle 111 \rangle$ maclan hacia la orientación CuT $\{552\}\langle 115 \rangle$. Luego, el deslizamiento de dislocaciones causa que estos granos roten alrededor de $\langle 110 \rangle // \text{TD}$ (dirección de tracción) hacia las orientaciones estables Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$ y Brass $\{110\}\langle 112 \rangle$ [47]. En la Figura 2.33 se muestra la evolución de cada componente de textura durante la reducción en frío de un acero TWIP [48].

2.6.2.2. Luego de la recrystalización

La recrystalización del material es un proceso muy importante para la determinación de la microestructura del material. La rápida cinemática de la recrystalización y el mecanismo de nucleación orientado determina la evolución de la textura.

Bracke *et al.* [48] estudiaron un acero deformado en frío al 50% recocido a diferentes temperaturas, lo que corresponde a distintos porcentajes de recrystalización. Primeramente, se observan las componentes de textura en el material laminado en frío: Brass, Goss y Cu. Luego, durante el proceso de recrystalización la textura del material no cambia. De hecho, se puede apreciar en la Figura 2.34 que, los componentes de textura continúan con las mismas intensidades.

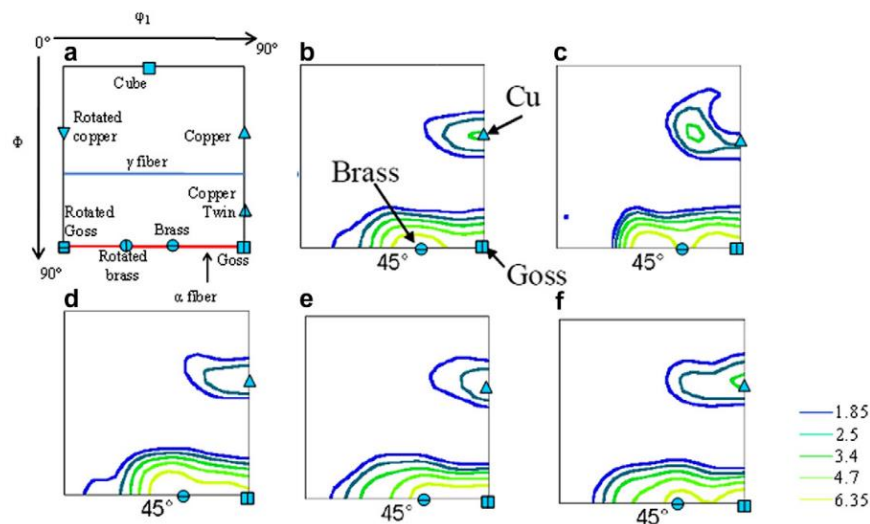


Figura 2.34: Secciones de la ODF $\phi_2=45^\circ$ (a) componentes principales, (b) luego de 50% de laminado en frío, (c) $600^\circ\text{C} - 120\text{s}$, (d) $625^\circ\text{C} - 120\text{s}$, (e) $650^\circ\text{C} - 120\text{s}$, (f) $700^\circ\text{C} - 120\text{s}$. Las líneas de contorno indican la multiplicidad de ocurrencia comparada con la distribución uniforme [47].

Sin embargo, estos resultados no concuerdan con Barrales-Mora *et al.* [49], quienes estudiaron aceros TRIP y TWIP con reducciones desde 20% a 50% y recocidos posteriores entre 500°C y 700°C . Ellos determinaron que las texturas fueron muy débiles para las temperaturas de recocido más bajas, mientras que, para las más altas, prácticamente fueron aleatorias. El predominio de granos orientados al azar, en todos los casos, es justificado por la influencia de la nucleación de los mismos en las bandas de corte (bandas de deslizamiento), típicas de las aleaciones de baja SFE. En la Figura 2.35 se observa el porcentaje en volumen de cada componente de textura característica y su evolución luego de los recocidos a 560°C y 700°C . El porcentaje de textura aleatoria tiende a crecer a medida que aumenta la temperatura de recocido.

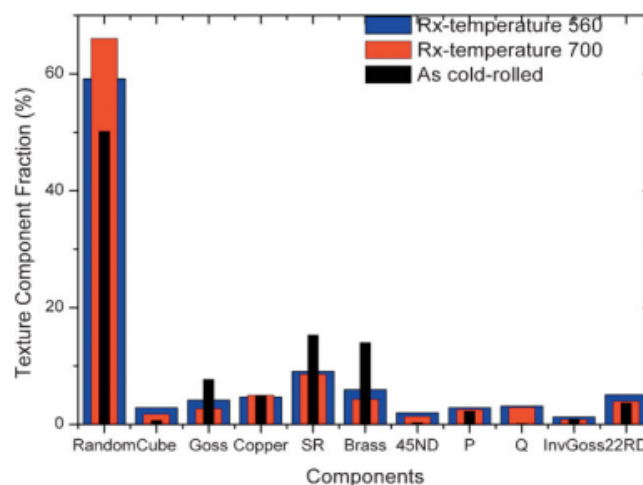


Figura 2.35: Fracción de volumen de los componentes de textura de un acero TRIP luego del laminado en frío (barras negras), y luego de la recrystalización a 560°C (barras azules) y a 700°C (barras rojas) [49].

2.6.2.3. Luego de la deformación uniaxial

Muchos autores [12, 50, 51] encontraron que, luego de la deformación uniaxial por tracción de los aceros TWIP existe un claro incremento de las fibras $\langle 111 \rangle$ y $\langle 100 \rangle$ orientadas paralelas al eje de tracción.

Estas fibras se componen principalmente de las componentes Brass rotado y Cobre ($\langle 111 \rangle$), y de las componentes Cubo y Goss ($\langle 100 \rangle$), predominando la fibra $\langle 111 \rangle$ sobre la $\langle 100 \rangle$. Este comportamiento fue estudiado, particularmente, por Barbier *et al.* [51] a través de la técnica EBSD en un acero TWIP Fe-22Mn-0.6C deformado uniaxialmente por tracción. Se puede observar en la Figura 2.36 que el maclado evoluciona preferentemente en los granos con orientación cercana a $\langle 111 \rangle$ //tD y las maclas se orientan paralelas a $\langle 100 \rangle$. La orientación $\langle 111 \rangle$ //tD es óptima y refuerza la formación de maclas.

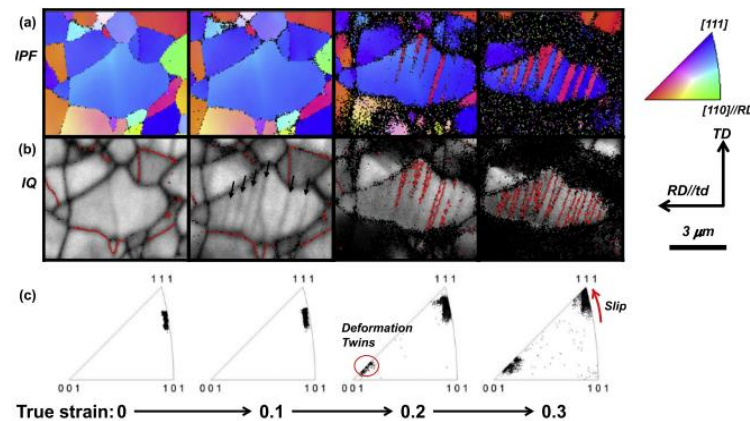


Figura 2.36: Análisis de EBSD in situ para deformaciones en el rango de 0.0 a 0.3, a) evolución de la figura de polo inversa del material, b) Imágenes de calidad con contraste de la misma región, c) figuras de polos tomadas a diferentes deformaciones [1].

También, De Cooman *et al.* [1] mostraron la influencia de la orientación de los granos en el maclado en un acero TWIP traccionado hasta el 50% de deformación total. En la Figura 2.37 se observa la presencia del componente de textura Brass en los granos altamente maclados.

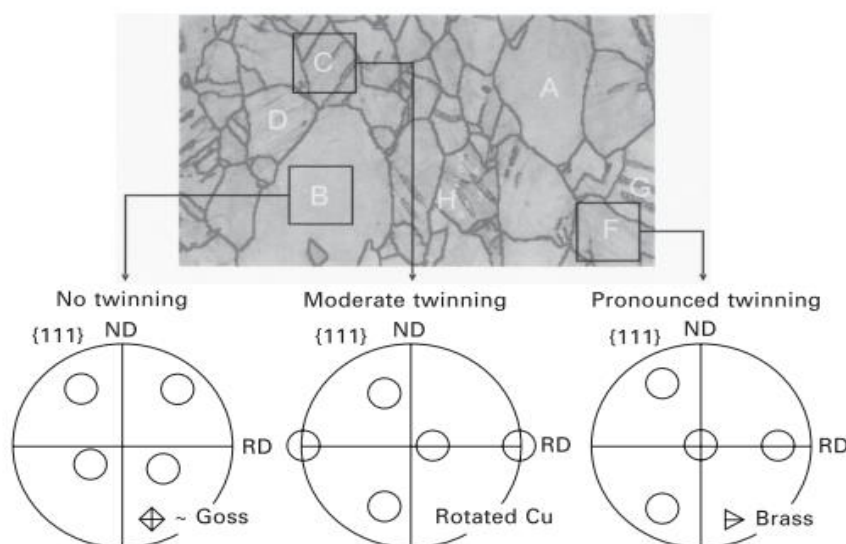


Figura 2.37: Análisis de orientación de granos en un acero Fe-Mn-Al-C TWIP a 50% de deformación ingenieril. Se muestra la diferencia de orientación entre granos sin maclas, con una cantidad moderada de maclas y con gran cantidad de maclas [1].

La tendencia de un grano a maclar o deslizar se puede calcular según su factor de Schmid. En la Tabla 2.4 se muestran los respectivos factores de Schmid máximos para el maclado $\{111\}\langle 112\rangle$ y deslizamiento $\{111\}\langle 110\rangle$ de las componentes típicas de los aceros TWIP. Meng *et al.* [52] afirman que el deslizamiento múltiple y el apilamiento de dislocaciones son requerimientos esenciales para que comience el proceso de maclado, ya que favorecen la rotación de los granos hacia la dirección $\langle 111\rangle$. Los granos orientados con esa dirección paralela al eje de tracción tienen tres variantes para maclar y se encuentran favorablemente orientados para ello. Gutierrez-Urrutia *et al.* [39] validaron experimentalmente estos resultados para bajas deformaciones (0.05). Sin embargo, para grandes deformaciones (0.3) encontraron maclas aún en granos favorablemente orientados para el deslizamiento, según la ley de Schmid.

Referencias

- [1] B. C. De Cooman, "Phase transformations in high manganese twinning-induced plasticity (TWIP) steels," *Phase Transform. Steels*, vol. 2, pp. 295–331, 2012.
- [2] S. Mahajan and J. W. Christian, "Deformation Twinning," *J. Mater. Sci.*, vol. 4, no. 7, pp. 646–648, 1969.
- [3] M. Raposo, Desarrollo de aceros TRIP/TWIP con alto contenido de manganeso para aplicaciones automotrices, 2019.
- [4] G. B. Cohen, Morris; Olson, "Kinetics of Strain-Induced Martensitic Nucleation," *J. Assoc. Physicians India*, vol. 62, no. JUNE SPEC.ISSUE, pp. 19–27, 1975.
- [5] H. Idrissi, L. Ryelandt, M. Veron, D. Schryvers, and P. J. Jacques, "Is there a relationship between the stacking fault character and the activated mode of plasticity of Fe-Mn-based austenitic steels?," *Scr. Mater.*, vol. 60, no. 11, pp. 941–944, 2009.
- [6] B. C. De Cooman, Y. Estrin, and S. K. Kim, "Twinning-induced plasticity (TWIP) steels," *Acta Mater.*, vol. 142, pp. 283–362, 2018.
- [7] M. A. Meyers, O. Vöhringer, and V. A. Lubarda, "The onset of twinning in metals: A constitutive description," *Acta Mater.*, vol. 49, no. 19, pp. 4025–4039, 2001.
- [8] H. K. D. H. Bhadeshia, "Crystallography Materials Science & Metallurgy," pp. 1–84, 2011.
- [9] S. Allain, J. P. Chateau, D. Dahmoun, and O. Bouaziz, "Modeling of mechanical twinning in a high manganese content austenitic steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 387–389, no. 1-2 SPEC. ISS., pp. 272–276, 2004.
- [10] G. B. Olson and M. Cohen, "A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC $\rightarrow$ HCP transformation," *Metall. Trans. A*, vol. 7, no. 12, pp. 1897–1904, 1976.
- [11] B. C. De Cooman, K. Chin, and J. Kim, "High Mn TWIP Steels for Automotive Applications," *New Trends Dev. Automot. Syst. Eng.*, no. May 2014, 2011.
- [12] O. Bouaziz, S. Allain, C. P. Scott, P. Cugy, and D. Barbier, "High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships," *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, vol. 15, no. 4, pp. 141–168, 2011.
- [13] T. A. Lebedkina, M. A. Lebyodkin, J. P. Chateau, A. Jacques, and S. Allain, "On the mechanism of unstable plastic flow in an austenitic FeMnC TWIP steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 519, no. 1–2, pp. 147–154, 2009.
- [14] K. Renard, S. Ryelandt, and P. J. Jacques, "Characterisation of the Portevin-Le Châtelier effect affecting an austenitic TWIP steel based on digital image correlation," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 12, pp. 2969–2977, 2010.
- [15] P. Lan and J. Zhang, "Serrated Flow and Dynamic Strain Aging in Fe-Mn-C TWIP Steel," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 1, pp. 147–161, 2018.
- [16] E. C. Bain and H. W. Paxton, *Alloying elements in steel*. American Society for Metals, 1961.
- [17] D. M. Stannard and A. J. Baker, *The Inter-relationship of Microstructures and Mechanical Properties in High Manganese Steels*. Pergamon Press Ltd, 2013.

- [18] D. M. Stannard and A. J. Baker, *The Inter-relationship of Microstructures and Mechanical Properties in High Manganese Steels*. Pergamon Press Ltd, 1971.
- [19] K. Nohara, Y. Ono, and N. Ohashi, "Composition and grain size dependencies of strain-induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels.," *ISIJ Int.*, vol. 63, no. 5, pp. 212–222, 1977.
- [20] R. E. Schramm and R. P. Reed, "Stacking Fault Energies of Seven Commercial Austenitic Stainless Steels," *Met. Trans. A*, vol. 6, no. July, p. 1345, 1975.
- [21] L. Vitos, J. O. Nilsson, and B. Johansson, "Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory," *Acta Mater.*, vol. 54, no. 14, pp. 3821–3826, 2006.
- [22] O. A. Zambrano, "Stacking fault energy maps of Fe-Mn-Al-C-Si steels: Effect of temperature, grain size, and variations in compositions," *J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME*, vol. 138, no. 4, 2016.
- [23] W. S. Yang and C. M. Wan, "The influence of aluminium content to the stacking fault energy in Fe-Mn-Al-C alloy system," *J. Mater. Sci.*, vol. 25, no. 3, pp. 1821–1823, 1990.
- [24] B. W. Oh, S. J. Cho, Y. G. Kim, Y. P. Kim, W. S. Kim, and S. H. Hong, "Effect of aluminium on deformation mode and mechanical properties of austenitic FeMnCrAlC alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 197, no. 2, pp. 147–156, 1995.
- [25] F. C. Chen, C. P. Chou, P. Li, and S. L. Chu, "Effect of aluminium on TRIP FeMnAl alloy steels at room temperature," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 160, no. 2, pp. 261–270, 1993.
- [26] Y. G. Kim, J. M. Han, and J. S. Lee, "Composition and temperature dependence of tensile properties of austenitic FeMnAlC alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 114, no. C, pp. 51–59, 1989.
- [27] N. I. Medvedeva, M. S. Park, D. C. Van Aken, and J. E. Medvedeva, "First-principles study of Mn, Al and C distribution and their effect on stacking fault energies in fcc Fe," *J. Alloys Compd.*, vol. 582, pp. 475–482, 2014.
- [28] J. E. Jin and Y. K. Lee, "Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel," *Acta Mater.*, vol. 60, no. 4, pp. 1680–1688, 2012.
- [29] K. T. Park, K. G. Jin, S. H. Han, S. W. Hwang, K. Choi, and C. S. Lee, "Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 16–17, pp. 3651–3661, 2010.
- [30] H. K. Yang, Z. J. Zhang, F. Y. Dong, Q. Q. Duan, and Z. F. Zhang, "Strain rate effects on tensile deformation behaviors for Fe-22Mn-0.6C-(1.5Al) twinning-induced plasticity steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 607, pp. 551–558, 2014.
- [31] H. K. Yang, Y. Z. Tian, and Z. F. Zhang, "Revealing the mechanical properties and microstructure evolutions of Fe-22Mn-0.6C-(x)Al TWIP steels via Al alloying control," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 731, no. May, pp. 61–70, 2018.
- [32] J.-E. Jin and Y.-K. Lee, "Microstructure and Mechanical Properties of Al-Added High Mn Austenitic Steel," *Adv. Steels*, pp. 259–264, 2011.
- [33] L. Rémy and A. Pineau, "Twinning and strain-induced f.c.c. $\rightarrow$ h.c.p. transformation on the

- mechanical properties of CoNiCrMo alloys,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 26, no. 1, pp. 123–132, 1976.
- [34] S. Curtze and V. T. Kuokkala, “Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy, temperature and strain rate,” *Acta Mater.*, vol. 58, no. 15, pp. 5129–5141, 2010.
- [35] V. Shterner, I. B. Timokhina, and H. Beladi, “On the work-hardening behaviour of a high manganese TWIP steel at different deformation temperatures,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 669, pp. 437–446, 2016.
- [36] M. Raposo, M. Martín, M. F. Giordana, V. Fuster, and J. Malarria, “Effects of Strain Rate on the TRIP–TWIP Transition of an Austenitic Fe-18Mn-2Si-2Al Steel,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 50, no. 9, pp. 4058–4066, 2019.
- [37] Y. Ha, H. Kim, K. H. Kwon, S. G. Lee, S. Lee, and N. J. Kim, “Microstructural Evolution in Fe-22Mn-0.4C Twinning-Induced Plasticity Steel During High Strain Rate Deformation,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 2, pp. 545–548, 2015.
- [38] R. Allende-seco, A. Artigas, H. Bruna, L. Carvajal, and A. Monsalve, “Hardening by transformation and cold working in a Hadfield steel cone crusher liner .,” pp. 1–10, 2021.
- [39] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaefferer, and D. Raabe, “The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22wt.% Mn-0.6wt.% C TWIP steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 15, pp. 3552–3560, 2010.
- [40] D. Cornette, P. Cugy, A. Hildenbrand, M. Bouzekri, and G. Lovato, “Ultra high strength FeMn TWIP steels for automotive safety parts,” *SAE Tech. Pap.*, no. 724, 2005.
- [41] P. Cugy, A. Hildenbrand, M. Bouzekri, D. Cornette, S. Göklü, and H. Hofmann, “A super-high strength Fe-Mn-C austenitic steel with excellent formability for automobile applications,” in *First International Conference on Super-High Strength Steels*, 2005.
- [42] B. C. De Cooman, K. Chin, and J. Kim, “High Mn TWIP Steels for Automotive Applications,” *New Trends Dev. Automot. Syst. Eng.*, 2012.
- [43] I. Gutierrez-Urrutia and D. Raabe, “Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe-22 wt.% Mn-0.6 wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging,” *Acta Mater.*, vol. 59, no. 16, pp. 6449–6462, 2011.
- [44] E. E. D. S. Asgari and R. D. D. S. R. Kalidindi, “‘Strain Hardening Regimes and Microstructural Evolution during Large Strain Compression of Low Stacking Fault Energy Fcc Alloys That Form Deformation Twins.’ Metallurgical and Materials Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science) Sept. 1997,” *Metall. Mater. Trans. a*, vol. 28, no. September, pp. 1781–1782, 1997.
- [45] W. Skrotzki, “Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping . By Olaf Engler and Valerie Randle. Pp. 456. 2nd ed. Boca Raton: CRC Press. ISBN 978-1-4200-6365-3. ,” *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 43, no. 4, pp. 947–947, 2010.
- [46] A.V. Druker, Desarrollo de texturas y tratamientos termomecánicos en aleaciones fe-mn-si con memoria de forma, Tesis doctoral UNR (2009).
- [47] L. Bracke, K. Verbeken, L. Kestens, and J. Penning, “Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel,” *Acta Mater.*, 2009.

- [48] L. Bracke, K. Verbeken, and L. A. I. Kestens, “Texture generation and implications in TWIP steels,” *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 12, pp. 1007–1011, 2012.
- [49] L. A. Barrales-Mora, Y. Lü, and D. A. Molodov, “Experimental determination and simulation of annealing textures in cold rolled TWIP and TRIP steels,” *Steel Res. Int.*, vol. 82, no. 2, pp. 119–126, 2011.
- [50] P. Yang, T. Y. Liu, F. Y. Lu, and L. Meng, “Orientation dependence of martensitic transformation in high Mn TRIP/TWIP steels,” *Steel Res. Int.*, vol. 83, no. 4, pp. 368–373, 2012.
- [51] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo, and M. Humbert, “Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 500, no. 1–2, pp. 196–206, 2009.
- [52] L. Meng, P. Yang, Q. Xie, H. Ding, and Z. Tang, “Dependence of deformation twinning on grain orientation in compressed high manganese steels,” *Scr. Mater.*, vol. 56, no. 11, pp. 931–934, 2007.

3. Procedimientos Experimentales

En este capítulo se describen los procedimientos y métodos experimentales realizados durante la producción de la tesis. Particularmente, se detallarán cada una de las técnicas utilizadas tanto para la elaboración de las aleaciones como para la caracterización microestructural y de sus propiedades mecánicas.

3.1. Proceso de producción de aleaciones

Para esta tesis produjimos una aleación del sistema Fe-Mn-C-Al, de composición nominal **Fe-22Mn-0,6C-1,5Al**, tomando como referencia otras aleaciones elaboradas previamente en el grupo de trabajo, Fe-15Mn-3Si y Fe-18Mn-2Si-2Al [1]. Se utilizó materia prima comercial comprada a proveedores de acerías o fundiciones, con la intención de lograr un marco de trabajo transferible a la industria. La magnitud de la colada, aproximadamente 2 kg., y el elevado contenido de Mn, impidió la utilización de hornos industriales, ya que éstos son de mucha mayor capacidad (los más pequeños, de 100 kg), y el Mn produce un importante deterioro en los recubrimientos refractarios. Es por esto que, para la fundición del material utilizamos el horno de inducción del Laboratorio de Aleaciones Especiales del Centro Atómico Constituyentes (CNEA). A continuación, se describe el proceso de producción de la aleación:

3.1.1. Preparación de la materia prima

Para realizar la colada contamos con la siguiente materia prima:

- Fe: alambrón de acero de 0,05% C de 6 mm de diámetro nominal, cortado en trozos de 50 mm de largo que fueron previamente arenados y cepillados para quitarles su capa externa de óxido.
- Mn: de alta pureza (99,9%) en escamas. Realizamos una limpieza del mismo manualmente.
- Al: de alta pureza (99,9%), lingote donado por Aluar S.A.; se agregó en pequeños trozos.
- C: se agregó a partir de trozos de fundición gris.

A partir de la materia prima disponible, se realizó un balance de masa para calcular las proporciones necesarias de cada una. Se agregó además un 2% extra de Mn con el objetivo de compensar la pérdida de este elemento en la composición durante la colada, producto de su alta volatilidad. En la Figura 3.1 se observa este balance de masa. El mismo fue obtenido usando una plantilla de Excel (llamada “Excel-solver”).

22Mn-0.6C-1.5Al			usando Excel-solver		+ 2%	
	Variable	x _i				
Fe	m9	1201,160				Xfe_m9-1005
C	m1	333,316				Xc-si_m1-fund gris
Si	m2	1,824				Xsi_m2-Si Cordes
Mn	m3	436,036			8,72	Xmn_m3-Escamas
Cr	m4	0,000				Xcr_m4-Cordes
Ni	m5	0,000				Xni_m5-Cordes
Mo	m6	0,000				Xmo_m6
Cu	m7	0,002				Xcu_m7-Tocho
Al	m8	29,995				Xal_m8-Aluar
			peso en (g)			
			2002,333			

Figura 3.1: Balance de masa de la cantidad necesaria de cada material para realizar la colada de un acero de composición Fe-22Mn-0.6C-1.5Al.

3.1.2. Diseño y preparación del molde

Se utilizó un molde metálico, diseñado y fabricado en el taller del IFIR. El molde consistió en dos tapas idénticas individuales de acero AISI 1045, unidas entre sí mediante bulones y tuercas. En la Figura 3.2 se muestra un plano con las dimensiones adecuadas para obtener dos lingotes de 130 x 60 x 10 mm, lo que facilitará la posterior laminación. Se fabricó también, con el mismo material, un embudo que fue colocado en el canal central del molde al momento de colada. De esta manera, el líquido entra a través del embudo hacia el canal de colada y llena las lingoteras desde abajo hacia arriba. El diseño del molde asegura el buen llenado y la ausencia de rechupes en toda la longitud de los lingotes. El conjunto del molde más embudo se muestra en la Figura 3.3.

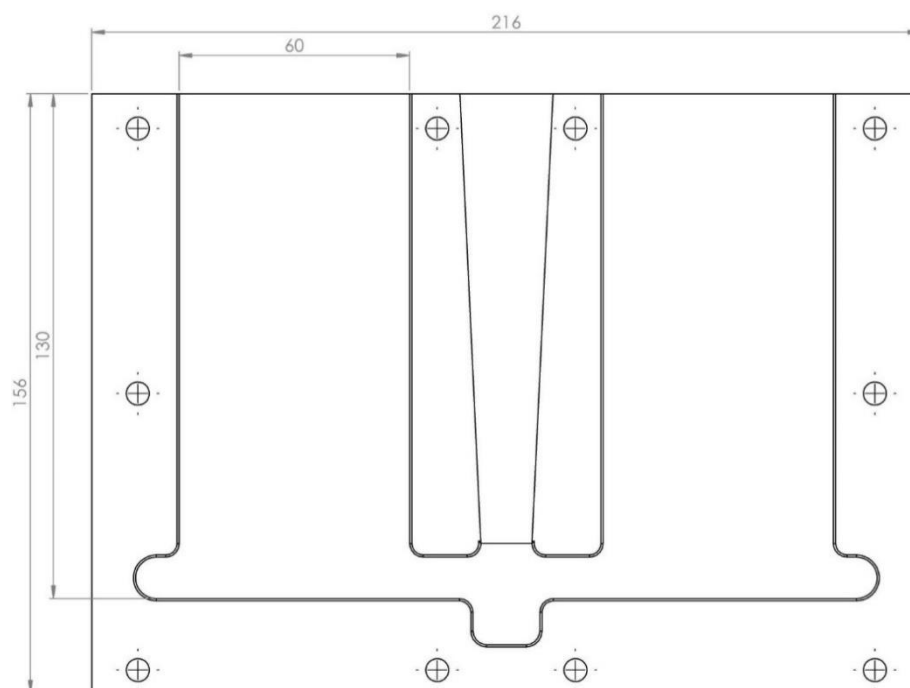


Figura 3.2: Plano de una de las mitades del molde [1]

Previo a la colada, el molde y el embudo metálico se limpiaron con alcohol y, posteriormente, se trataron térmicamente con el objetivo de eliminar tensiones residuales que puedan haber quedado del maquinado.

El tratamiento térmico consistió en calentar el conjunto molde-embudo a 550 °C durante 1 hora, apagar el horno, y dejarlo enfriar dentro del mismo. Luego, un arenado eliminó el óxido presente en toda su superficie (interna y externa). Después de esto, la superficie interna fue cuidadosamente lijada de manera de aumentar su rugosidad y favorecer la adherencia de la pintura refractaria de zirconio que se secó durante 1 día.



Figura 3.3: Fotos de la lingotera metálica con su respectivo embudo. Su interior está pintado, listo para realizar la colada.

3.1.3. Procedimiento de colada

Se utilizó un horno de inducción ALD VIM-6, con una frecuencia de 4 kHz y cámara de moldeo protegida con atmósfera de argón. La materia prima se fundió en un crisol de alúmina, con un volumen calculado para colar de 2 kg de Fe. Las coladas se realizaron llevando el horno a una potencia máxima de 36 kW, en un lapso de tiempo de entre 40 y 50 minutos.

Durante la colada, se utilizó un flujo de argón, para desplazar el oxígeno y nitrógeno de la superficie del caldo líquido. La potencia del horno se fue variando durante el proceso de fusión de los metales, de modo de lograr una temperatura homogénea y uniformidad de composición química. En la Figura 3.4a se observa el burbujeo producido durante la colada del material. Debido a la volatilidad del Mn que se apreció a través de los humos despedidos, se agregó el porcentaje extra previsto de este elemento, calculado anteriormente para las cargas de 2 kg. Determinamos la temperatura de fusión, en base al diagrama de equilibrio Fe-Mn (Ver Sección 2.1), donde el valor correspondiente a la línea liquidus es aproximadamente 1430 °C. Para garantizar colabilidad y fluidez del caldo, prevenir un excesivo engrosamiento del grano, y minimizar la segregación química y otros defectos del proceso, fijamos la

temperatura de colada en 1550 °C [2]. En la Figura 3.4b, se observan los lingotes de la aleación solidificada, junto con el canal de colada y el embudo.



Figura 3.4: a) Material colado, se observó un burbujeo típico de las coladas metálicas. b) Lingotes obtenidos de acero Fe-22Mn-0.6C-1.5Al. Entre los lingotes se observa el material solidificado en el canal de colada y el embudo.

3.1.4. Recocido de homogenización en atmósfera controlada.

Tomando como referencia el trabajo experimental realizado por Gutierrez-Urrutia [3], el material se homogeneizó durante 4 horas a 1100 °C bajo atmósfera de Ar. El objetivo es minimizar la segregación de Mn resultante de la solidificación. De esta manera, logramos una composición homogénea en todo el material.

Para realizar dicho tratamiento térmico fue necesario cortar el lingote en trozos más pequeños. Para evitar pérdida de material y deterioro del mismo, se utilizó la técnica de electroerosión por penetración (EDM), utilizando un equipo ACTSPARK SP1 con control CNC (ver Figura 3.5), perteneciente al Instituto de Física Rosario. En este caso, no necesitamos terminación demasiado fina, por eso se realizó un corte “grueso”, utilizando un voltaje de 111 v.

Para realizar los tratamientos térmicos con la protección de Ar se utilizaron dos técnicas diferentes:

Encapsulado

Encapsulamos los trozos de lingotes del material en tubos de cuarzo de 21 mm de diámetro, en una atmósfera de argón a 160 mmHg de presión. Luego, colocamos las cápsulas en el horno durante 4 hs a 1100 °C. Finalmente, rompimos las cápsulas y templamos en agua.



Figura 3.5: Equipo de electroerosión ACTSPARK SP1 con control CNC.

En horno con flujo de argón

El proceso de encapsulado es costoso y dificultoso para lingotes de gran tamaño. Para evitar este proceso y obtener la homogeneización completa del material, construimos una caja de acero inoxidable (ver Figura 3.6). Colocamos en su interior un lingote fraccionado en 3 partes. Luego, la introducimos dentro del horno y la dejamos llegar a temperatura. Durante todo el tratamiento (calentamiento + 4 hs a 1100 °C) hicimos circular, dentro de la caja, un flujo constante de argón, que desplazó el aire y así evitó la oxidación. Finalmente, retiramos los lingotes y los enfriamos en agua.

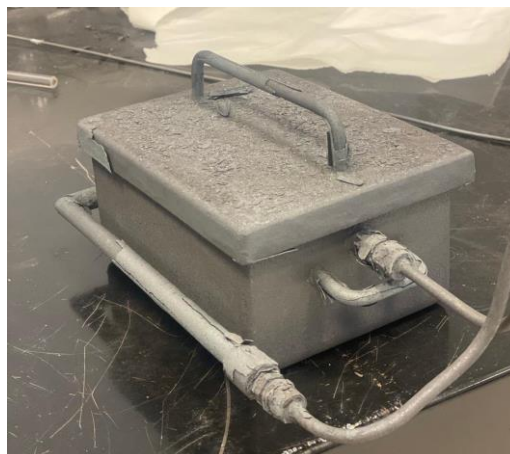


Figura 3.6: Caja de acero inoxidable construida a medida para realizar tratamientos térmicos con atmósfera controlada.

3.2. Análisis de la composición química

Una vez obtenidos y homogenizados los lingotes del material, medimos la composición química en distintas zonas, mediante análisis de espectrometría de emisión óptica y de absorción atómica. En la Tabla 3.1 se muestra que los valores medidos experimentalmente son muy cercanos al valor nominal de la composición deseada, indicando que la colada resultó exitosa.

Tabla 3.1 : Composición química, medida a través de análisis de emisión de espectroscopía óptica y absorción atómica.

	C	Diferencia [%]	Mn	Diferencia [%]	Al	Diferencia [%]
Nominal	0,6	0	22	0	1,5	0
Medida	0,62	3	22,4	2	1.64	9

3.3. Tratamientos termomecánicos: laminados y recocidos

Con el objetivo de obtener chapas de la aleación **Fe-22Mn-0.6C-1.5Al** de espesor final 1 mm, los lingotes de 10 mm ya homogeneizados fueron sometidos a diversos laminados. Las rutas de procesamiento completas se grafican en la Figura 3.7.

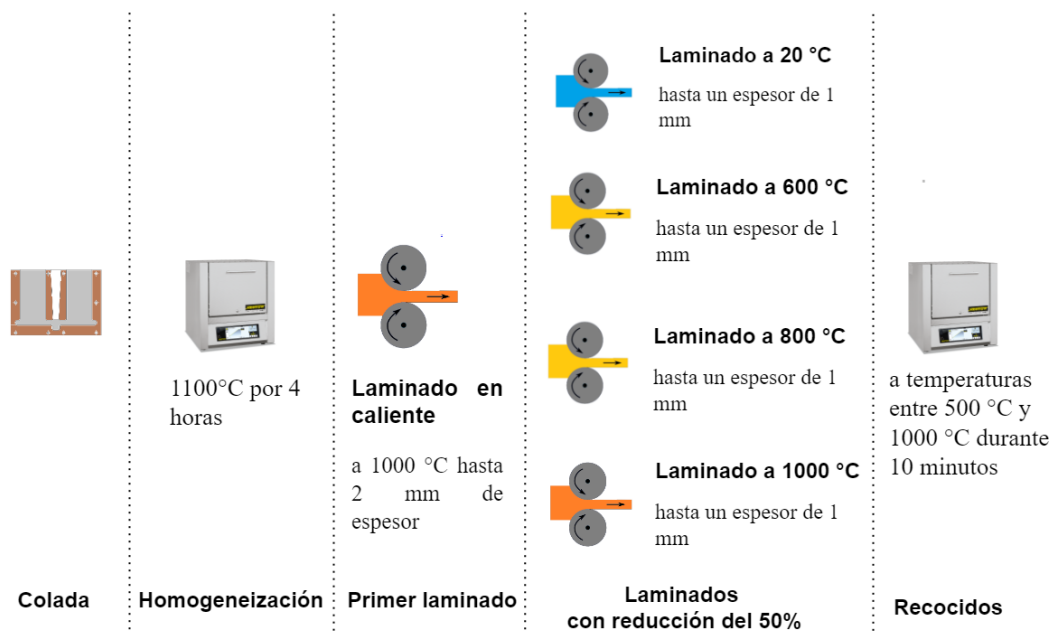


Figura 3.7: Esquema del procesamiento termomecánico para elaborar las chapas de acero TWIP.

3.3.1. Laminados



Figura 3.8: Laminadora de rodillos presente en el IFIR.

Los lingotes fueron laminados con el objetivo de obtener chapas de espesores finos, tal como se aplica esta aleación en la industria. Para realizar esto, utilizamos la laminadora de rodillos de 4 HP de potencia marca Lamrobur, presente en el IFIR, que podemos ver en las fotos de la Figura 3.8. El diámetro y ancho de los rodillos es de 86 mm y 150 mm, respectivamente; la velocidad de los mismos es de 16,5 rpm. El conjunto se completa con un horno de mufla para el calentamiento del material a laminar, que supera los 1000 °C, y su correspondiente controlador. Luego de laminar los lingotes a 1000 °C hasta 2 mm de espesor, las siguientes pasadas se realizaron a diferentes temperaturas finales de procesamiento, hasta alcanzar un espesor final de 1 mm. Se definieron 4 lotes: laminado en frío (20 °C); en tibio (600 °C y 800 °C) y en caliente (1000 °C). De aquí en adelante denominaremos a cada lote LF, L6, L8 y L10, respectivamente. En la Tabla 3.2 se describen cada uno de los procesos termomecánicos aplicados.

3.3.2. Tratamientos térmicos

Tanto el homogeneizado como los recocidos posteriores a la laminación, se realizaron en el horno marca Nabertherm de 3.0 Kw de potencia y una capacidad de 9 litros, utilizando una caja para la circulación del gas de protección, que se muestra en la Figura 3.9. Grupos de cada lote de chapas fueron recocidos a temperaturas entre 500 °C y 1000 °C durante 10 minutos, teniendo en cuenta lo publicado por Bouaziz *et al.* [4]. Los distintos recocidos aplicados a cada lote de chapas se detallan en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2: Resumen de probetas estudiadas: nombre, temperaturas de laminado y recocido, y porcentaje de deformación.

Nombre de la probeta	Laminado	Recocido	Porcentaje de reducción
L10-0	1000 °C	Sin	7 pasadas de entre 20% y 25% por pasada. Se calentó, previamente el material en el horno durante 15'.
L10-1000	1000 °C	1000 °C 10'	7 pasadas de entre 20% y 25%. Se calentó, previamente el material en el horno durante 15'.
L8-0	800 °C	Sin	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, llevarlas hasta 1 mm con una reducción de entre 15% y 20% y a una temperatura de 800 °C
L8-600	800 °C	600 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción entre 15% y 20% y a una temperatura de 800 °C
L8-700	800 °C	700 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción entre 15% y 20% y a una temperatura de 800 °C
L6-0	600 °C	sin	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción del 15% y a una temperatura de 600 °C
L6-600	600 °C	600 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción del 15% y a una temperatura de 600 °C
L6-700	600 °C	700 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción del 15% y a una temperatura de 600 °C
L6-800	600 °C	800 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción del 15% y a una temperatura de 600 °C
L6-850	600 °C	850 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción del 15% y a una temperatura de 600 °C
LF-0	20 °C	sin	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción menor al 10% a TA
LF-550	20 °C	550 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción menor al 10% a TA
LF-650	20 °C	650 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción menor al 10% a TA
LF-750	20 °C	750 °C 10'	laminadas a 1000 °C hasta 2 mm, con una reducción del 25%, para luego, reducir las hasta 1 mm con una reducción menor al 10% a TA



Figura 3.9: Horno Nabertherm con controlador presente en el IFIR.

3.4. Ensayo de tracción

3.4.1. Preparación de probetas para ensayos de tracción

Las dimensiones de las probetas para ensayos de tracción, adaptadas de la norma ASTM E8M, se indican en la Figura 3.10a. El corte fue por electroerosión por penetración (EDM), utilizando un equipo ACTSPARK SP1 con control CNC, perteneciente al Instituto de Física de Rosario. La diferencia de potencial utilizada fue de 109 V en todos los casos. El diseño del electrodo de cobre fabricado para obtener las probetas se muestra en la Figura 3.10b.

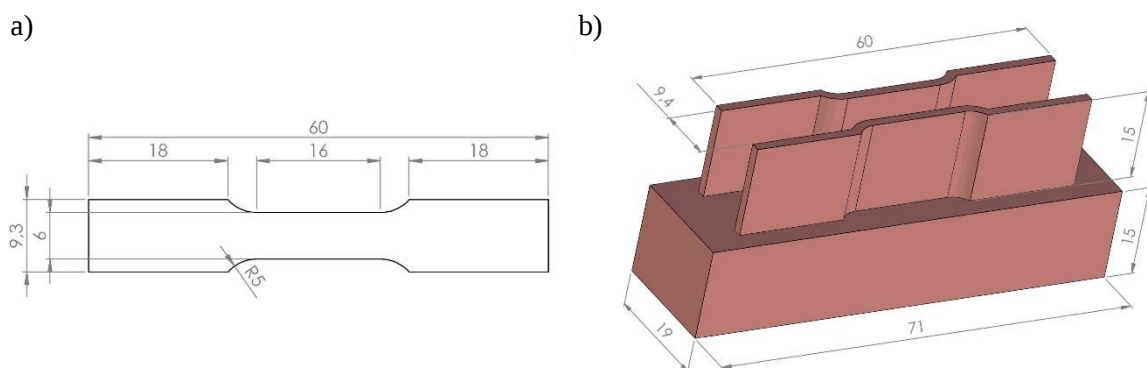


Figura 3.10: a) Probeta adaptada según normas ASTM E8M, y b) diseño de electrodo de cobre para maquinado por electroerosión.

Para controlar los alargamientos, marcamos en las probetas unas pequeñas indentas con el microdurómetro Vickers y carga de 0,5 kg. Las mismas fueron hechas en ambas caras, en la zona central de la longitud de ensayo, a una distancia entre ellas de $l_0 = 10$ mm, como muestra la Figura 3.11.

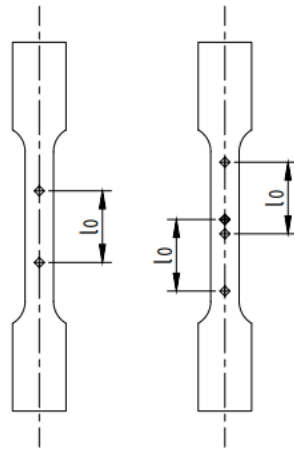


Figura 3.11: Indentas realizadas en las probetas de tracción para medir la deformación total, luego del ensayo a rotura.

Algunas precauciones en la preparación de las probetas.

- Para evitar deslizamientos, lijamos las cabezas de las muestras, donde ajustan las mordazas de la máquina de ensayos.
- Preparamos los bordes laterales de las probetas para evitar zonas de concentración de tensiones que pueden haber resultado del corte. Para esto, los limamos en dirección transversal y, luego, los lijamos con una lija 400 en sentido longitudinal

3.4.2. Ensayos de tracción uniaxial



Figura 3.12: Máquina de ensayos de tracción universal INSTRON 3382 perteneciente al IFIR.

A fin de determinar las propiedades mecánicas de las aleaciones elaboradas, se realizaron múltiples ensayos de tracción uniaxial durante el desarrollo de este trabajo en una máquina de tracción universal Instron 3382, con una capacidad máxima de carga de 100 kN, y una velocidad máxima de 500 mm/min, perteneciente al IFIR. La velocidad del travesaño fue de 0,45 mm/min, que corresponde a velocidad de deformación iniciales de $4,7 \times 10^{-4}$, para las probetas utilizadas. La medición de los alargamientos en la longitud de ensayo, se determinó mediante extensómetros, accesorios de la máquina de tracción. Esta máquina se observa en la Figura 3.12.

3.5. Ensayos de dureza

Microdureza Vickers

La dureza de las chapas sometidas a los diversos tratamientos termomecánicos, se midió utilizando un microdurómetro Vickers.

En el ensayo Vickers se emplea como elemento indentador una pirámide regular de diamante, de base cuadrada, cuyas caras laterales forman un ángulo de 136° . Debido a la penetración del indentador contra la probeta, éste dejará una impresión cuadrada en el material. En este caso, se utilizó una carga de 0,5 kg durante 15 segundos y luego, se midieron las diagonales de la huella dejada por el mismo. En base a esto, se calculó la dureza dada y su conversión en HRC.

Dureza HRB y HRA

Debido a la incertidumbre con el método Vickers, se decidió realizar ensayos de dureza Rockwell A y Rockwell B, según norma.

Primero, se aplicó una precarga sobre el material para evitar el período de deformación elástica y, luego, se aplicó la carga total, según se indica en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3: Penetrador y carga para los ensayos de dureza HRB y HRA.

Ensayo HRB		Ensayo HRA
Penetrador	Consiste en una bola de acero o de carburo de tungsteno de $1/16''$.	Cono de diamante.
Carga total	100 kgf	60 kgf

3.6. Caracterización microestructural

3.6.1. Microscopía óptica

Las imágenes de microscopía óptica fueron tomadas en un microscopio metalográfico Olympus PME3, equipado con una cámara digital, perteneciente al IFIR. El microscopio Olympus PME 3 dispone de un sistema para introducir contraste, denominado Contraste de Interferencia Diferencial de Nomarski (NIC). En la Figura 3.13 vemos el principio básico de funcionamiento de este sistema: un rayo de luz

emitido por una fuente es polarizado linealmente e ingresa a un biprisma Nomarski que consiste en dos cristales doblemente refractantes uniaxialmente, y es dividido en dos rayos de luz linealmente polarizada. Los planos de vibración de estos rayos son perpendiculares. Luego de pasar por el objetivo, los rayos se vuelven paralelos e inciden en la probeta. Reflejados en su superficie, se recombinan por el biprisma; la interferencia ocurre cuando éstos pasan a través del analizador.

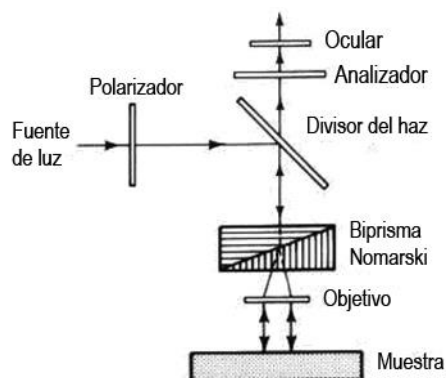


Figura 3.13: Principios del contraste de interferencia diferencial de Nomarski [2]

Preparación de muestras

Las muestras se cortaron mediante electroerosión por penetración (EDM) o utilizando una cortadora metalográfica de precisión Buehler ISOMET, según conveniencia. Las muestras de pequeñas dimensiones fueron incluidas en pastillas de resina fenólica (bakelita). Todos los especímenes observados fueron lijados con papeles esmeriles de granulometría entre 240 y 2000 girando la muestra 90° entre cada cambio sucesivo. Luego, fueron pulidos con pasta de diamante de 1 μm y lubricante propilenglicol. Para la revelación de sus microestructuras, las muestras fueron sometidas a pulido electrolítico, utilizando un equipo Struers Polipower, y/o ataques químicos, según el caso. Los reactivos y los electrolitos y las condiciones del equipo, utilizados se detallan en la Tabla 3.4. Las muestras para MO de probetas traccionadas se extrajeron de regiones cercanas a la zona de rotura de las mismas.

Las imágenes obtenidas mediante microscopía óptica se procesaron con el software *ImageJ* para evaluar el tamaño medio de los granos, utilizando el método de la intersección lineal según Norma ASTM E112.

Tabla 3.4: Listado de reactivos y electrolitos utilizados para la preparación de muestras.

Denominación	Descripción
EP1	80 % ácido acético / 20 % ácido perclórico (2 A, 27V, $0 < T < 10^{\circ}\text{C}$)
R1	Nital 2 %: 2 ml HNO_3 y 98 ml etanol.
R2	Vilella: 5 ml HCl, 1 g de ácido pícrico y 100 ml de etanol.

3.6.2. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

El microscopio electrónico de transmisión (TEM) consiste en un cañón de electrones y una serie de lentes situadas en la columna de vacío [7] que permiten formar un haz que atraviesa, e interactúa, con una muestra ultrafina; para luego ser recogidos y formar una imagen (sobre una pantalla fluorescente o mediante detector adecuado y software). El orden de las lentes es similar al de un microscopio óptico, pero en este caso son de tipo magnéticas para crear campos que dirigen y enfocan el haz. La distancia focal de las lentes puede controlarse regulando la corriente que circula por las bobinas. La disposición general se muestra en la Figura 3.14. El haz de electrones que incide sobre la muestra es capaz de atravesarla debido al delgado espesor de la misma; en la medida que los electrones atraviesan esa pequeña zona de cristal sufrirán una interacción con el campo elástico en torno a los átomos de la estructura.

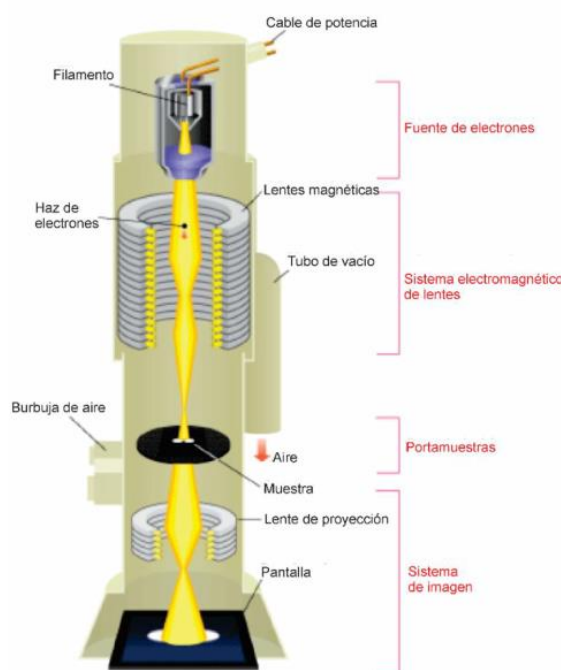


Figura 3.14: Esquema de funcionamiento de un microscopio electrónico de transmisión [7].

La obtención correcta de una lámina delgada es el primer paso en toda observación en un TEM. Las mismas deben poseer un espesor comprendido entre unos 0.0500 y 0.5000 μm , según el material que se quiera observar. Las superficies deben estar pulidas, preferentemente paralelas, o formando una cuña de bajo ángulo, lo cual requiere de un procedimiento muy riguroso. Para preparar las muestras se pulieron mecánicamente hasta un espesor de 100 micrones y luego se cortaron discos de 3 mm de diámetro con un sacabocados Gatan, accesorio del microscopio. Con el objetivo de reducir las muestras hasta un espesor menor a 100 nm, estos discos fueron adelgazados con la técnica de electropulido “doble jet” con un equipo Tenupol 5 con una solución de 90% etanol + 10% ácido perclórico, a $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$ con una tensión de 11-13 v. La técnica consiste en aplicar de forma continua dos chorros de dicha solución electrolítica sobre ambas caras del disco, sometido a una diferencia de potencial, hasta obtener la zona delgada apta

para la observación por transmisión. Esta técnica permite un pulido controlado, de ambas caras por igual, generando una denominada “zona de playa” en torno a un agujero central. Para la observación de nuestras muestras utilizamos un microscopio STEM JEOL JEM-2100 Plus operado a 200 kV. Una imagen del mismo se muestra en la Figura 3.15.



Figura 3.15: Microscopio STEM JEOL JEM-2100 Plus.

3.6.3. Difracción de rayos X

Este experimento se basa en un fenómeno físico que se produce en la interacción de un haz incidente, a una determinada longitud de onda, con una estructura cristalina. Se basa en la dispersión coherente del haz por parte de la materia y en la interferencia constructiva de las ondas que se encuentran en fase y se dispersan en determinadas direcciones en el espacio. El fenómeno se describe mediante la ley de Bragg (ecuación 3.1), que se representa en la Figura 3.16. La misma predice la dirección donde se da interferencia constructiva entre los haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal [8].

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.1)$$

donde, d es la distancia interplanar, θ el ángulo de Bragg y λ es la longitud de onda del haz incidente.

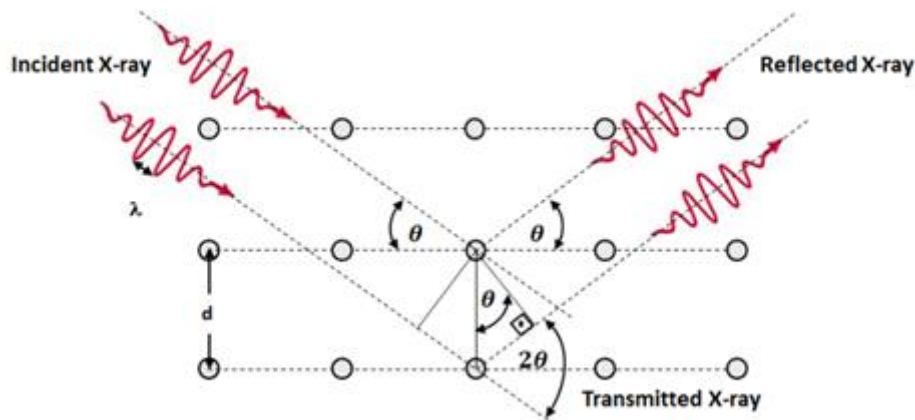


Figura 3.16: Ley de Bragg: esquema de interferencia constructiva [8]

En los aceros policristalinos, esta técnica nos permite identificar las fases presentes, así como, hacer análisis cuantitativos y cualitativos de la estructura de defectos presentes en cada fase, mediante la comparación de los difractogramas obtenidos con difractogramas característicos de cada fase.

En la Figura 3.17 podemos ver las ubicaciones de los picos característicos de las fases FCC, BCC y HCP del hierro.

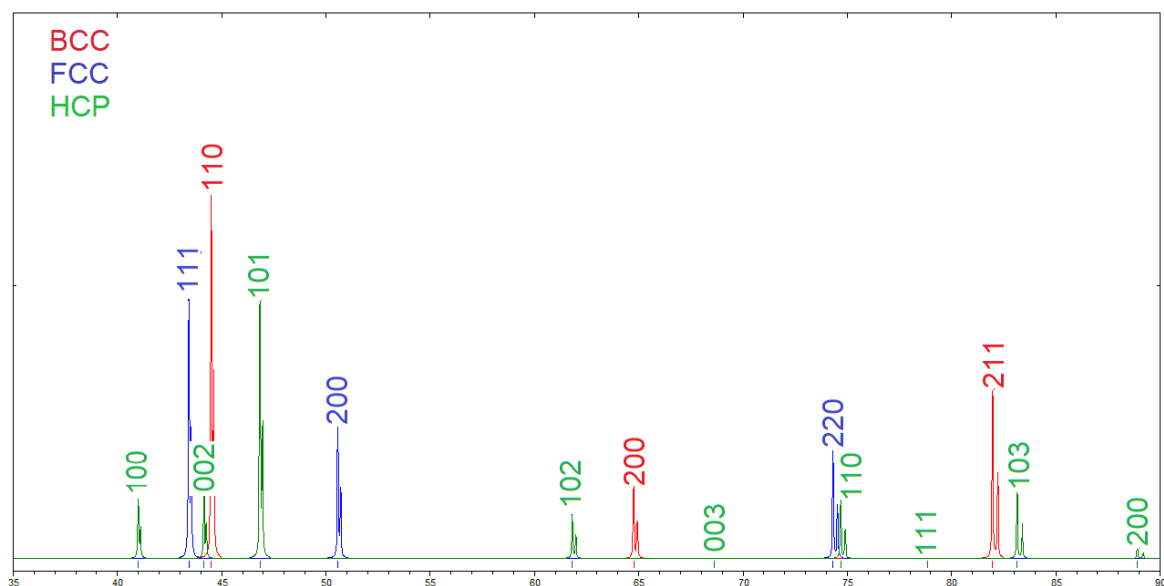


Figura 3.17: Ubicación angular (2θ) de los picos característicos de las fases BCC, FCC y HCP del hierro.

Mediante esta técnica, se midieron muestras de la aleación estudiada en las distintas condiciones de procesamiento, antes y después de traccionarlas. De esta manera, pudimos determinar las fases presentes y garantizar que no se hayan inducido transformaciones de fases durante la deformación plástica. También, nos permitió cuantificar probabilidad de defectos presentes en la microestructura, como maclas, fallas de apilamiento intrínsecas, fallas de apilamiento extrínsecas y dislocaciones.

La adquisición de patrones de difracción de rayos X (DRX) de las muestras se llevó a cabo mediante dos difractómetros:

1. Philips X-Pert MPD, con ánodo de $\text{Cu-K}\alpha_1/\text{K}\alpha_2$ y operado a 40 kV y 30 mA. El paso fue de $0,02^\circ$, con un tiempo por paso de 2 seg (Figura 3.18 a).
2. PANalytical Empyrean, con ánodo de $\text{Cu-K}\alpha_1/\text{K}\alpha_2$ y operado a 40 kV y 40 mA. El paso fue de $0,013^\circ$, con un tiempo por paso de 108,12 seg (Figura 3.18 b)

Las longitudes de onda en ambos casos para $\text{K}\alpha_1/\text{K}\alpha_2$, son 1.54056 y 1.54439 Å, respectivamente, lo que, en aleaciones con alto contenido de Fe, tiene una penetración de aproximadamente 10 μm debajo de la superficie de la muestra.

Las variables a controlar en las mediciones fueron:

- $\Delta 2\theta = 0.02^\circ$ o 0.01° .
- Slit incidente = $3 \times 3 \text{ mm}^2$ o $3 \times 1 \text{ mm}^2$. Dependiendo de las características de la muestra.
- Tiempo por paso: 3 seg (XpertPro); (300 seg-1000 seg)

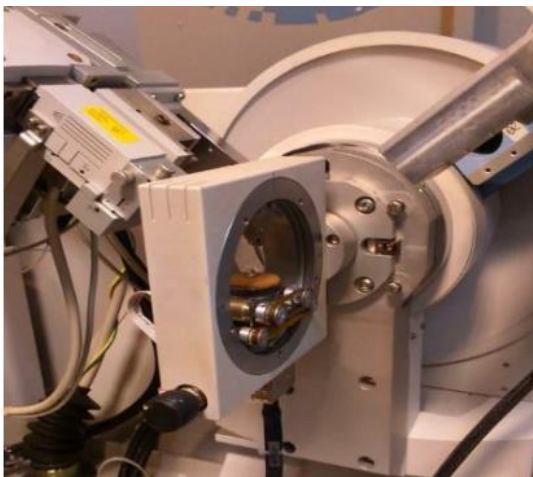


Figura 3.18: a) Difractómetro Phillip Xpert Pro con cabezal para medir texturas b) Difractómetro PANalytical Empyrean.

Preparación de muestras

Con el objetivo de dejar la superficie de la muestra perfectamente plana, preparamos cada una con la misma técnica que la utilizada en microscopía óptica. Sin embargo, en este caso, sólo lijamos hasta papel esmeril 2000 obviando el pulido con paño, para evitar posibles incrustaciones de pasta de diamante en la misma.

Procedimiento general:

- Colocación de la muestra, eligiendo el cabezal adecuado (cabezal plano, cabezal de texturas, con goniómetro)
- Obtención de un difractograma para determinar los ángulos 2θ para los planos hkl de la muestra.

- Comparación del difractograma obtenido con difractogramas característicos de cada fase. Esto se puede hacer a través de muchos programas, utilizando el método Rietveld de refinamiento estructural.

Método de refinamiento estructural: Rietveld.

El método se basa en un refinamiento de cuadrados mínimos hasta obtener el mejor ajuste entre el perfil de difracción observado completo y el perfil de difracción calculado. Para esto, se realiza un refinamiento utilizando simultáneamente modelos para las estructuras cristalinas, los efectos ópticos de difracción, los factores instrumentales y otras características de las muestras.

Para utilizar este método se debe, primeramente:

- Tener la máxima información sobre el material estudiado: composición química, orientación preferencial, grupo espacial, etc.
- Indexar el difractograma que obtuvimos. Es decir, identificar las posibles fases presentes y sus características.
- Conocer la contribución experimental que nos dará el equipo. Esto se puede saber ajustando un patrón de un material perfectamente cristalino, como Si, LaB6 o alúmina.
- Obtener los difractogramas característicos en las bases de datos disponibles (La más usada se encuentra en crystallography.net)
- Luego, comenzar el proceso de refinamiento hasta ajustar la curva obtenida. En la Figura 3.19 se muestra un ejemplo de refinamiento donde la curva negra es el difractograma medido y la curva roja es la obtenida por refinamiento Rietveld.

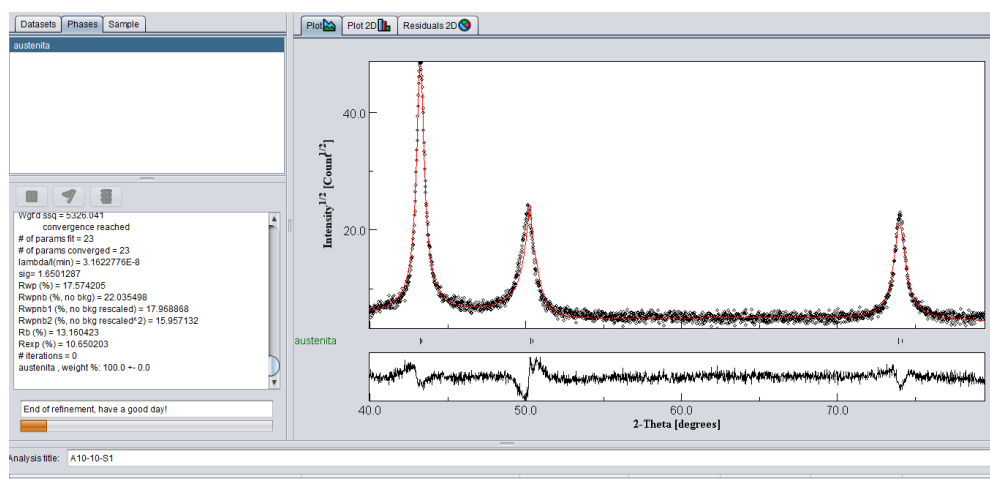


Figura 3.19: Ejemplo de acero TWIP refinamiento de Rietveld realizado con el programa MAUD.

Programas utilizados para ajuste de con el método de Rietveld:

- Maud [9]
- PowderCell [10]
- Fullprof [11]

3.7. Medición de texturas

Mediante difracción de Rayos X también podemos obtener las orientaciones preferenciales de los planos de cada fase, utilizando el cabezal de texturas (goniómetro).

El método consiste en incidir con un haz de rayos X sobre la muestra mientras se va moviendo la misma, en rotación y traslación. De esta manera, obtenemos las figuras de polo. En este caso, utilizamos el equipo Philips X-pert pro MPD con goniómetro, con radiación de Cu, $K\alpha_1/K\alpha_2$, intensidad de corriente 30 mA y tensión 40 kV. Las longitudes de onda son 1.54056 y 1.54439 Å, respectivamente, las que, en aleaciones con alto contenido de Fe, tienen una penetración de aproximadamente 10 μm debajo de la superficie de la muestra. Los parámetros utilizados fueron: movimientos del cabezal ϕ entre 0° y 85° , y ψ entre 0° a 360° ; $t = 1$ seg, $\Delta 2\theta = 0.02$, y Slit incidente = $(5 \times 5) \text{ mm}^2$.

Para realizar la medición de texturas cristalográficas en el material seguimos los siguientes pasos:

- Obtención de un difractograma de la muestra para determinar los ángulos 2θ para los planos hkl de la muestra.
- Barrido con el goniómetro de texturas para medir las intensidades de determinados planos.
- Obtención de las figuras de polo “crudas” de cada plano hkl. En un formato .rw1.
- Procesamiento de las figuras de polo “crudas” con el programa Mtex realizando las correcciones de fondo y desenfoque.
- Cálculo de ODFs (por sus siglas en inglés Orientation Distribution Function). Las ODFs se calculan como una función que asocia a cada orientación el porcentaje de volumen de cristales en una muestra policristalina que están en esta orientación específica.
- Análisis de las figuras de polos graficadas a partir de evaluar la función ODF, calculada previamente, en los planos (220), (111) y (200). Para esto utilizamos el programa Mtex, una imagen del programa muestra en la Figura 3.20.

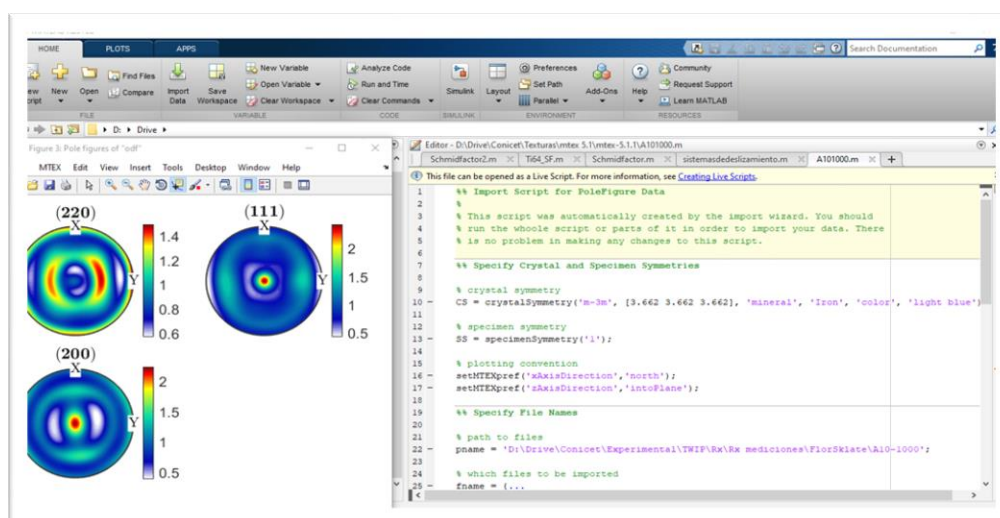


Figura 3.20: Medición de textura y procesamiento mediante al programa Mtex. A la izquierda se observan las figuras de polo de los planos (220), (111) y (200) de una estructura FCC.

Referencias

- [1] M. Raposo, Desarrollo de aceros TRIP/TWIP con alto contenido de manganeso para aplicaciones automotrices, 2019.
- [2] A.V. Druker, J. Malarr, Desarrollo de texturas y tratamientos termomecánicos en aleaciones Fe-Mn-Si con memoria de forma, (2009).
- [3] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe-22 wt.% Mn-0.6 wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging, *Acta Mater.* 59 (2011) 6449–6462. doi:10.1016/j.actamat.2011.07.009.
- [4] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 15 (2011) 141–168. doi:10.1016/j.cossms.2011.04.002.
- [5] J. Blaber, B. Adair, A. Antoniou, Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software, *Exp. Mech.* 55 (2015) 1105–1122. doi:10.1007/s11340-015-0009-1.
- [6] M.E. Leonard, Estudio experimental y modelado micromecánico de la deformación plástica de zinc laminado : efecto de la textura y la microestructura, (2022).
- [7] S. Bonnamy, A. Oberlin, *Transmission Electron Microscopy*, 2016. doi:10.1016/B978-0-12-805256-3.00004-0.
- [8] B.D. Cullity, S.R. Stock-Elements of X-Ray Diffraction-Pearson Education Limited (2014).
- [9] L. Lutterotti, Maud: a Rietveld analysis program designed for the internet and experiment integration, *Acta Crystallogr. Sect. A Found. Crystallogr.* 56 (2000) s54–s54. doi:10.1107/s0108767300021954.
- [10] W. Kraus, G. Nolze, POWDER CELL - A program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns, *J. Appl. Crystallogr.* 29 (1996) 301–303. doi:10.1107/S0021889895014920.
- [11] J. Rodriguez-Carvajal, Fullprof: A Program for Rietveld Refinement and Pattern Matching Analysis, Abstract of the Satellite Meeting on Powder Diffraction of the XV Congress of the IUCr, Toulouse, France, 1990, p. 127.

4. Definición de la composición química, proceso de manufactura y propiedades mecánicas

Con el objetivo de obtener un acero TWIP que sea de interés para su aplicación en la industria automotriz seleccionamos una composición química, con un correcto balance de los aleantes que definan, no solo su estructura cristalina, sino también el valor de su energía de falla de apilamiento. De esta manera, diseñamos un acero completamente austenítico que genera maclas mecánicas frente a una deformación. La capacidad de maclar del material, como explicamos en la *Sección 2.2*, afecta sus propiedades mecánicas, aumentando su endurecimiento por deformación, y con esto, su resistencia mecánica y deformación total. Para potenciar este efecto identificamos el tratamiento termomecánico adecuado que optimice la combinación de deformación total, resistencia máxima y límite elástico. Contar con estos datos tecnológicos, facilitará su aplicación industrial y su capacidad de conformar partes de vehículos.

4.1. Definición de la composición química de la aleación

Para el diseño de la aleación objeto de esta investigación, se utilizó como referencia el material comercial X-IP[®], producto de las compañías ArcelorMittal y Thyssenkrupp. Esta aleación pertenece al sistema Fe-Mn-C, con un contenido variable de manganeso entre 17-22% y de carbono entre 0.5-0.7%. Entre sus propiedades se destaca su comportamiento TWIP “puro”, con muy buena conformabilidad y una deformación a rotura de 50 %. Como explicamos en la *Sección 2.1*, el alto contenido de manganeso en la aleación garantiza una estructura austenítica. Mientras que, el agregado de carbono cumple 2 funciones: favorecer la estabilidad de la austenita, disminuyendo las cantidades necesarias de manganeso en la aleación, y aumentar el endurecimiento del material por la disolución de este aleante en la matriz austenita. Es importante tener en cuenta que el límite máximo de carbono que se puede agregar a la aleación es de 0.6% para evitar la formación de carburos. De Cooman [1] propone la ecuación 4.1, donde expresa la cantidad necesaria de manganeso para garantizar una estructura austenítica a medida que se agrega carbono a la composición.

$$\%Mn = 32 - 20 \%C \quad (4.1)$$

Teniendo en cuenta la fórmula expresada, con la composición Fe-22Mn-0.6C se obtiene un acero de microestructura austenítica estable en un amplio rango de temperaturas, con una elevada dureza y sin formación de carburos.

Aceros TWIP con esta composición fueron ampliamente estudiados [2–6] y se han reportado flujos inestables en sus curvas tensión deformación. Este flujo serrado es característico de los aceros TWIP FeMnC. En la *Sección 2.4*, se explica ese fenómeno precisando la importancia de suprimirlo, desde un punto de vista tecnológico. La deformación no uniforme es visible macroscópicamente como bandas de deformación localizadas en la superficie de piezas conformadas, lo cual atenta contra el objetivo

principal de nuestro trabajo, que es obtener un acero TWIP de excelente calidad para la fabricación de chapas para la industria automotriz. Para prevenir este comportamiento, incorporamos aluminio en la composición química de nuestra aleación. El aluminio, como elemento sustitucional, aumenta la energía de activación necesaria de este fenómeno limitando la difusividad del carbono. Por ende, disminuye el serrado en las curvas tensión-deformación. Para conseguir eliminarlo completamente, es necesario agregar cantidades mayores al 1% de Al en peso [5,7,8].

Por otro lado, la SFE cumple un rol fundamental en el efecto TWIP, tal como mencionamos en la Sección 2.3. Según el rango en que se encuentra su valor, se activará uno de los posibles mecanismos de deformación: el deslizamiento de dislocaciones, el maclado o la transformación martensítica. Su valor depende de la composición química y la temperatura. Mientras el agregado del Al en la composición química del material eleva su SFE, tanto el Mn como el carbono actúan de manera no lineal. El Mn aumenta la SFE cuando sus valores son mayores a 20%, y el efecto carbono depende de la presencia de elementos sustitucionales, como Al y Mn (Sección 2.4.2.). Para la composición química Fe-22Mn-0.6C, completamente austenítica, el agregado de 1,5% de aluminio garantiza la supresión del serrado en las curvas de tracción (ver Sección 2.4.2.), y mantiene el valor de la SFE dentro del rango donde el mecanismo principal de deformación es el maclado junto con el deslizamiento de dislocaciones.

4.1.1. Cálculo de energía de falla de apilamiento

El efecto de cada uno de los aleantes en la composición química fue cuidadosamente explicado en la Sección 2.4.2. Algunos aleantes utilizados en la composición de nuestra aleación no presentan relación lineal entre sus porcentajes en peso y el efecto que producen en la SFE, sino que éste depende de la interacción con otros elementos, como se explica en el Marco Teórico de esta tesis (ver Sección 2.3). Yang y Wan [9], calcularon la SFE por aproximación termodinámica en base a la ecuación propuesta por Olson y Cohen [10], para los aceros Fe-Mn-Al-C que pueden presentar comportamiento TRIP ($\gamma_{FCC} \leftrightarrow \epsilon_{HCP}$) o TWIP (γ_{FCC}), en función de la composición química y la temperatura:

$$SFE = 2\rho\Delta G_{\gamma \rightarrow \epsilon} + 2\sigma_{\gamma/\epsilon} \quad (4.2)$$

Donde, ρ es la densidad molar de superficie a lo largo de los planos $\{111\}$, $\Delta G_{\gamma \rightarrow \epsilon}$ la energía libre de Gibbs molar de la transformación $\gamma \rightarrow \epsilon$, y $\sigma_{\gamma/\epsilon}$ la energía de superficie de la interfase γ/ϵ [11].

Siendo,

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} = \Delta G_{FeMnX}^{\gamma \rightarrow \epsilon} + x_c \Delta G_{FeMnX/C}^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_{mg}^{\gamma \rightarrow \epsilon} \quad (4.3)$$

$$\begin{aligned} \Delta G_{FeMnX}^{\gamma \rightarrow \epsilon} &= \sum_i x_i \Delta G_i^{\gamma \rightarrow \epsilon} + x_{Fe} x_{Mn} [C + D(x_{Fe} - x_{Mn})] + x_{Fe} x_{Si} [E + F(x_{Fe} - x_{Si})] \Delta G_i^{\gamma \rightarrow \epsilon} \\ &= A_i + B_i T \end{aligned} \quad \text{donde, } i = Fe, Mn, Cu, Cr, Al, Si \quad (4.4)$$

$$\Delta G_{\text{FeMnX/C}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \frac{a}{x_c} (1 - e^{-bx_c}) + cx_{\text{Mn}} \quad (4.5)$$

$$G_m^\varphi = RT \ln \left(1 + \frac{\beta^\varphi}{\mu_B} \right) f \left(\frac{T}{T_N^\varphi} \right), \quad \varphi = \gamma, \varepsilon \quad (4.6)$$

$$\Delta G_{\text{mg}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = G_m^\varepsilon - G_m^\gamma \quad (4.7)$$

podemos realizar el cálculo termodinámico de la SFE de la aleación Fe-22Mn-0.6C-1.5Al. Cada uno de los términos calculados de la ecuación se detallan en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1: Cálculos termodinámicos utilizados para la ecuación de SFE.

Términos de la ecuación de SFE	Valores
ρ	0,0000294
$\sigma^{\gamma/\varepsilon}$	8
T	298
$\Delta G_{\text{Fe}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	-959,298
$\Delta G_{\text{Mn}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	-665,346
$\Delta G_{\text{Al}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	4290
$x_{\text{Fe}}x_{\text{Mn}}[C + D(x_{\text{Fe}} - x_{\text{Mn}})]$	391,8399291
$x_{\text{Fe}}x_{\text{Si}}[E + F(x_{\text{Fe}} - x_{\text{Si}})]$	0
$\Delta G_{\text{FeMnX/C}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \frac{a}{x_c} (1 - e^{-bx_c}) + cx_{\text{Mn}}$	22245,04223
T_N^ℓ	124,5291902
T_N^γ	307,8774628
β^ε/μ_B	0,025981206
β^γ/μ_B	0,4359
$\Delta G_{\text{FeMnX}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	-322,18516
$x_c \Delta G_{\text{FeMnX/C}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	595,812349
$\Delta G_{\text{mg}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	48,3174898

Teniendo en cuenta las ecuaciones 4.2 a 4.7, calculamos la SFE de Fe-22Mn-0.6C-1.5Al como:

$$SFE = 2\rho\Delta G_{\gamma \rightarrow \varepsilon} + 2\sigma_{\gamma/\varepsilon} = 34 \text{ mJ/m}^2$$

Otros autores, calcularon experimentalmente la SFE de distintos aceros TWIP, utilizando rayos X o TEM. Los resultados obtenidos para aleaciones Fe-xMn-0.6C-xAl se resumen en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2: Cálculos de la SFE según diferentes autores.

Autor	Aleación			SFE [mJ/m ²]
	%Mn	%0,6C	%Al	
Kim 2016 [12]	12	0,6	0	11,84
Kim 2016 [12]	15	0,6	0	12,38
Haase [13]	17	0,6	1,5	29
DeCooman 2018 [1]	18	0,6	1,5	25
Jin 2012 [14]	18	0,6	1,5	33
Kim 2011 [15]	18	0,6		13
Kim 2011 [15]	18	0,6	1,5	30
Kim 2016 [12]	18	0,6	0	14,25
Kim 2016 [12]	18	0,6	1,5	27,53
Kim 2016 [12]	18	0,6	3	40,12
Saeed-Akbari 2011 [16]	18	0,6	0	19
Saeed-Akbari 2011 [16]	18	0,6	1,5	29
DeCooman 2018 [1]	22	0,6	0	23
DeCooman 2018 [1]	22	0,6	1,5	35
Allain 2004 [17]	22	0,6	0	19
Allain 2004 [17]	22	0,6	1,5	34
Jin 2012 [14]	22	0,6	1,5	30
Dumay 2008 [18]	22	0,6	1,5	32
Dumay 2008 [18]	22	0,6	0	23
Schuman [19]	22	0,6	0	20
Saeed-Akbari 2011 [16]	22	0,6	0	27
Saeed-Akbari 2011 [16]	22	0,6	1,5	35
Park 2010 [20]	22	0,6	0	21,5
Park 2010 [20]	22	0,6	3	36,5
Park 2010 [20]	22	0,6	6	50,7
Yang 2018 [21]	22	0,6	0	19
Yang 2018 [21]	22	0,6	3	42
Yang 2018 [21]	22	0,6	6	66
Haase [22]	22,5	0,3	1,2	25

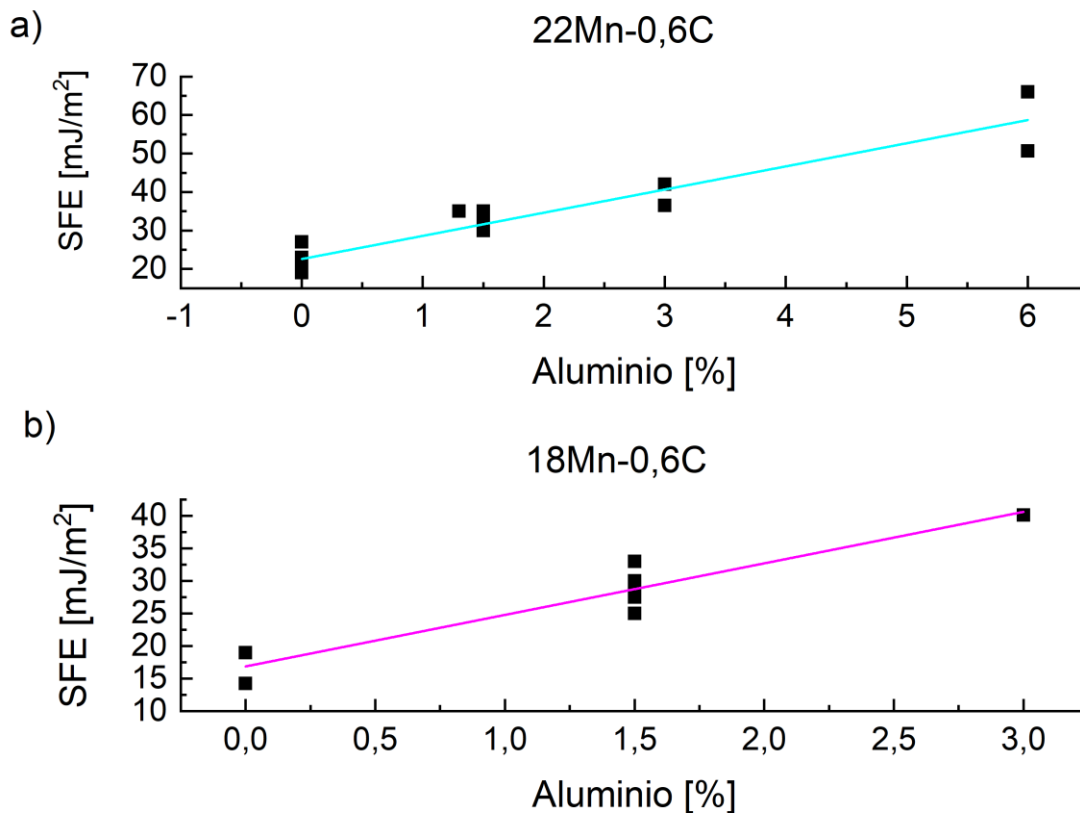


Figura 4.1: Gráficas de los valores de SFE en función del contenido de aluminio para: a) aleaciones Fe-22Mn-0.6C-(x)Al, b) Fe-18Mn-(x)Al

Los datos extraídos de la bibliografía se graficaron en función de la cantidad de aluminio agregado, en 2 grupos: 18Mn-0.6C y 22Mn-0.6C, en las Figura 4.1a y b, respectivamente. En las gráficas se puede observar un aumento lineal de la SFE en función del porcentaje en peso de aluminio en la composición, esta tendencia coincide con la ecuación 2.4 mostrada en la Sección 2.4.2 para aceros TWIP de alto contenido de Mn (12-22%):

$$SFE \left[\frac{mJ}{m^2} \right] = 20 + 7.8 \cdot \%Al$$

Aplicamos esta fórmula para la composición química propuesta, y obtuvimos:

$$SFE (Fe - 22Mn - 0.6C - 1.5Al) = 31.7 \text{ mJ/m}^2$$

De este modo, según los cálculos mostrados, podemos garantizar que el valor de la SFE a temperatura ambiente de la aleación diseñada, se encuentra en el rango de valores donde el mecanismo principal de deformación del material es el maclado en conjunto con el deslizamiento de dislocaciones (ver Sección 2.3).

4.2. Tratamientos termomecánicos

Para potenciar la aplicación en la industria del acero desarrollado en nuestro laboratorio, es necesario definir un procesamiento termomecánico sencillo para la elaboración de chapas que tengan las excelentes propiedades mecánicas típicas de los aceros TWIP: deformación total cercana al 50%, tensión máxima a rotura mayor a 1 GPa y límite elástico mayor a 300 MPa [23].

Particularmente, para obtener chapas con elevada tensión de fluencia es necesario un tratamiento termomecánico que eleve la misma. Esto se puede lograr mediante diferentes técnicas de procesamiento, como laminados con posteriores recocidos de recrystalización, total o parcial [24].

Tal como se describe en el *Capítulo 3*, el material fue laminado, primero hasta 2 mm de espesor a 1000 °C y luego, hasta 1 mm de espesor (con una reducción del 50 %) a cuatro temperaturas distintas: 1000 °C, 800 °C, 600 °C y 20 °C. Posteriormente, cada lote de chapas fue sometido a diferentes temperaturas de recocido.

El rango de temperaturas elegidas para los recocidos fue diferente en los lotes laminados a media o baja temperatura (20-800 °C), respecto al lote laminado a alta temperatura. Para los primeros, se tomó como referencia el trabajo de Bouaziz *et al.* [25] donde muestra la relación entre la tensión de fluencia y la temperatura de recocido, para chapas laminadas a temperatura ambiente. Vemos en la Figura 4.2a que, a medida que se incrementa la temperatura de recocido disminuye el límite elástico y, a su vez, aumenta la capacidad de deformación total del material. El cambio más pronunciado se aprecia entre 550 °C y 650 °C, donde la recrystalización se va completando (Figura 4.2b). A mayores temperaturas, la recrystalización es completa y la tensión de fluencia es muy baja; mientras que, a temperaturas menores a 550 °C el material se encuentra en el periodo de recuperación, aún frágil. Teniendo en cuenta este estudio, seleccionamos las temperaturas de los recocidos a partir de los resultados de los sucesivos ensayos de tracción de cada una de las probetas, hasta lograr la mejor combinación de propiedades mecánicas (alta capacidad de deformación y elevado límite elástico) en cada lote. Es así como, seleccionamos las temperaturas correspondientes para cada grupo de probetas.

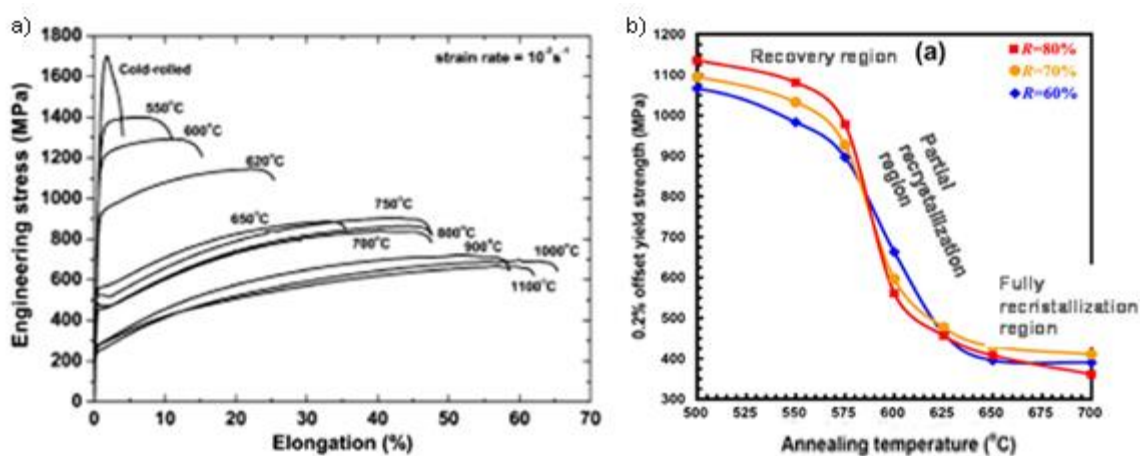


Figura 4.2: a) Curvas tensión-deformación ingenieriles de probetas tomadas de chapas Fe-18Mn-0.6C-1.5Al laminadas en frío y recocidas a distintas temperaturas; b) límite elástico en función de las temperaturas de recocido aplicadas a chapas del mismo material laminadas en frío a distintos porcentajes de reducción [25].

Por otro lado, las chapas laminadas a 1000 °C, temperatura a la que se activa la recrystalización dinámica para estos porcentajes de reducción, fueron sometidas a una temperatura de recocido más elevada (1000 °C), con el objetivo de observar si se produce un efecto apreciable en su microestructura y propiedades.

4.3. Propiedades mecánicas

4.3.1. Ensayos de tracción

Luego de aplicar los distintos tratamientos termomecánicos en el material, cortamos probetas de cada una de las chapas laminadas y recocidas, y las ensayamos a tracción hasta rotura. Las características de las probetas y las condiciones del ensayo de tracción uniaxial se detallan en las *Secciones 3.2.3 y 3.3*, respectivamente. Las curvas tensión-deformación obtenidas, se muestran a continuación, ordenadas por temperaturas de laminado.

4.3.1.1. Laminado en frío

Las curvas tensión-deformación de las probetas tomadas de las chapas laminadas en frío se muestran en la Figura 4.3. La tensión máxima que soporta el material y su límite elástico son elevados, más de 1300 MPa, mientras que su deformación total es 2%: las chapas resultaron muy frágiles. Para alcanzar las propiedades mecánicas deseadas, muestras de este lote fueron sometidas a recocidos a valores crecientes de temperatura.

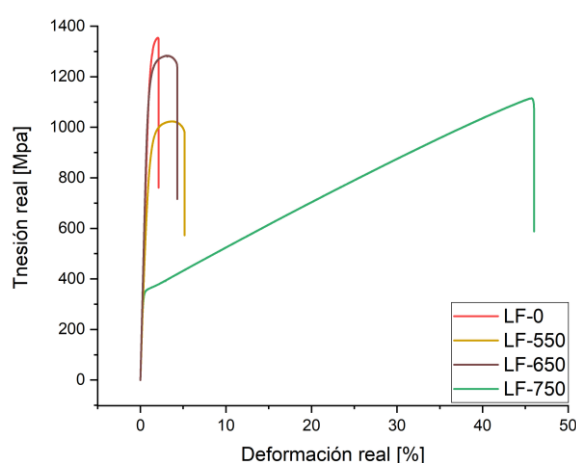


Figura 4.3: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas: a 20°C, sin recocido (LF-0), con recocidos a 550 °C (LF-550), 650 °C (LF-650) y 750 °C (LF-750).

4.3.1.2. Laminado a 600 °C

Con el objetivo de obtener chapas con mayor capacidad de deformación, respecto a las laminadas en frío, se laminó la aleación a valores intermedios de temperatura. Las chapas fueron laminadas a 600 °C, y luego tratadas térmicamente con diferentes recocidos, hasta conseguir las condiciones deseadas. Los resultados de los ensayos de tracción de probetas cortadas de estas chapas, se muestran en la Figura 4.4.

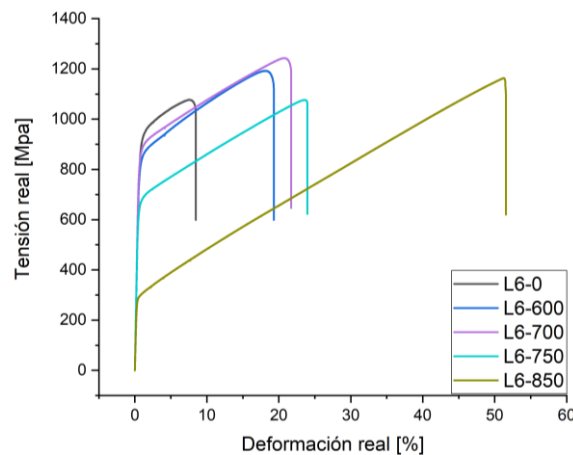


Figura 4.4: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas a 600 °C, sin recocido (L6-0), con recocidos a 600 °C (L6-600), 700 °C (L6-700), 750 °C (L6-750) y 850 °C (L6-850).

4.3.1.3. Laminado a 800 °C

Con el mismo criterio, se laminaron chapas a 800 °C y se recocieron a temperaturas de 600 °C y 700 °C. En la Figura 4.5 se aprecian las curvas tensión-deformación de las probetas ensayadas a tracción tal cual laminadas, y luego de ambos recocidos. En estas curvas vemos que los tratamientos térmicos no modificaron significativamente las propiedades mecánicas del material laminado. Estas chapas poseen límites elásticos mayores a 400 MPa, con deformaciones totales y resistencias mecánicas máximas inferiores a las chapas laminadas en frío y a 600 °C.

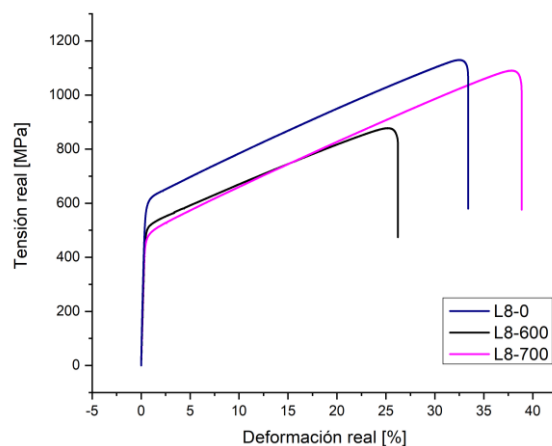


Figura 4.5: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas a 800 °C, sin recocido (L8-0), con recocidos a 600 °C (L8-600) y 700 °C (L8-700).

4.3.1.4. Laminado a 1000 °C

Finalmente, laminamos chapas a alta temperatura (1000 °C), las cuales necesitaron una temperatura de recocido más elevada que en los casos anteriores para afectar sus propiedades mecánicas. Las curvas tensión-deformación de las probetas tomadas de las chapas laminadas a 1000 °C se muestran en la Figura 4.6.

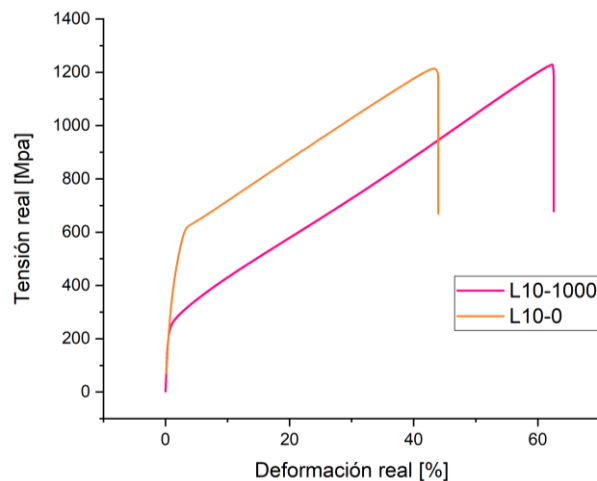


Figura 4.6: Curvas tensión-deformación obtenidas en ensayos de tracción de muestras laminadas a 1000 °C, sin recocido (L10-0), y con recocidos a 1000 °C (L10-1000).

Tabla 4.3: Resultados de ensayos de tracción.

Muestra	Tensión real máxima [Mpa]	Deformación real [%]	Límite elástico (0.2%) [MPa]
LF-0	1354	2	1247
LF-550	1283	4	1145
LF-650	1023	5	793
LF-750	1113	45	346
L6-0	1077	9	851
L6-600	1208	19	816
L6-700	1257	21	844
L6-750	1082	24	650
L6-850	1179	52	284
L8-0	1134	33	586
L8-600	878	26	560
L8-700	1094	38	453
L10-0	1217	43	408
L10-1000	1239	62	240

4.3.2. Análisis de las propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas resultantes de los distintos procesamiento presentan marcadas diferencias como muestran las curvas Tensión real vs Deformación real de las Figuras 4.3, 4.4, 4.5 y 4.6. En estas gráficas se observan resistencias máximas muy elevadas para las diversas condiciones de procesamiento, mientras que, los valores de límite elástico y alargamiento a rotura varían sustancialmente según el procesamiento termomecánico aplicado. Los valores medidos, de todos los casos ensayados, se resumen en la Tabla 4.3. No obstante, en ningún caso se observan indicios del flujo serrado característico de los aceros TWIP FeMnC. Esto es efecto del agregado de aluminio a la composición química del material, tal como describimos en la Sección 2.4.2.

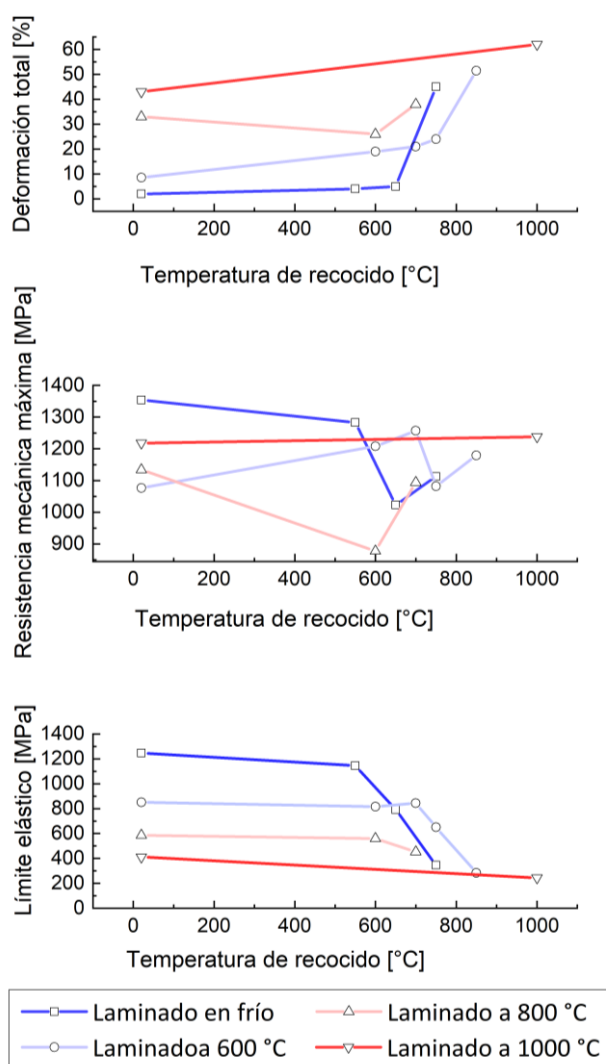


Figura 4.7: Deformación real total, Resistencia máxima real y límite elástico para las distintas condiciones de laminado, en función de la temperatura de recocido aplicada.

Las gráficas de la Figura 4.7 permiten apreciar la influencia de las temperaturas de laminación y de recocido sobre las tres propiedades evaluadas. Primeramente, se observa que las resistencias máximas se incrementan ligeramente y las deformaciones totales disminuyen, cuanto más baja es la temperatura de laminación.

Luego, vemos que al aumentar la temperatura de recocido aumenta significativamente la capacidad de deformación real del material, con una ligera reducción de la tensión máxima y una disminución importante del límite elástico.

Para los casos tal cual laminados en frío y con recocido a 550 y 650 °C, las tensiones de fluencia y rotura son muy elevadas y las deformaciones totales son menores al 5%, por lo que resultan materiales muy frágiles. Por otro lado, las chapas laminadas a 1000 °C, incluso sin recocido (con deformación total de 43%), fueron las que tuvieron mayor plasticidad, siendo la probeta recocida a 1000 °C la que tuvo la mayor deformación total (supera el 60%) entre todas las muestras estudiadas.

Por otro lado, las propiedades mecánicas de las chapas laminadas a temperaturas de 600 °C y 800 °C mostraron valores intermedios, con mayor deformación total que las laminadas a temperatura ambiente y mayor tensión de fluencia que las laminadas a 1000 °C. Particularmente, el lote de chapas laminadas a 600 °C se caracterizó por tener un límite elástico elevado, de alrededor de 800 MPa, para temperaturas de recocidos menores a 800 °C con una deformación total menor que en los casos laminados a 1000 °C; estas propiedades cambian abruptamente luego del recocido a 850 °C. En tanto, el comportamiento de las chapas laminadas a 800 °C no fue afectado significativamente por los tratamientos térmicos realizados luego de la laminación, presentando límites elásticos similares, y capacidad de deformación menor a las del lote de chapas laminadas a 600 °C. Por este motivo, esta condición no será tenida en cuenta para los análisis posteriores.

Además, en las condiciones de laminado a temperatura ambiente, 600 °C y 1000 °C el límite elástico disminuye a valores cercanos a 300 MPa y la deformación total se eleva a valores mayores a 45%, para determinadas temperaturas de recocido: 750 °C, 850 °C y 1000 °C, respectivamente. En particular, para las muestras laminadas a temperatura ambiente, el cambio de comportamiento luego del recocido a 750 °C, podría deberse a que se alcanzó la temperatura de recrystalización del material. En cambio, para las chapas laminadas a 600 °C, la energía almacenada no sería tan alta, ya que los efectos de la recrystalización se presentan luego del recocido a una temperatura superior, 850 °C. Para las chapas laminadas a 1000 °C la energía almacenada es aún menor por esto aplicamos temperaturas de recocido de 1000 °C.

En resumen, los casos que presentaron la mejor combinación de propiedades mecánicas son los siguientes:

- Laminado a temperatura ambiente con recocido a 750 °C durante 10': Rmax 1113 MPa, Lím. Elástico 346 MPa, Deformación total 45%
- Laminado a 600 °C con recocido a 850 °C durante 10': Rmax 1179, MPa, Lím Elástico 284 MPa, Deformación total 52%
- Laminado a 1000 °C con recocido a 1000 °C: Rmax 1239 MPa, Lím. Elástico 240 Mpa, Deformación total 62%.

No obstante, aunque la chapa laminada a 1000°C sin recocido, L10-1000, presenta una buena combinación de propiedades mecánicas, la descartamos debido a la dificultad práctica que conlleva su oxidación durante el procesamiento.

4.3.3. Endurecimiento por deformación

Con el objetivo de analizar la evolución del endurecimiento que sufre el material con el incremento de la deformación aplicada, graficamos la derivada de las curvas tensión-deformación con respecto a la deformación, en aquellas probetas que mostraron una buena combinación de resistencia máxima y deformación total hasta rotura.

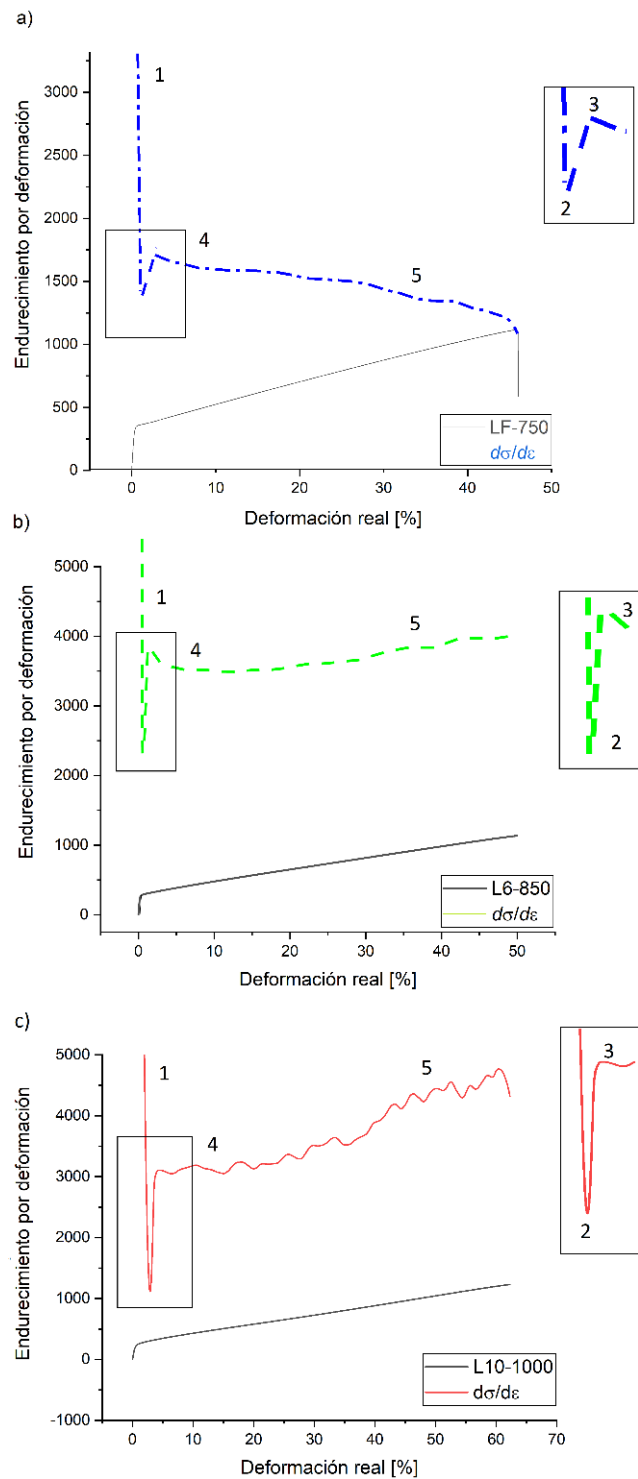


Figura 4.8: Las gráficas muestran la velocidad de endurecimiento por deformación vs. Deformación real, para las muestras a) laminada a 20 °C y recocida a 750 °C (LF-750), y b) laminada a 600 °C y recocida a 850 °C (L6-850) c) laminada a 1000 °C y recocida a 1000 °C (L10-1000).

En las gráficas de la Figura 4.8 podemos ver el comportamiento típico de este tipo de aceros [4] al comienzo de la deformación plástica (ver etapa 1-2 del inserto en la figura), el mecanismo principal es el deslizamiento de dislocaciones, sin formación de maclado mecánico. Como explicamos en la Sección 2.5, en esta etapa la incubación de los sitios de nucleación de maclas se debe a la interacción de dislocaciones entre sí y con las fallas de apilamiento. Luego (etapa 2-3), se observa un incremento del endurecimiento por deformación, en el que se activa el maclado en los granos favorablemente orientados. Las gráficas muestran que esta etapa se inicia entre el 3 y 4 % de deformación. Posteriormente, se observa una disminución de la velocidad de endurecimiento (etapa 3-4). Para el caso de las muestras laminadas a 600 °C y a 1000 °C, el endurecimiento por deformación permanece creciente (etapa 4-5), sugiriendo la activación de un maclado secundario. Mientras que, en el caso de muestras laminadas a temperatura ambiente, la velocidad de endurecimiento decrece hasta la rotura (etapa 4-5), y la tensión de rotura es 1113 MPa, valor inferior al de las muestras L6-850 y L10-1000 que rompen a 1179 MPa y a 1239 MPa, respectivamente.

Este comportamiento es una característica muy importante de los aceros TWIP, y es sustancialmente diferente a la de los aceros en los que toda su deformación plástica es gobernada por el deslizamiento de dislocaciones. En los TWIP, el maclado mecánico es el factor determinante en la velocidad de endurecimiento: las pequeñas maclas reducen el camino libre medio de las dislocaciones y, al mismo tiempo, inducen una rotación en los granos, lo que activa nuevos sistemas de deslizamiento y continua la deformación. Por esto, la cantidad y las características de las maclas mecánicas afectan significativamente el endurecimiento por deformación en estos aceros, así como, el tamaño de grano y la densidad de dislocaciones afectan al límite elástico del material.

En el capítulo siguiente estudiaremos en profundidad la microestructura del material luego de estos tratamientos termomecánicos para vincularla con sus propiedades mecánicas.

Referencias

- [1] B.C. de Cooman, Y. Estrin, S.K. Kim, Twinning-induced plasticity (TWIP) steels, *Acta Mater.* 142 (2018) 283–362. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.06.046>.
- [2] Y.Z. Tian, Y. Bai, L.J. Zhao, S. Gao, H.K. Yang, A. Shibata, Z.F. Zhang, N. Tsuji, A novel ultrafine-grained Fe–22Mn–0.6C TWIP steel with superior strength and ductility, *Mater Charact.* 126 (2017) 74–80. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.12.026>.
- [3] H.K. Yang, Z.J. Zhang, F.Y. Dong, Q.Q. Duan, Z.F. Zhang, Strain rate effects on tensile deformation behaviors for Fe-22Mn-0.6C-(1.5Al) twinning-induced plasticity steel, *Materials Science and Engineering A.* 607 (2014) 551–558. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.04.043>.
- [4] H.K. Yang, Y.Z. Tian, Z.J. Zhang, Z.F. Zhang, Different strain rate sensitivities between Fe-22Mn-0.6C and Fe-30Mn-3Si-3Al twinning-induced plasticity steels, *Materials Science and Engineering A.* 655 (2016) 251–255. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.003>.
- [5] H.K. Yang, Z.J. Zhang, Y.Z. Tian, Z.F. Zhang, Negative to positive transition of strain rate sensitivity in Fe-22Mn-0.6C-x(Al) twinning-induced plasticity steels, *Materials Science and Engineering A.* 690 (2017) 146–157. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.014>.
- [6] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, Grain size effect on strain hardening in twinning-induced plasticity steels, *Scr Mater.* 66 (2012) 992–996. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.01.037>.
- [7] J.E. Jin, Y.K. Lee, Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel, *Acta Mater.* 60 (2012) 1680–1688. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.004>.
- [8] M.C. Jo, M.C. Jo, A. Zargaran, S.S. Sohn, N.J. Kim, S. Lee, Effects of Al addition on tensile properties of partially recrystallized austenitic TRIP/TWIP steels, *Materials Science and Engineering A.* 806 (2021) 140823. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140823>.
- [9] W.S. Yang, C.M. Wan, The influence of aluminium content to the stacking fault energy in Fe-Mn-Al-C alloy system, *J Mater Sci.* 25 (1990) 1821–1823. <https://doi.org/10.1007/BF01045392>.
- [10] G.B. Olson, M. Cohen, A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC → HCP transformation, *Metallurgical Transactions A.* 7 (1976) 1897–1904. <https://doi.org/10.1007/BF02659822>.
- [11] M. Raposo, M. Martín, M.F. Giordana, V. Fuster, J. Malarría, Effects of Strain Rate on the TRIP–TWIP Transition of an Austenitic Fe-18Mn-2Si-2Al Steel, *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci.* 50 (2019) 4058–4066. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05331-9>.
- [12] J.K. Kim, B.C. de Cooman, Stacking fault energy and deformation mechanisms in Fe-xMn-0.6C-yAl TWIP steel, *Materials Science and Engineering A.* 676 (2016) 216–231. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.08.106>.
- [13] C. Haase, T. Ingendahl, O. Güvenç, M. Bambach, W. Bleck, D.A. Molodov, L.A. Barrales-Mora, On the applicability of recovery-annealed Twinning-Induced Plasticity steels: Potential and

- limitations, *Materials Science and Engineering A*. 649 (2016) 74–84. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.096>.
- [14] J.E. Jin, Y.K. Lee, Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel, *Acta Mater.* 60 (2012) 1680–1688. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.004>.
- [15] J. Kim, S.J. Lee, B.C. de Cooman, Effect of Al on the stacking fault energy of Fe-18Mn-0.6C twinning-induced plasticity, *Scr Mater.* 65 (2011) 363–366. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.05.014>.
- [16] A. Saeed-Akbari, W. Bleck, Mechanical Properties and Deformation Mechanisms in Fe-Mn-C Steels Designed By a Thermodynamics-Based Methodology, *Proceedings of the 1st International Conference on High Manganese Steels 2011*. (2011) 1–7.
- [17] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton, Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys, *Materials Science and Engineering A*. 387–389 (2004) 158–162. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.059>.
- [18] A. Dumay, J.P. Chateau, S. Allain, S. Migot, O. Bouaziz, Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe-Mn-C steel, *Materials Science and Engineering A*. (2008). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.12.170>.
- [19] H. Schumann, MARTENSITISCHE UMWANDLUNGEN IN AUSTENITISCHEN MANGAN-KOHLNSTOFF-STAEHLEN, *Neue Hütte*. 17 (1972) 605–609.
- [20] K.T. Park, K.G. Jin, S.H. Han, S.W. Hwang, K. Choi, C.S. Lee, Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition, *Materials Science and Engineering A*. 527 (2010) 3651–3661. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.058>.
- [21] H.K. Yang, Y.Z. Tian, Z.F. Zhang, Revealing the mechanical properties and microstructure evolutions of Fe–22Mn–0.6C–(x)Al TWIP steels via Al alloying control, *Materials Science and Engineering A*. 731 (2018) 61–70. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.037>.
- [22] C. Haase, T. Ingendahl, O. Güvenc, M. Bambach, W. Bleck, D.A. Molodov, L.A. Barrales-Mora, On the applicability of recovery-annealed Twinning-Induced Plasticity steels: Potential and limitations, *Materials Science and Engineering A*. (2016). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.096>.
- [23] B.C. De Cooman, K. Chin, J. Kim, High Mn TWIP Steels for Automotive Applications, *New Trends and Developments in Automotive System Engineering*. (2011). <https://doi.org/10.5772/14086>.
- [24] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr Opin Solid State Mater Sci*. 15 (2011) 141–168. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2011.04.002>.
- [25] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr Opin Solid State Mater Sci*. 15 (2011) 141–168. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2011.04.002>.

5. Caracterización microestructural del material mediante microscopía

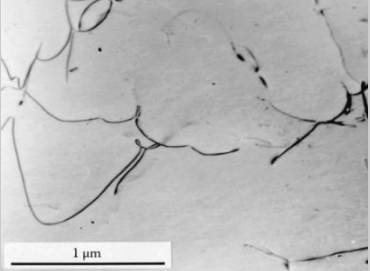
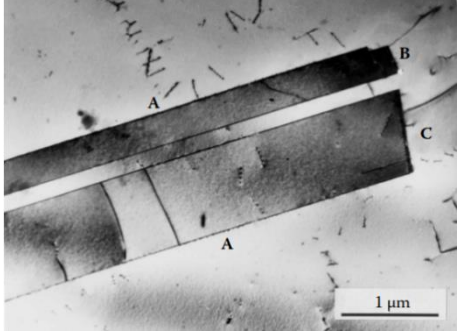
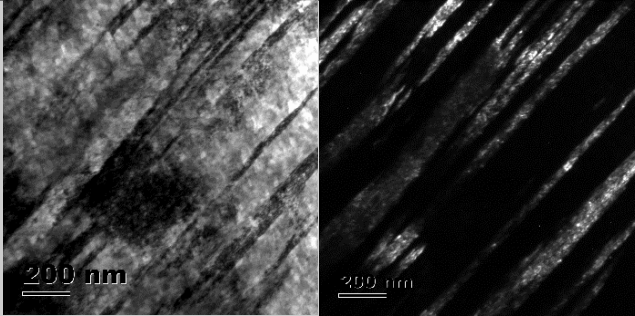
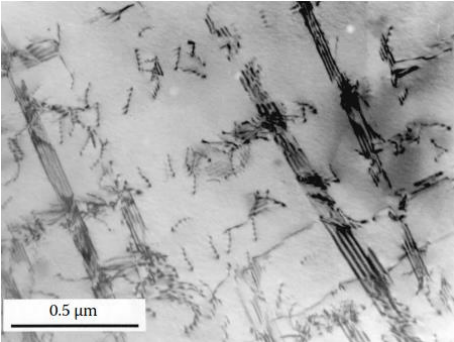
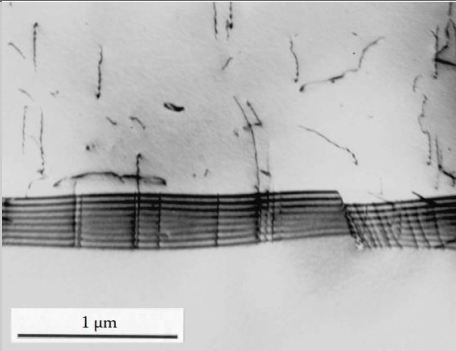
En este capítulo, realizaremos un análisis microestructural exhaustivo de chapas sometidas a diferentes condiciones de procesamiento ensayadas en el *Capítulo 4*, mediante las técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de transmisión (TEM). Tomamos muestras del material antes y después de la tracción. La presencia de defectos cristalinos en la fase austenítica (fallas de apilamiento, maclas mecánicas, maclas de recocido, dislocaciones, etc.) afecta las propiedades mecánicas del material como tensión de fluencia, tensión de rotura y deformación. A su vez, esos defectos son producto de los tratamientos termomecánicos efectuados en el material, y van evolucionando con la deformación plástica producida durante la tracción hasta rotura. Por lo tanto, este análisis nos permitirá comprender la relación entre la microestructura, las propiedades mecánicas y las condiciones de procesamiento del material, que es la base para obtener datos tecnológicos que faciliten la producción y el uso de aceros TWIP.

5.1. Estructuras de defectos desarrolladas en los aceros TWIP

La observación con el microscopio electrónico de transmisión nos permitió identificar los defectos presentes en la fase austenítica, principalmente fallas de apilamiento y dislocaciones. A través de esta técnica también observamos bordes de grano y, maclas de recocido y de deformación, activadas por tratamientos a alta temperatura térmica o inducidas por las tensiones aplicadas. Las imágenes fueron indexadas en correspondencia con los patrones de difracción obtenidos con el microscopio. En ellas identificamos los planos y direcciones en que yacen los defectos más característicos. Particularmente, en la estructura FCC, las maclas son el resultado del apilamiento de fallas extrínsecas, que se encuentran en planos $\{111\}$ y en las direcciones de disociación de las dislocaciones perfectas en parciales, esto es, $\langle 112 \rangle$ [1].

En la Tabla 5.1 se muestran imágenes, obtenidas a través del TEM, de cada uno de los defectos mencionados, con el objetivo facilitar su identificación durante la lectura del capítulo.

Tabla 5.1: Identificación de defectos observados a través de microscopía electrónica de transmisión.

Defecto	Imagen
Dislocaciones	
Macla de recocido	
Maclas de deformación	
Fallas de apilamiento	
Borde de grano	

5.2. Microestructura de la aleación antes de los tratamientos termomecánicos

La aleación estudiada fue diseñada y desarrollada en el laboratorio, tal como se explica en la Sección 3.1, resultando en un acero TWIP completamente austenítico. La Figura 5.1 muestra la microestructura antes del procesamiento termomecánico. La imagen de microscopía óptica (OM), en la Figura 5.1a, muestra granos dendríticos grandes, de tamaño promedio de 200 μm , y la presencia de algunas maclas de recocido (ver la flecha blanca) en el material colado y homogeneizado a 1100 °C durante 4 horas. La imagen de microscopía electrónica de transmisión, en la Figura 5.1b, muestra granos austeníticos, tal como se indexó a partir del patrón de difracción de electrones de área selecta (SAEDP) inserto, donde yacen algunas dislocaciones y fallas de apilamiento.

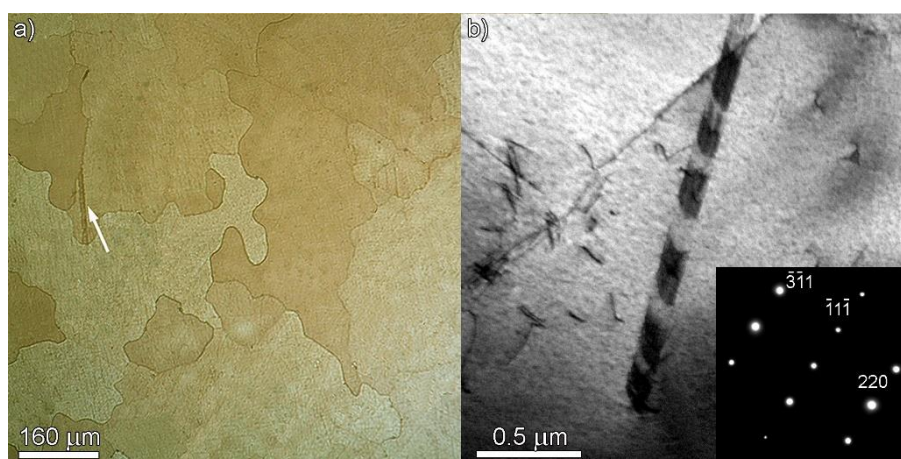


Figura 5.1: a) Microestructura OM de la muestra colada y homogeneizada a 1100 °C durante 4 horas. b) Imagen TEM de la misma, que muestra una matriz austenítica indexada en el SAEDP tomada a lo largo del eje de la zona $[112]_{\gamma}$

5.3. Influencia de los tratamientos termomecánicos en la microestructura

En las imágenes de la Figura 5.2, tomadas con microscopio óptico, se observan granos austeníticos en cada una de las condiciones de procesamiento estudiadas. Las Figuras 5.2a, 5.2b y 5.2c corresponden a micrografías de las muestras LF-0, L6-0 y L10-0 tomadas de las chapas tal cual laminadas a diferentes temperaturas. Tanto el laminado en frío, como el laminado a 600 °C, generaron granos alargados con una relación 2:7 de alrededor de 50 μm de largo. En cambio, durante el laminado a alta temperatura se formaron granos poligonales de un tamaño promedio de 22 μm y maclas de recocido de alrededor de 2 μm de ancho, indicando que, durante el procesamiento a 1000 °C, se activó la recrystalización del material.

Por otro lado, en las Figura 5.2d, 5.2e y 5.2f se observan micrografías de chapas de los tres lotes de laminado, luego de ser sometidas a recocidos a las temperaturas que proporcionaron las mejores

propiedades mecánicas LF-750, L6-850 y L10-1000. En todos los casos, se observaron granos poligonales con tamaño promedio de 7 μm , 13 μm y 18 μm , respectivamente, con maclas de recocido en su interior de entre 0.5 y 3 μm , típicos de recrystalización.

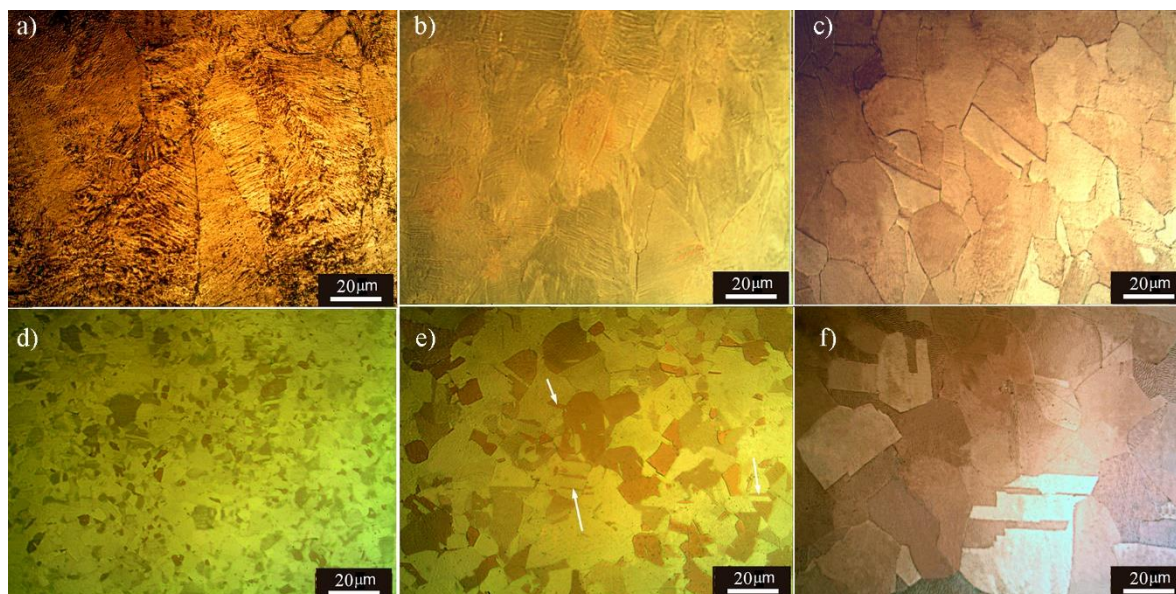


Figura 5.2: Imágenes de micrografía óptica de las muestras a) LF-0, b) L6-0, c) L10-0, d) LF-750, e) L6-850 y f) L10-1000 antes de traccionar.

Para profundizar el análisis de la microestructura e identificar los defectos nanométricos formados durante la deformación del acero TWIP, observamos muestras con diferentes condiciones de procesamiento mediante a TEM. Estudiamos la microestructura en láminas pertenecientes a los lotes LF, L6 y L10 para observar el efecto de la temperatura de laminación. Así mismo, de cada grupo analizamos muestras sometidas a recocidos intermedios (sin recrystalización) y recocidos a temperatura de recrystalización. También obtuvimos láminas de las probetas traccionadas de cada condición de procesamiento, a las que denominaremos con el sufijo “-T”, por ejemplo, LF-0-T. Presentaremos los resultados, ordenados por lotes, según su temperatura de laminación.

5.3.1. Muestras laminadas en frío (LF)

Del lote de chapas laminadas a temperatura ambiente analizaremos muestras sin recocido (LF-0), con recocido a 650 °C (LF-650) y a 750 °C (LF-750), antes y después de traccionar.

a) LF-0

La estructura resultante de la laminación a temperatura ambiente presenta granos austeníticos con una alta densidad de dislocaciones (D), orientadas en $(\bar{1}1\bar{1})[011]\gamma$, multiplicadas durante el conformado, como se observa en la Figura 5.3a. El SAEDP insertado en la imagen de la Figura 5.3b muestra spots dobles, que indican la presencia de maclas nanométricas (T), identificadas como paralelas a la traza $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]\gamma$. En la imagen de campo oscuro de la misma zona (Figura 5.3b), se aprecian las maclas de ancho entre 10 y 20 nm.

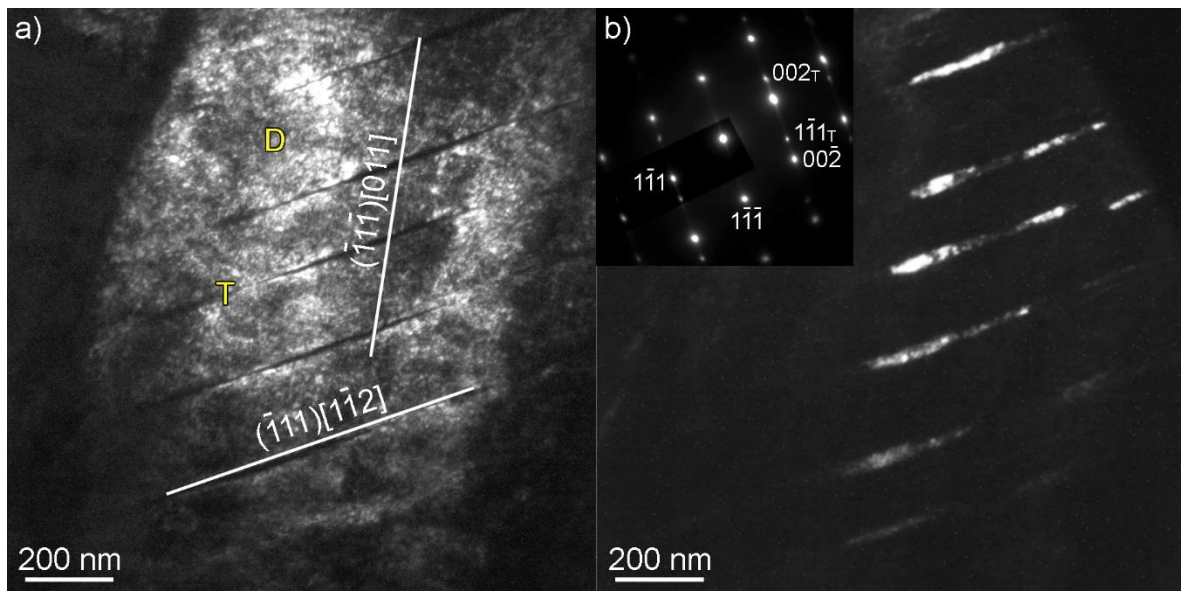


Figura 5.3: Microestructura de la aleación tal cual laminada a 20 °C (LF-0). a) imagen TEM de campo claro mostrando bandas de dislocaciones (D) y maclas (T) en la matriz austenítica. b) imagen de campo oscuro tomada del spot $[200]$ en el patrón de difracción de área selecta (SAEDP) inserto; eje de zona $[110]\gamma$.

Luego de traccionar, la estructura presenta muy alta densidad de dislocaciones, maclas mecánicas (T) y fallas de apilamiento (SF), como se muestra en la Figura 5.4a. En otro grano, con mayor magnificación (Figura 5.4b), las delgadas maclas mecánicas y fallas de apilamiento siguen la orientación $(1\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}2]$; la presencia de estos defectos se manifiesta en el patrón de difracción inserto, donde aparecen puntos dobles, propios de las maclas, y los puntos de la matriz austenítica aparecen alargados, como consecuencia de las fallas de apilamiento.

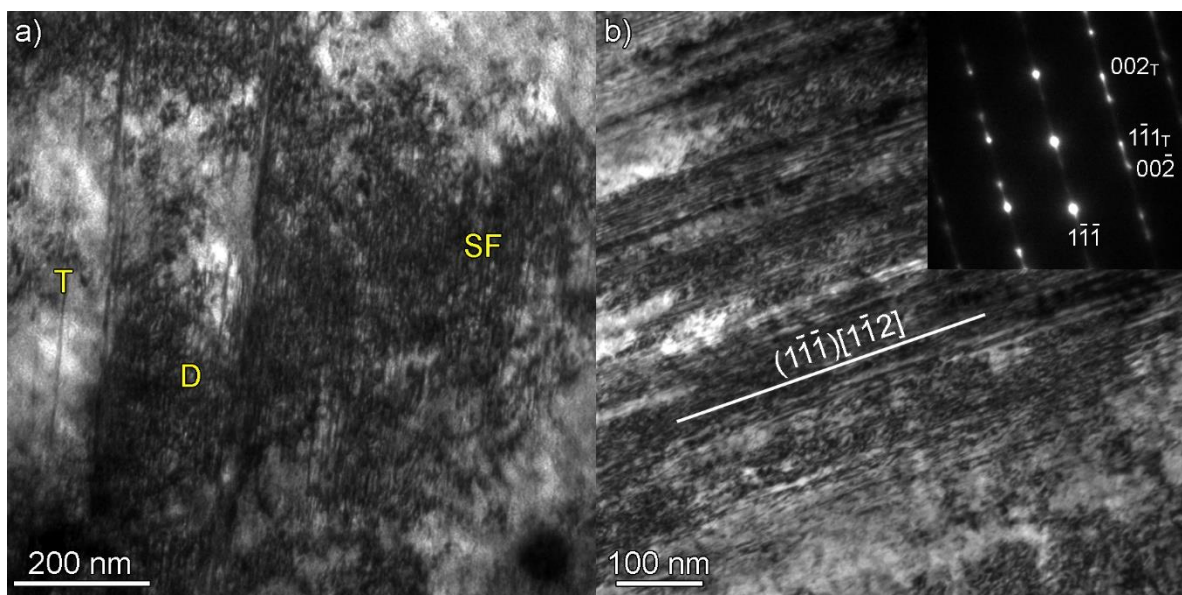


Figura 5.4: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C, traccionada hasta rotura (LF-0-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando bandas de dislocaciones (D), fallas de apilamiento (SF) y maclas (T) en la matriz austenítica. b) con mayor magnificación, en la imagen de campo claro se observan maclas orientadas en $(1\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}2]$.

b) LF-650

Luego del recocido a 650 °C de la chapa laminada en frío, la matriz austenítica presenta una alta densidad de dislocaciones y marcada presencia de nanomaclas (T) de espesor entre 20 y 30 nm, como se observa en la Figura 5.5. Esta microestructura tiene características similares a la observada en la muestra LF-0, tal cual laminada.

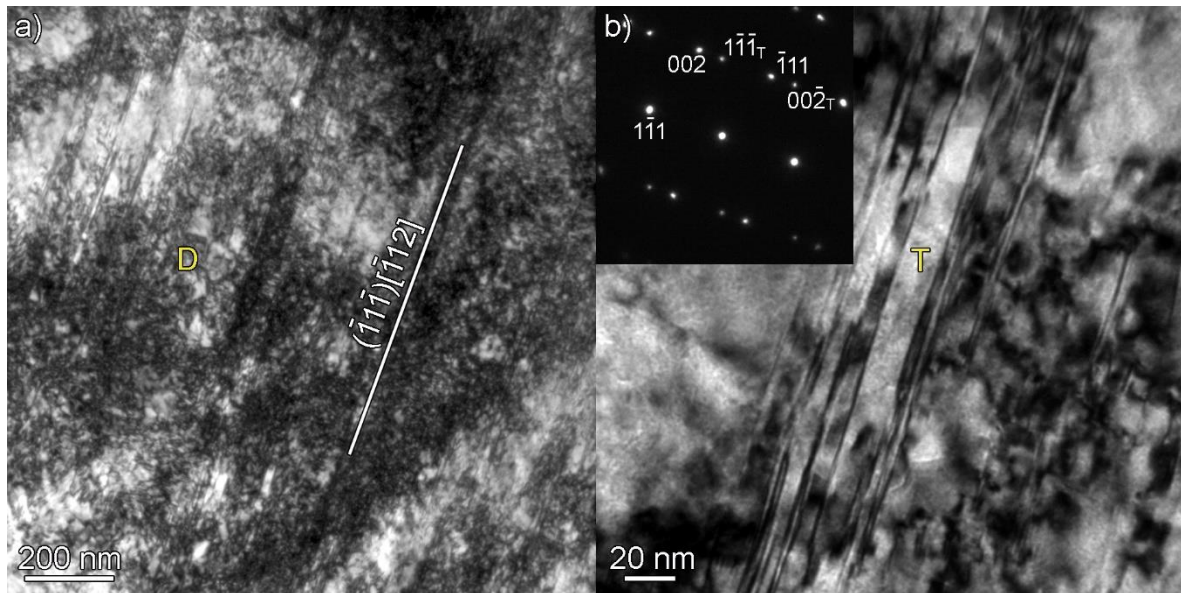


Figura 5.5: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C con recocido posterior a 650 °C (LF-650). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas mecánicas orientadas en $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}12]$ en la matriz austenítica. b) imagen de campo claro con mayor magnificación que permite determinar el espesor de las maclas.

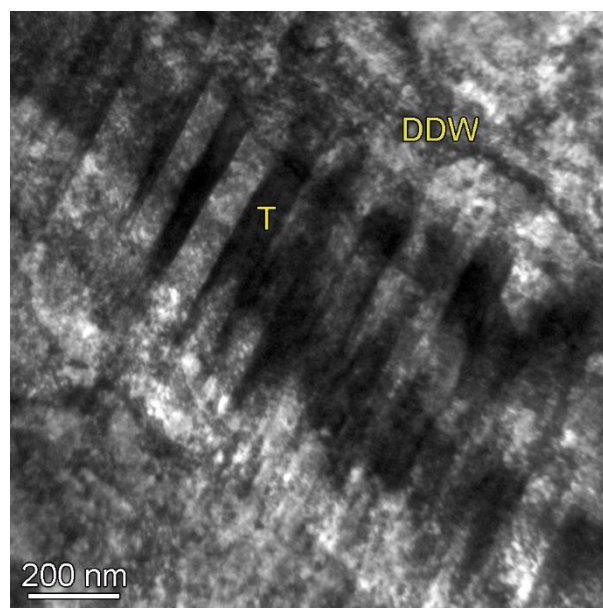


Figura 5.6: Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación laminada a 20 °C, recocida a 650 °C, y luego traccionada hasta rotura (LF-650-T). Se observan paredes densas de dislocaciones (DDW) y maclas mecánicas (T) en la matriz austenítica.

En la Figura 5.6, correspondiente a la misma condición una vez traccionada (LF-650-T), se puede observar un ligero incremento en la densidad de las dislocaciones que se ordenan formando paredes densas (DDW). Estas estructuras de dislocaciones, que suelen denominarse geométricamente necesarias, son características de las aleaciones con valores intermedios de SFE y forman subdivisiones del grano [2]. En cambio, la cantidad de maclas parece no haberse incrementado durante la deformación plástica hasta la rotura.

c) LF-750

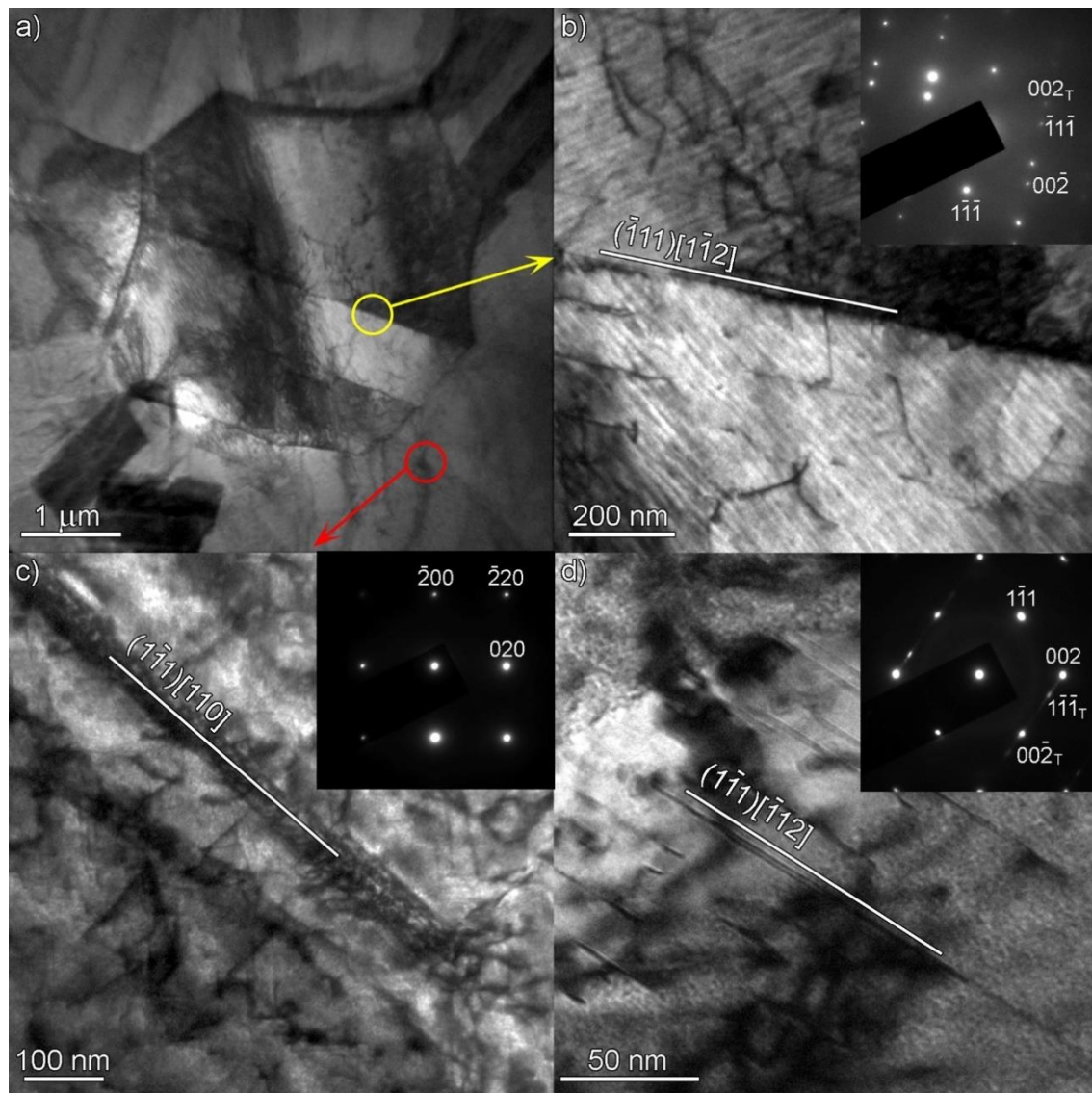


Figura 5.7: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C y recocida a 750 °C (LF-750). a) imagen TEM de campo claro de baja magnificación mostrando granos pequeños poligonales con una macla de recocido; b) imagen de campo claro con mayor magnificación de la zona marcada por el círculo amarillo, el patrón de difracción de área selecta (SAEDP) indexado indica que la macla de recocido está orientada en $(\bar{1}\bar{1}1)[1\bar{1}2]$; c) imagen de campo claro tomada con mayor magnificación de la zona marcada por el círculo rojo junto con el SAEDP indexado, mostrando paredes de dislocaciones orientadas en $(1\bar{1}1)[110]$; d) mayor magnificación para mostrar maclas de unos pocos nanómetros en $(\bar{1}\bar{1}1)[1\bar{1}2]$. Eje de zona $[001]\gamma$.

Cuando la chapa laminada en frío es recocida a 750 °C, se observa una estructura mixta. Muchos granos de austenita son pequeños y poligonales (Figura 5.7a), típicos de recristalización, con baja densidad de

dislocaciones y maclas de recocido. Aumentando la magnificación en la zona señalada con el círculo amarillo (Figura 5.7b), la macla observada se indexó en la orientación $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$. En los granos no recrystalizados (Figura 5.7c), la cantidad de dislocaciones es grande y están ordenadas en paredes orientadas en $(1\bar{1}1)[110]$ (la flecha roja en Figura 5.7a señala el área indexada); y se observan algunas maclas de deformación con orientación $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ (Figura 5.7d).

La Figura 5.8 muestra imágenes de campo claro y de campo oscuro de una muestra de la chapa laminada en frío y recocida a 750 °C, sometida a tracción y deformada 45 %, hasta la rotura. El grano de matriz austenítica contiene una alta densidad de dislocaciones, en algunas direcciones preferenciales o arreglos tipo marañas. Las maclas (T) desarrolladas durante el ensayo ocupan gran parte de la imagen; son de alrededor de 45 nm de ancho y están orientadas en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$.

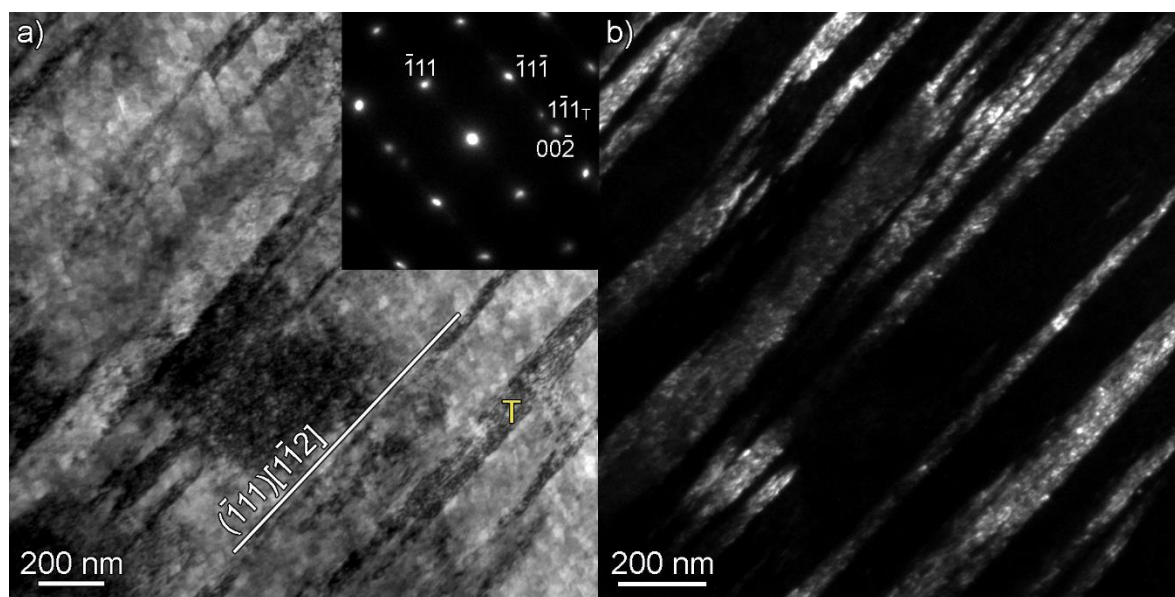


Figura 5.8: Microestructura de la aleación laminada a 20 °C con recocido posterior a 750 °C traccionada hasta rotura (LF-750-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones y maclas (T) orientadas en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ en la matriz austenítica según el SAEDP inserto; eje de zona $[110]_{\gamma}$; b) imagen de campo oscura tomada del spot $[\bar{1}11]$.

5.3.2. Muestras laminadas a 600 °C (L6)

Del lote de chapas laminadas a 600 °C analizamos muestras sin recocido (L6-0), con recocidos a 750 °C (L6-750) y a 850 °C (L6-850) antes y después de traccionar.

d) L6-0

En la muestra tal cual laminada a 600 °C se observan bandas y arreglos densos de dislocaciones. En la Figura 5.9a observamos 2 granos que se encuentran en eje de zona $[110]_{\gamma}$ con una diferencia angular de 24 grados, tal como se deduce del SAEDP tomado en la región señalada por el círculo amarillo (Figura 5.9c). En el grano de la parte superior de la imagen, las bandas de dislocaciones (DB) se orientan en trazas $(1\bar{1}1)[\bar{1}10]$, mientras que, en el grano inferior, forman arreglos tipo marañas. Los spots del patrón de difracción mostrado en la Figura 5.9b confirman la no ocurrencia de maclado durante la laminación.

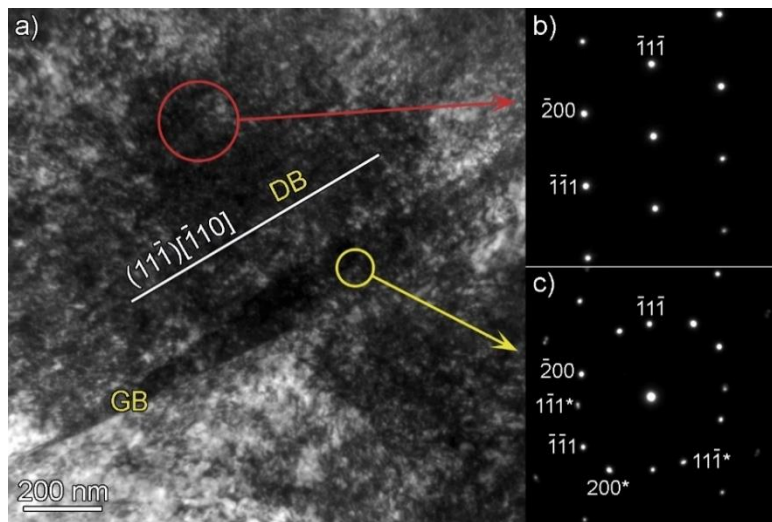


Figura 5.9: a) Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación tal cual laminada a 600 °C (L6-0) mostrando dos granos y el borde respectivo (GB); en el grano superior se observan bandas de dislocaciones (DB) orientadas en $(11\bar{1})[\bar{1}10]$, indexadas con el SAEDP mostrado en b; b) SAEDP correspondiente a la zona marcada por el círculo rojo (eje de zona $[110]\gamma$); c) SAEDP correspondiente a la zona marcada por el círculo amarillo que incluye la difracción de ambos granos con el mismo eje de zona $[110]\gamma$, rotados entre sí 24 grados.

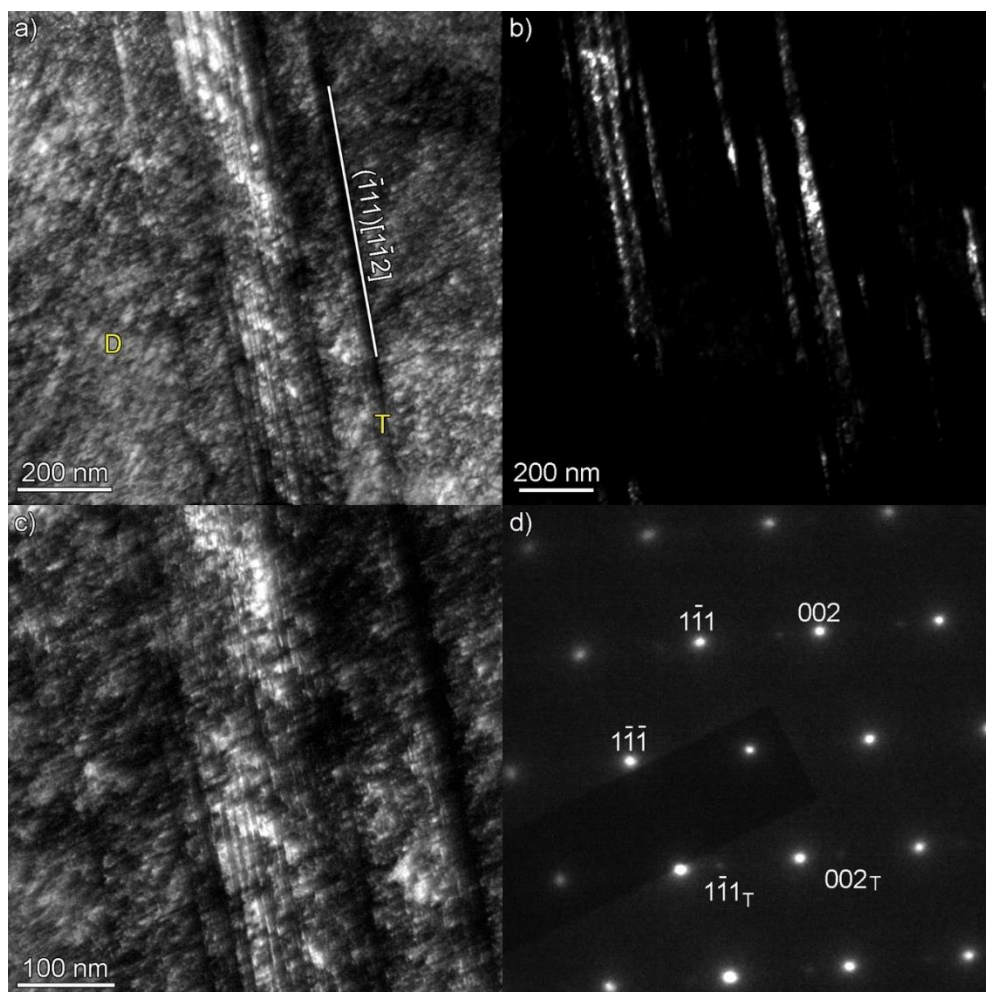


Figura 5.10: Microestructura de la aleación laminada a 600 °C y traccionada hasta rotura (L6-0-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas (T) orientadas en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ en la matriz austenítica con el SAEDP mostrado en d; b) imagen de campo oscuro tomada del spot $[\bar{1}\bar{1}1]$; c) imagen con mayor magnificación mostrando las nanomaclas; d) SAEDP indexado; eje de zona $[110]\gamma$

Luego de la tracción, la imagen de campo claro de la Figura 5.10a muestra granos de austenita con muy alta densidad de dislocaciones y maclas de deformación orientadas en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$, según el patrón de difracción de la Figura 5.10d. En la imagen de campo oscuro, Figura 5.10b, se ven las maclas de ancho entre 20 y 30 nm. La microestructura altamente deformada se aprecia con mayor magnificación en la Figura 5.10c.

e) L6-750

En la misma chapa, recocida a 750 °C, observamos (Figura 5.11) granos austeníticos con dislocaciones ordenadas en bandas (DB) orientadas en $(111)[\bar{1}10]$. Estas bandas aparecen más marcadas que en la muestra tomada previa al recocido, y alrededor de ellas, la matriz se ha despoblado de dislocaciones.

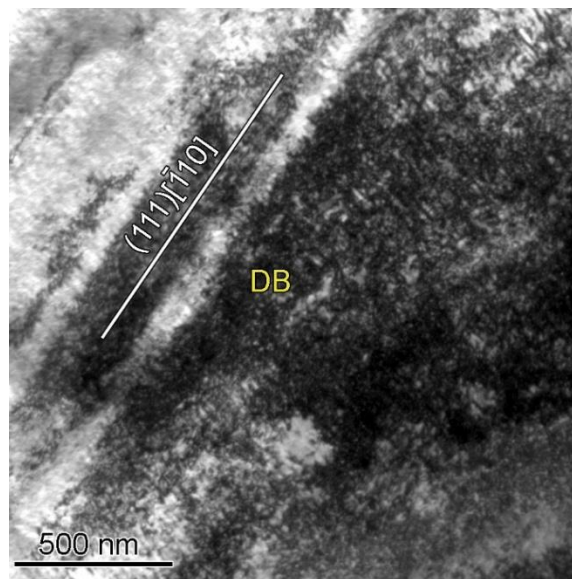


Figura 5.11: Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación laminada a 600 °C y recocida a 750 °C (L6-750) mostrando bandas de dislocaciones (DB) orientadas en $(111)[\bar{1}10]$.

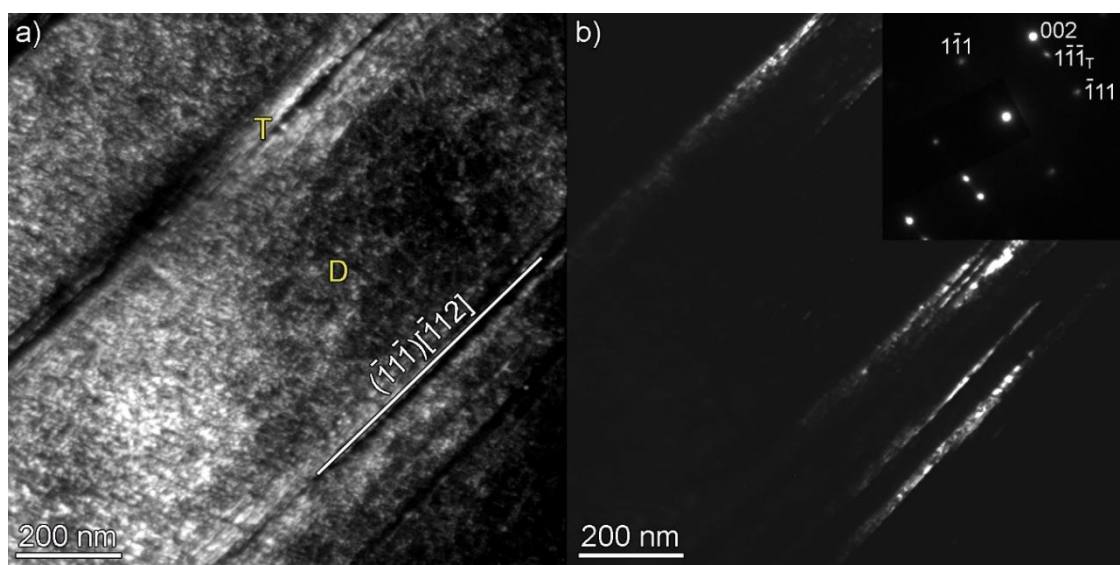


Figura 5.12: Microestructura de la aleación laminada a 600 °C y recocida a 750 °C, traccionada hasta rotura (L6-750-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas (T) orientadas en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ en la matriz austenítica. b) imagen de campo oscuro tomada del spot $[200]$ para apreciar las maclas, el SAEDP está inserto en la figura; eje de zona $[110]\gamma$.

Luego de traccionar hasta la rotura una probeta de esta condición (**L6-750-T**), encontramos maclas mecánicas orientadas en direcciones particulares $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}12]$. En la Figura 5.12a podemos observar alta densidad de dislocaciones (D) distribuidas uniformemente en la matriz austenítica y maclas de deformación de entre 20-30 nm de ancho (T), que se aprecian claramente en la imagen de campo oscuro de la Figura 5.12b.

f) L6-850

En la imagen de baja magnificación de la Figura 5.13a, se muestra la microestructura de la chapa laminada a 600 °C con recocido a 850 °C; se observan granos pequeños poliédricos, algunas dislocaciones y maclas de recocido de diferentes tipos [3], lo que evidencia que el material ha recrystalizado. En la Figura 5.13b, con mayor magnificación, se observa una macla de recocido incompleta en la orientación $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}1\bar{2}]$ que se ha indexado según el SAEDP inserto en la imagen (la flecha amarilla señala que se trata de la misma macla observada en la Figura 5.13a). Para revelar más detalles de la microestructura con mayor magnificación, en la Figura 5.14 se pueden ver características típicas de recrystalización: bordes de granos escalonados y maclas de recocidos con bordes tipo cornisa, interactuando con dislocaciones (Figura 5.14a y b), fallas de apilamiento (Figura 5.14c) y una macla de recocido de esquina orientada en $(1\bar{1}\bar{1})[\bar{1}12]$ (Figura 5.14d).

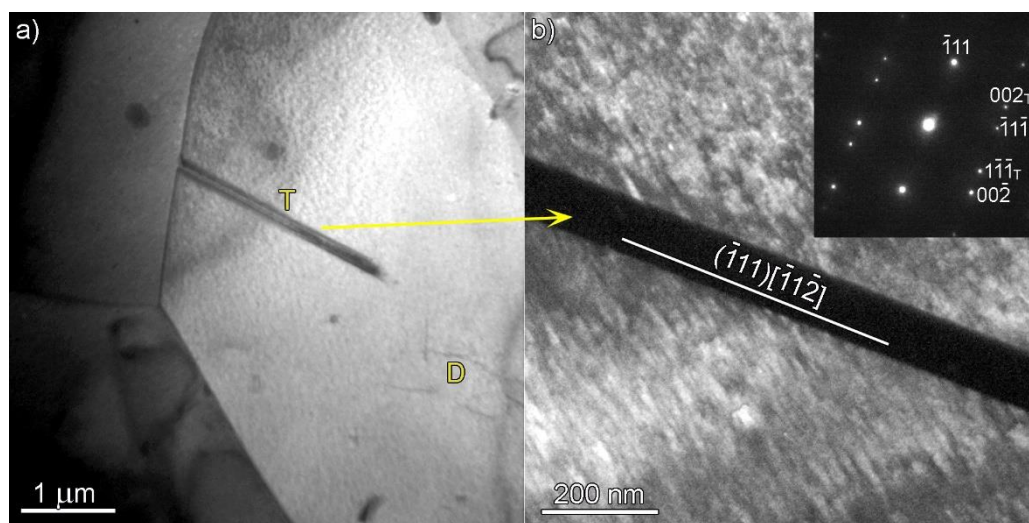


Figura 5.13: Microestructura de la aleación laminada a 600 °C y recocida a 850 °C (L6-850). a) imagen TEM de baja magnificación, se observan unas pocas dislocaciones (D) y una macla de recocido incompleta (T) en la matriz austenítica; b) imagen con mayor magnificación de la macla de recocido orientada en $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}1\bar{2}]$ con el SAEDP inserto; eje de zona $[110]\gamma$.

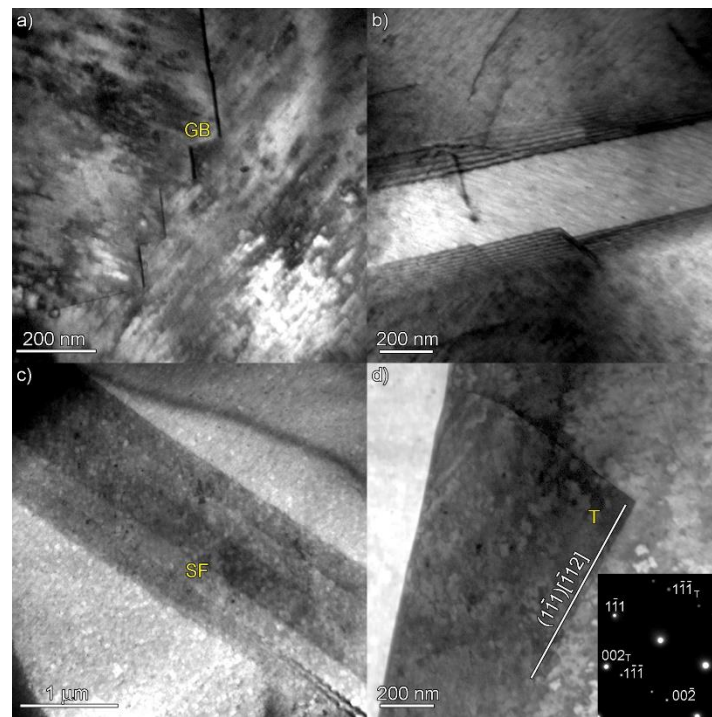


Figura 5.14: Detalles de la microestructura de la chapa laminada a 600 °C y recocida a 850 °C (L6-850): a) bordes de granos (GB) escalonados, tipo cornisa, b) macla de recocido interactuando con dislocaciones, c) fallas de apilamiento (SF) y, d) una macla de recocido (T) de esquina orientada en $(1\bar{1}1)[\bar{1}12]$, eje de zona $[110]\gamma$.

Luego de la tracción, la estructura presenta alta densidad de dislocaciones (D), maclas mecánicas (T) y fallas de apilamiento (SF), estas dos orientadas en $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}\bar{2}]$. La imagen de la Figura 5.15 permite apreciar estos defectos, que fueron indexados del patrón de difracción de área selecta (SAEDP) inserto.

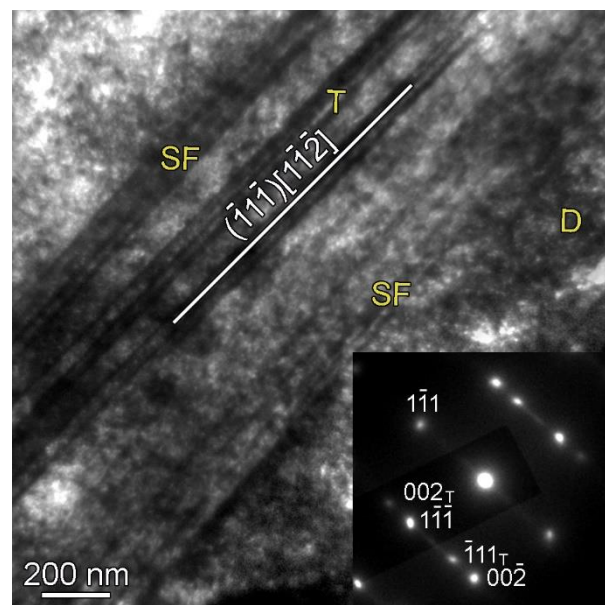


Figura 5.15: Imagen TEM de campo claro de la microestructura de la aleación laminada a 600 °C con recocido posterior a 850 °C, traccionada hasta rotura (L6-850-T), mostrando dislocaciones (D) y, fallas de apilamiento (SF) y maclas mecánicas (T) orientadas en $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}\bar{2}]$ junto con el SAEDP inserto; eje de zona $[110]\gamma$.

5.3.3. Muestras laminadas a 1000 °C (L10)

g) L10-0

En la chapa tal cual laminada a 1000 °C podemos observar una estructura austenítica de granos grandes con muy baja densidad de dislocaciones, y maclas de recocido de entre 0.5 y 3 micrones de ancho, producto de la elevada temperatura de conformado (Figura 5.16a y b). Estas características de la microestructura dan cuenta de que el material recrystalizó durante la laminación a 1000 °C. Las dislocaciones distribuidas uniformemente en algunos granos con otra orientación (ver Figura 5.16c y d), indicarían un descenso en la temperatura debido al contacto del material con los rodillos fríos.

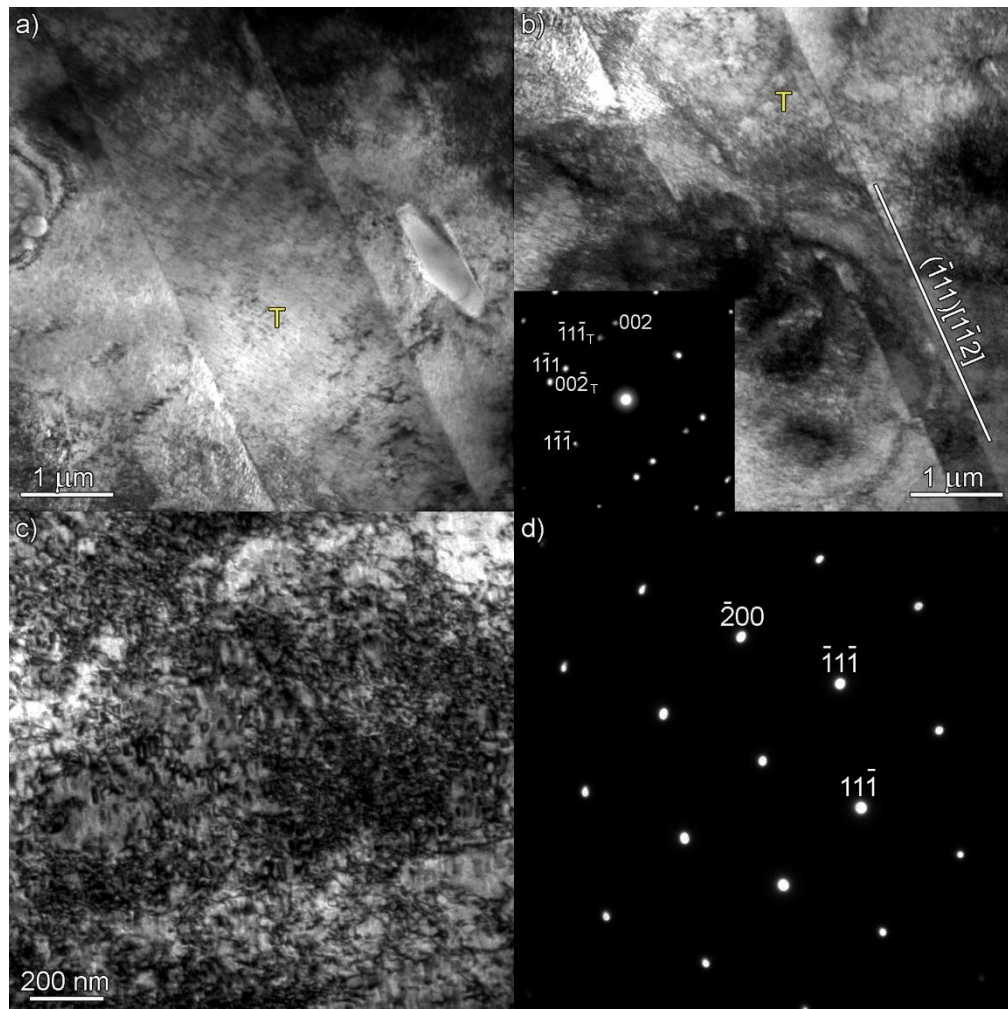


Figura 5.16: Microestructura de la aleación tal cual laminada a 1000 °C (L10-0). a) imagen TEM de baja magnificación con pocas dislocaciones (D) y una macla de recocido (T) en la matriz austenítica. b) Otra zona del mismo grano con una macla de recocido más fina orientada en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ con el SAEDP inserto; eje de zona $[110]\gamma$. c) imagen con mayor magnificación en un grano con dislocaciones formando marañas; d) SAEDP correspondiente a este grano; eje de zona $[110]\gamma$.

Luego de traccionar una muestra de esta chapa, se observa una estructura austenítica con alta densidad de dislocaciones formando bandas y alta densidad de maclas mecánicas. En la Figura 5.17a podemos apreciar las maclas muy finas, de alrededor de 10-15 nanómetros. Las maclas nanométricas se orientan en $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ de acuerdo al SAEDP inserto. En otros granos (Figura 5.17b), las maclas no alcanzaron

a desarrollarse y sólo se observa una alta densidad de dislocaciones formando bandas y fallas de apilamiento.

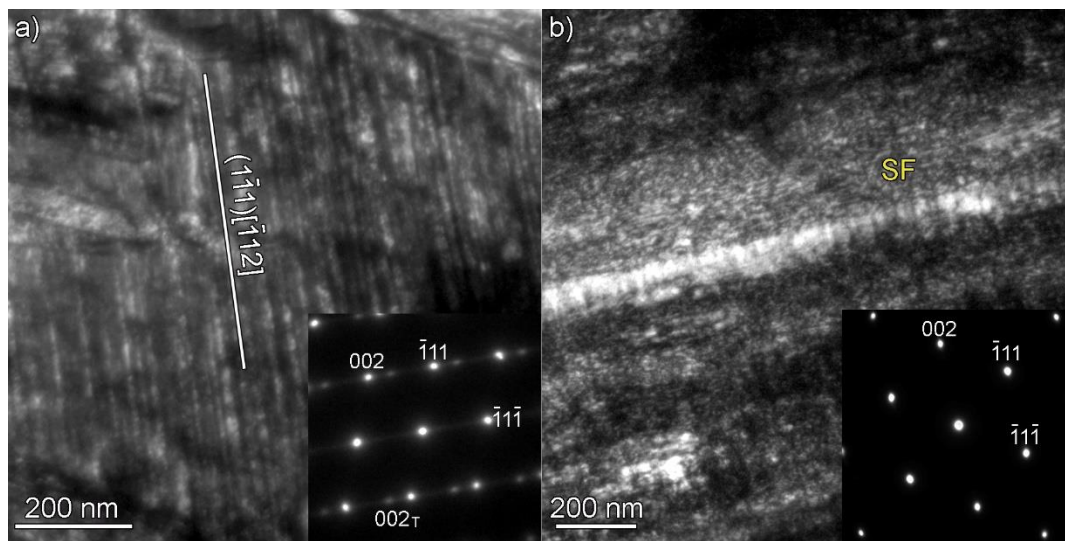


Figura 5.17: Microestructura de la aleación tal cual laminada a 1000 °C, traccionada hasta rotura (L10-0-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando maclas de deformación orientadas en $(1\bar{1}1)[1\bar{1}2]$ con SAEDP inserto; eje de zona $[110]\gamma$; b) imagen de otro grano sin presencia de maclas mecánicas, con muchas dislocaciones formando bandas y fallas de apilamiento (SF), como confirman los spots alargados del SAEDP inserto, eje de zona $[110]\gamma$.

h) L10-1000

Luego de un recocido a 1000 °C la matriz austenítica de la chapa laminada a 1000 °C, presenta escasa densidad de dislocaciones (Figura 5.18a y b) y maclas térmicas, de espesor entre 1 y 3 micrones en mucho mayor proporción y tamaño que en caso anterior (Figura 5.18c). En la Figura 5.18d, con mayor magnificación, se pueden observar dislocaciones perfectas que se disocian (DD).

Durante la tracción hasta rotura de una muestra de esta chapa, se desarrolló una alta densidad de maclas mecánicas de alrededor de 20 nm, y de dislocaciones en la matriz austenítica. En algunos granos, observamos bandas de dislocaciones orientadas en $(111)[\bar{1}10]$ (ver Figura 5.19 a y b), mientras que, en otros, favorablemente orientados para activar el mecanismo de maclado, se aprecia una alta densidad de maclas mecánicas en la dirección $(1\bar{1}1)[\bar{1}12]$. En las imágenes de campo claro y oscuro de las Figura 5.19c y d, respectivamente, se aprecian las maclas nanométricas en una variante.

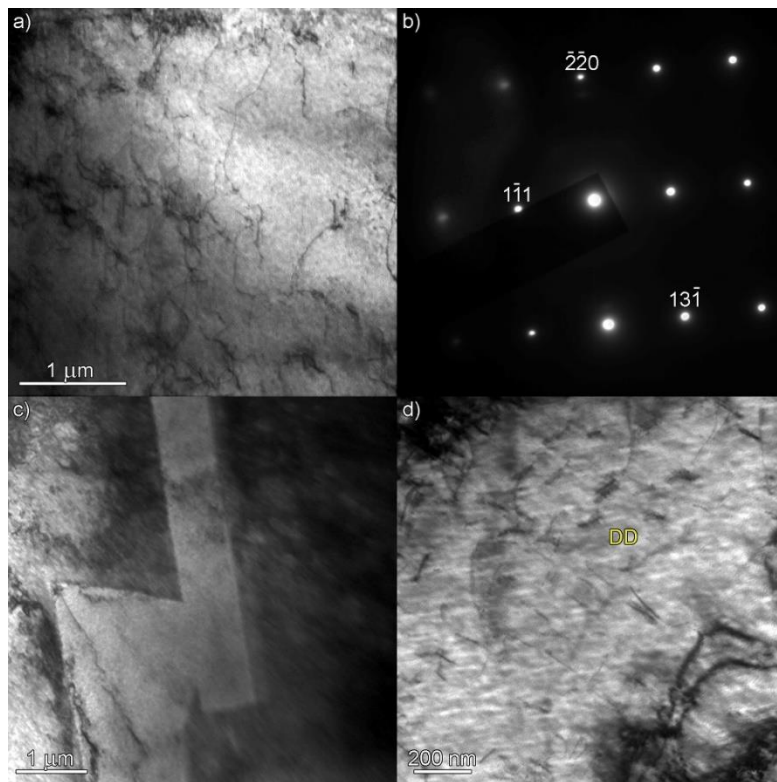


Figura 5.18: Microestructura de la aleación laminada a 1000 °C con recocido posterior a 1000 °C (L10-1000). a) imagen TEM de baja magnificación con pocas dislocaciones en la matriz austenítica; b) SAEDP correspondiente a este grano, eje de zona $[110]_{\gamma}$; c) Otra zona del mismo grano presenta maclas de recocido de dos tipos: de esquina e incompleta d) imagen con mayor magnificación mostrando dislocaciones disociadas (DD).

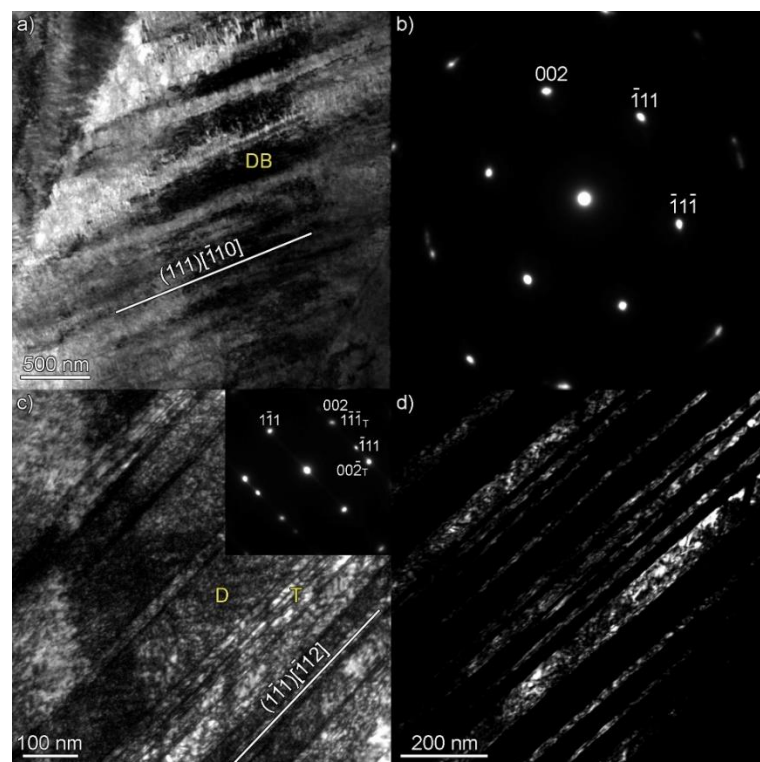


Figura 5.19: Microestructura de la aleación laminada a 1000 °C con recocido posterior a 1000 °C, traccionada hasta rotura (L10-1000-T). a) imagen TEM de campo claro mostrando dislocaciones formando bandas (DB) orientadas en $(111)[\bar{1}10]$; b) SAEDP correspondiente a este grano, eje de zona: $[\bar{1}10]_{\gamma}$. c) imagen de campo claro mostrando dislocaciones (D) y maclas (T) orientadas en $(1\bar{1}1)[\bar{1}12]$ en la matriz austenítica con el SAEDP inserto; eje de zona $[110]_{\gamma}$. c) imagen de campo oscuro tomada del spot $[\bar{1}11]$ mostrando maclas de deformación.

5.4. Análisis

En las curvas tensión-deformación mostradas en la *Sección 4.3*, es notable que las propiedades mecánicas dependen fuertemente del tratamiento termomecánico aplicado al material, previo al ensayo de tracción. Las imágenes de TEM dan cuenta de la correcta proporción de elementos en la composición química, ya que se forman maclas durante de los procesos de laminado y los ensayos de tracción aplicados al material. Esto se debe a que el valor de la SFE de la aleación, calculado en la *Sección 4.1.1*, se encuentra dentro del rango donde el mecanismo principal de deformación es el maclado junto con el deslizamiento de dislocaciones, esto es, entre 18 y 45 mJ/m², tal como mencionamos en la *Sección 2.3*.

Con el objetivo de comprender y explicar el efecto de las condiciones de procesamiento en las propiedades mecánicas del material, analizaremos una a una las curvas tensión-deformación de las probetas estudiadas, relacionándolas con las microestructuras que hemos descrito previamente.

Las curvas tensión-deformación de las probetas LF-0, LF-650 y L6-0 dan cuenta de un límite elástico muy alto y elevada tensión de rotura con deformaciones totales menores a 9%. La baja deformación plástica desarrollada implica que las chapas resultaron muy frágiles, aspecto indeseable para su aplicación tecnológica. En las imágenes de las Figura 5.3 y Figura 5.9, después de laminado a 20 °C y 600 °C, respectivamente, se observa una alta densidad de dislocaciones formando bandas y arreglos en direcciones preferenciales. La misma microestructura aparece en muestras de las chapas laminadas en frío luego del recocido a 650 °C (Figura 5.5), lo que indica que esta temperatura no fue suficiente para activar procesos de recrystalización o recuperación. Por otro lado, en las muestras LF-0 y LF-650 (Figura 5.3 y Figura 5.5), se ve claramente que se desarrollaron maclas mecánicas durante el laminado. Evidentemente la deformación en frío fue gobernada por la combinación de maclado y deslizamiento de dislocaciones. En cambio, durante el laminado a 600 °C (Figura 5.9), el único mecanismo de deformación activo fue el deslizamiento de dislocaciones, su multiplicación y formación de arreglos específicos. Veremos que estas observaciones se corresponden con los resultados de densidad de dislocaciones y probabilidad de maclas calculadas a partir del análisis de los difractogramas, que se presentan en la *Sección 6.1*. La presencia de estas maclas en las chapas laminadas en frío retardó el inicio de la deformación plástica en las probetas sometidas a ensayos de tracción, dando como resultado límites elásticos de 1247 y 1150 MPa para las chapas LF-0 y LF-650, respectivamente. En cambio, el límite elástico fue de 851 MPa para la chapa L6-0. Esta evidencia de que el modo en el que procedió la deformación plástica varió según la temperatura de procesamiento, está relacionada con el incremento en el valor de la SFE del material con la temperatura. Shterner *et al.* [4] resumieron aproximaciones termodinámicas para aleaciones de composiciones químicas similares a la estudiada, y mostraron el cambio en el mecanismo de deformación en función de la temperatura. Según estos autores, a medida que se incrementa la temperatura, aumenta la distancia de separación de las dislocaciones disociadas, lo que reduce la interacción entre el deslizamiento de dislocaciones y las fallas de apilamiento. En consecuencia, cuando laminamos chapas a 600 °C, el valor de la SFE del material se eleva lo suficiente como para que el mecanismo de deformación dominante sea sólo el deslizamiento de dislocaciones

perfectas y no se disponga de fallas de apilamiento necesarias para la formación de maclas (ver Figura 5.9). Luego, al traccionar probetas de estas chapas a temperatura ambiente (L6-0-T), el bajo valor de la SFE del material (a esta temperatura) activa la disociación de las dislocaciones perfectas en parciales cuando se aplica la tensión, formándose fallas de apilamiento. Estas fallas son núcleos para el crecimiento de maclas mecánicas que propician la continuidad de la deformación plástica [5]. En este caso particular, la elevada densidad de dislocaciones previa a la tracción limitó el flujo plástico, llegándose a valores cercanos a 9%. En cambio, durante la tracción de las probetas de las chapas laminadas en frío, LF-0 y LF-650, el mecanismo de maclado ya se encontraba agotado [6,7] y las dislocaciones formando estructuras de alta densidad, resultando en deformaciones plásticas menores a 4%.

La curva de tracción de la muestra laminada a 600 °C con posterior recocido a 750 °C (ver pág. 83), muestra valores de propiedades mecánicas mucho mejores que las analizadas previamente: 650 MPa de límite elástico, 1082 MPa de tensión a la rotura y 24% de deformación real. Este comportamiento es consecuencia del efecto de la temperatura de recocido sobre la microestructura de la chapa laminada a 600 °C, que entró en la etapa de recuperación, previa a la recrystalización. En la Figura 5.11 se observa una matriz austenítica levemente más ordenada que el caso tal cual laminado, con regiones con menor densidad de dislocaciones, que liberaron el camino para el deslizamiento y multiplicación de dislocaciones durante la tracción. Esto dio lugar a una estructura con dislocaciones uniformemente distribuidas y maclas mecánicas desarrolladas en una variante, tal como se observa en la Figura 5.12, y a una capacidad de deformación plástica tres veces mayor a la de la chapa sin recocer.

El grupo de muestras que combinan la mayor plasticidad junto con tensiones máximas cercanas a 1200 MPa, son L10-0, LF-750, L6-850 y L10-1000, cuyos valores de deformación son 43%, 45%, 52% y 62%, respectivamente. La microestructura que se observa en las Figuras 5.7, 5.13, 5.16 y 5.18 presenta granos austeníticos con escasas dislocaciones, algunas en proceso de disociación y maclas de recocido entre 0,5 y 3 μm de espesor. Durante la tracción, las dislocaciones se multiplicaron, formaron bandas e interactuaron con las maclas mecánicas que se fueron desarrollando durante el flujo plástico (Figuras 5.8, 5.14, 5.17 y 5.19). A su vez, las dislocaciones perfectas se disociaron fácilmente en dislocaciones parciales (DD) tal como las que se observan en la Figura 5.18d. Estas fueron las responsables de la formación de las fallas de apilamiento extrínsecas que fueron el núcleo de las maclas mecánicas que vemos en la Figura 5.19, luego de la tracción [1,5]. Estas maclas mecánicas son responsables del efecto Hall Petch Dinámico; funcionan como barreras para el deslizamiento de dislocaciones y aumentan el endurecimiento por deformación del material [8–10], como lo muestran las curvas tensión-deformación de la Sección 4.3. Además, facilitan el almacenamiento de las dislocaciones [11] y originan la reorientación de los granos a medida que el material se va deformando. Esta reorientación permite la activación de nuevos sistemas de deslizamiento con factor de Schmid menos favorable, facilitando la continuidad de la deformación plástica del material [9,12].

Jing *et al.* [13] se enfocan en la importancia de generar maclas mecánicas durante la deformación plástica ya que, gracias a ellas la tensión máxima se va incrementando. Para generar mayor cantidad de sitios de

nucleación de maclas, proponen un proceso de “entrenamiento”. Como consecuencia de los ciclos sucesivos de deformación y recocido, los bordes de las maclas de recocido se distorsionan debido al apilamiento de las dislocaciones. Nuestros resultados muestran que este tipo de bordes puede lograrse sin la necesidad de someter al material a ese procesamiento complejo y costoso. En las imágenes de la Figura 5.14 se pueden ver maclas de recocido con bordes escalonados y alta interacción con dislocaciones, que pueden funcionar como fuentes de maclas mecánicas durante la tracción.

Liang *et al.* [14] y Li *et al.* [15] incluyen un término debido al efecto del maclado en la determinación de la tensión desarrollada durante el flujo plástico, tal como se describe en la ecuación 5.1.

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_g + \sigma_f + \sigma_t \quad (5.1)$$

Donde σ_0 es el endurecimiento por la solución sólida, σ_g es propio del tamaño de grano, σ_f está asociado a la densidad de dislocaciones y σ_t es un coeficiente relativo al maclado.

Por un lado, σ_f puede calcularse según el modelo de endurecimiento de Taylor [16] en la ecuación 5.2.

$$\sigma_f = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad (5.2)$$

donde M es el factor de Taylor promedio, α es una constante adimensional que refleja la fuerza de interacción entre dislocaciones, $\mu = 65$ GPa es el módulo de corte, $b = 0,254$ nm es la magnitud del vector Burgers, y ρ es la densidad de dislocaciones.

Por otro lado, σ_t depende de la distancia de maclas. Li *et al.* [17] expresan este componente en la ecuación 5.3.

$$\sigma_t = M\beta\mu b/L \quad (5.3)$$

donde β es una constante y L es el camino libre medio, que se reduce a medida que se van agregando maclas a la microestructura, según la expresión 5.4.

$$1/L = 1/d + 1/t \quad (5.4)$$

siendo d, el tamaño de grano y t, la distancia entre maclas.

Nuestros resultados coinciden con estas expresiones. La Figura 5.20a muestra que la tensión máxima desarrollada en este grupo de chapas seleccionadas, aumenta mientras disminuye la distancia entre maclas. Particularmente, las muestras traccionadas de las chapas laminadas a 1000 °C sin recocido y con recocido a 1000 °C, con las maclas más delgadas y próximas entre sí (Figura 5.17 y Figura 5.19), son las que presentaron los valores máximos de tensión a rotura. Algunos autores encontraron que las maclas más finas y con menor distancia entre ellas, producen un aumento en el endurecimiento por deformación, llevando a valores de tensión muy elevados [13, 17–19]. Según Rahman *et al.* [20], las maclas de menor espesor se desarrollan en estructuras de granos de mayor tamaño. Para entender el comportamiento de nuestras muestras, medimos los valores de tamaño de grano en las imágenes de microscopía óptica y el espesor de maclas luego de la tracción, en el TEM, y los representamos en la Figura 5.20b. Se observa que las maclas desarrolladas durante la deformación plástica son 3 veces más

delgadas en las muestras de granos de aproximadamente 20 μm (L10-0 y L10-1000), comparado con las muestras LF-750 cuyos granos son, en promedio, de 7 μm .

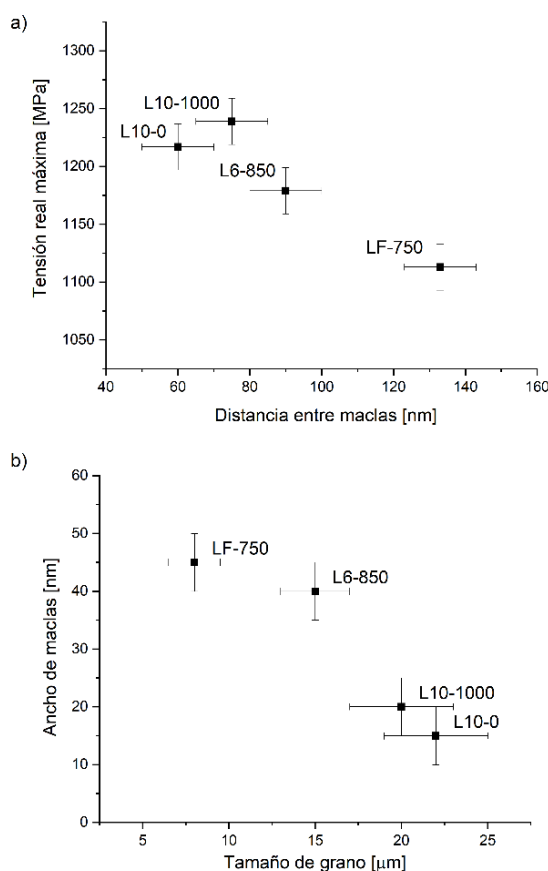


Figura 5.20: a) Relación entre la distancia entre maclas medida experimentalmente y la tensión real de las probetas traccionadas hasta rotura; b) Tamaño de grano vs espesor de maclas medido experimentalmente en probetas traccionadas hasta rotura.

Otro aspecto importante del tamaño de grano refiere a su efecto sobre la SFE: cuando el grano se reduce, la SFE se incrementa, tal como describimos en la Sección 2.5.2.d. Existe una discrepancia en cuánto pueda afectar esto al maclado. Para algunos autores [21, 22], el efecto TWIP puede llegar a inhibirse completamente, mientras que otros investigadores siguen encontrando maclado aún en materiales con tamaños de grano muy pequeños [23, 24]. En el acero TWIP que hemos diseñado y que presentamos en esta tesis, el maclado se activó masivamente aún en las muestras de menor tamaño de grano, LF-750, tal como se observa en las imágenes de la Figura 5.8, luego de ser traccionada. Esto indica que la selección de la composición química ubica el valor de la SFE lejos de los límites críticos en los cuales el efecto del tamaño de grano podría ser determinante.

Entre los diversos procesamientos aplicados a este acero TWIP, las cuatro condiciones que alcanzaron excelentes combinaciones de plasticidad y resistencia son los lotes LF-750, L6-850, L10-0 y L10-1000, tal como mencionamos en la Sección 4.4. Entre estas condiciones seleccionamos el proceso más adecuado teniendo en cuenta otra propiedad muy importante para el diseño: el límite elástico. En los resultados de los ensayos de tracción que se muestran en la Sección 4.3, se observa que los valores de

límite elástico varían entre 240 y 408 MPa. Es sabido que esta propiedad depende del tamaño de grano, la densidad de dislocaciones y el porcentaje de material maclado [14,25,26]. Más arriba analizamos las diferencias microestructurales resultantes de cada condición de conformado, a través de las imágenes de microscopio óptico (Figura 5.2) y TEM de las Figuras 5.7, 5.13, 5.16 y 5.18. Los valores de límites elásticos más bajos, 240 y 284 MPa, corresponden a las muestras completamente recrystalizadas durante los recocidos a 850 °C y 1000 °C para las chapas laminadas 600 °C y 1000 °C, respectivamente. En cambio, el límite elástico de la chapa laminada en frío, que no alcanzó la completa recrystalización durante el calentamiento a 750 °C, fue de 346 MPa. Nuestros resultados confirman que la retención de maclas mecánicas durante una recrystalización parcial, eleva el límite elástico del material, coincidiendo con De Cooman *et al.* [9]. Mientras que, el límite elástico de la chapa laminada a 1000 °C sin recocido alcanzó los 408 MPa, producto de las dislocaciones presentes en el material luego de la laminación.

En resumen, en este Capítulo explicamos el fuerte impacto que tuvieron los tratamientos termomecánicos sobre la microestructura del material, determinando su estructura de defectos. Particularmente, las condiciones microestructurales previas al ensayo de tracción determinaron la capacidad de generar maclas por deformación en el acero estudiado y, por ende, las propiedades mecánicas del material.

En el siguiente capítulo, empleamos la técnica de difracción de Rayos X para profundizar el análisis de la microestructura y cuantificar los defectos presentes en la fase austenita. Abordamos, también, el efecto de las orientaciones cristalográficas desarrolladas durante los procesamientos termomecánicos. Este estudio es de vital importancia en los aceros TWIP ya que el maclado se activa en orientaciones específicas (ver Sección 2.6). Según sea la orientación de cada cristal con respecto al eje de aplicación de la carga, se favorecerá el maclado o el deslizamiento de dislocaciones. Por ende, ciertas texturas cristalográficas desarrolladas en el material policristalino contribuirán en su capacidad de maclar y, en consecuencia, en sus propiedades mecánicas.

Referencias

- [1] V. Fuster, A. V. Druker, A. Baruj, J. Malarria, R. Bolmaro, Characterization of phases in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy processed by different thermomechanical methods, *Mater Charact.* 109 (2015) 128–137. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.09.026>.
- [2] D.A. Hughes, A. Godfrey, Dislocation structures formed during hot and cold working, Conference: Hot Deformation of Aluminium Alloys II, Rosemont, IL (US),. (1998) SAND98-8490C.
- [3] S. Mahajan, C.S. Pande, M.A. Imam, B.B. Rath, Formation of annealing twins in FCC crystals, *Acta Mater.* 45 (1997) 2633–2638.
- [4] V. Shterner, I.B. Timokhina, H. Beladi, On the work-hardening behaviour of a high manganese TWIP steel at different deformation temperatures, *Materials Science and Engineering A.* 669 (2016) 437–446. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.104>.
- [5] H. Idrissi, L. Ryelandt, M. Veron, D. Schryvers, P.J. Jacques, Is there a relationship between the stacking fault character and the activated mode of plasticity of Fe-Mn-based austenitic steels?, *Scr Mater.* 60 (2009) 941–944. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.01.040>.
- [6] F. Brasche, J. Wang, I. Timokhina, C. Haase, R. Lapovok, D.A. Molodov, Mechanical twinning and texture evolution during asymmetric warm rolling of a high manganese steel, *Materials Science and Engineering A.* 764 (2019) 138183. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138183>.
- [7] M. Haupt, M. Müller, C. Haase, S. Sevsek, F. Brasche, A. Schwedt, G. Hirt, The influence of warm rolling on microstructure and deformation behavior of high manganese steels, *Metals (Basel)*. 9 (2019) 1–12. <https://doi.org/10.3390/met9070797>.
- [8] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr Opin Solid State Mater Sci.* 15 (2011) 141–168. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2011.04.002>.
- [9] B.C. de Cooman, Y. Estrin, S.K. Kim, Twinning-induced plasticity (TWIP) steels, *Acta Mater.* 142 (2018) 283–362. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.06.046>.
- [10] O. Bouaziz, N. Guelton, Modelling of TWIP effect on work-hardening, *Materials Science and Engineering A.* 319–321 (2001) 246–249. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)02019-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)02019-0).
- [11] P. Kusakin, A. Belyakov, C. Haase, R. Kaibyshev, D.A. Molodov, Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel during cold rolling, *Materials Science and Engineering A.* 617 (2014) 52–60. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.051>.
- [12] B.C. de Cooman, Phase Transformations in Steels, Elsevier, 2012. <https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.295>.
- [13] T.F. Jing, H.B. Zheng, Q. Liao, L.X. Song, H.B. Peng, Y.H. Wen, Materials Science & Engineering A Homogeneously introducing more and thinner nanotwins by engineering annealing twin boundaries : A TWIP steel as an example, 840 (2022) 1–9.

- [14] Z.Y. Liang, Y.Z. Li, M.X. Huang, The respective hardening contributions of dislocations and twins to the flow stress of a twinning-induced plasticity steel, *Scr Mater.* 112 (2016) 28–31. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.09.003>.
- [15] Y.Z. Li, Z.Y. Liang, M.X. Huang, Strengthening contributions of dislocations and twins in warm-rolled TWIP steels, *Int J Plast.* 150 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2021.103198>.
- [16] H. Mecking, U.F. Kocks, Kinetics of flow and strain-hardening, *Acta Metallurgica.* 29 (1981) 1865–1875. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90112-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90112-7).
- [17] D. Li, L. Qian, C. Wei, S. Liu, F. Zhang, J. Meng, The tensile properties and microstructure evolution of cold-rolled Fe–Mn–C TWIP steels with different carbon contents, *Materials Science and Engineering A.* 839 (2022) 142862. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142862>.
- [18] S. Liu, L. Qian, J. Meng, P. Ma, F. Zhang, On the more persistently-enhanced strain hardening in carbon-increased Fe–Mn–C twinning-induced plasticity steel, *Materials Science and Engineering A.* 639 (2015) 425–430. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.044>.
- [19] K. Renard, H. Idrissi, D. Schryvers, P.J. Jacques, Multiscale characterization of the work hardening mechanisms in Fe–Mn based TWIP steels, *Steel Res Int.* 83 (2012) 385–390. <https://doi.org/10.1002/srin.201100312>.
- [20] K.M. Rahman, V.A. Vorontsov, D. Dye, The effect of grain size on the twin initiation stress in a TWIP steel, *Acta Mater.* 89 (2015) 247–257. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.02.008>.
- [21] G. Dini, R. Uejii, Effect of grain size and grain orientation on dislocations structure in tensile strained TWIP steel during initial stages of deformation, *Steel Res Int.* 83 (2012) 374–378. <https://doi.org/10.1002/srin.201100308>.
- [22] S.J. Sun, Y.Z. Tian, H.R. Lin, Z.J. Wang, Z.F. Zhang, Revisiting the role of prestrain history in the mechanical properties of ultrafine-grained CoCrFeMnNi high-entropy alloy, *Materials Science and Engineering A.* 801 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140398>.
- [23] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaefferer, D. Raabe, The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22wt.% Mn-0.6wt.% C TWIP steel, *Materials Science and Engineering A.* 527 (2010) 3552–3560. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.041>.
- [24] Y.Z. Tian, Y. Bai, L.J. Zhao, S. Gao, H.K. Yang, A. Shibata, Z.F. Zhang, N. Tsuji, A novel ultrafine-grained Fe–22Mn–0.6C TWIP steel with superior strength and ductility, *Mater Charact.* 126 (2017) 74–80. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.12.026>.
- [25] X. Li, L. Chen, Y. Zhao, X. Yuan, R.D. Kumar Misra, Influence of original austenite grain size on tensile properties of a high-manganese transformation-induced plasticity (TRIP) steel, *Materials Science and Engineering A.* 715 (2018) 257–265. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.107>.
- [26] J. Xu, Z. Wang, Y. Yan, J. Li, M. Wu, Effect of hot/warm rolling on the microstructures and mechanical properties of medium-Mn steels, *Mater Charact.* 170 (2020) 110682. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110682>.

6. Caracterización microestructural mediante Difracción de Rayos X

En el *Capítulo 4*, hemos encontrado datos tecnológicos que facilitan la producción y el uso del acero TWIP Fe-22Mn-0.6C-1.5Al, seleccionando dos condiciones de procesamiento de factible aplicación industrial que potencian el comportamiento mecánico del material. En el *Capítulo 5*, pudimos comprender la correlación entre la microestructura y las propiedades mecánicas de la aleación, mediante un análisis TEM de la estructura de defectos desarrollada durante diferentes condiciones de procesamiento del material.

En este capítulo, nos enfocaremos en el estudio a través de Difracción de Rayos X, el cual proporciona una visión más general, sobre muestras de mayor tamaño, de las características de la fase austenítica, complementando el análisis realizado en el *Capítulo 5*. Esta técnica, descrita cuidadosamente en la *Sección 3.3*, aplicada a muestras policristalinas, permite identificar fases y probabilidad de defectos (maclas, fallas de apilamientos, dislocaciones) a partir de los difractogramas característicos de los sólidos, tanto en su aspecto cualitativo como cuantitativo. Además, se utiliza para medir las texturas cristalográficas desarrolladas durante cada condición de procesamiento, determinar las direcciones preferenciales de orientación (cualitativamente), y calcular la fracción de volumen asociada a cada una de esas orientaciones (cuantitativamente). La representación de la distribución de las orientaciones de los cristales se muestra en figuras de polo (proyección estereográfica de los planos cristalográficos) o figuras de polo inversas. Estudiar la textura cristalográfica desarrollada durante los procesos de conformado es de suma importancia para los aceros en general, ya que ésta determina muchas de sus propiedades mecánicas.

En esta sección analizaremos los difractogramas y las figuras de polo obtenidas luego de las diferentes etapas de conformado, y posteriormente a la tracción hasta rotura, para las chapas laminadas en frío con recocido a 750 °C, LF-750, y laminadas a 600 °C con recocido a 850 °C, L6-850, que fueron las que alcanzaron la mejor combinación de propiedades mecánicas.

6.1. Análisis de los difractogramas

En todos los casos estudiados, la única fase presente es la austenita, tal como indican los picos característicos en los difractogramas de la Figura 6.1, correspondientes a muestras de las chapas procesadas en las condiciones que mostraron los mejores resultados, antes y después de someterlas a ensayos de tracción. Esto evidencia que no ocurrió ninguna transformación de fase durante la deformación plástica. Sin embargo, luego de la tracción se observa un cambio significativo en las muestras laminadas a 600 °C y a temperatura ambiente. Según Paterson *et al.*, en los materiales FCC de baja SFE, el incremento en la cantidad de fallas de apilamiento y maclas, da lugar a picos asimétricos y corridos de su posición teórica [1]. Esto lo observamos particularmente en la reflexión (200) que aparece

ensanchada y desplazada con respecto a la misma muestra sin traccionar (ver flecha negra). Por otro lado, los cambios en las intensidades relativas de los picos reflejan modificaciones en la textura cristalográfica de cada condición de procesamiento.

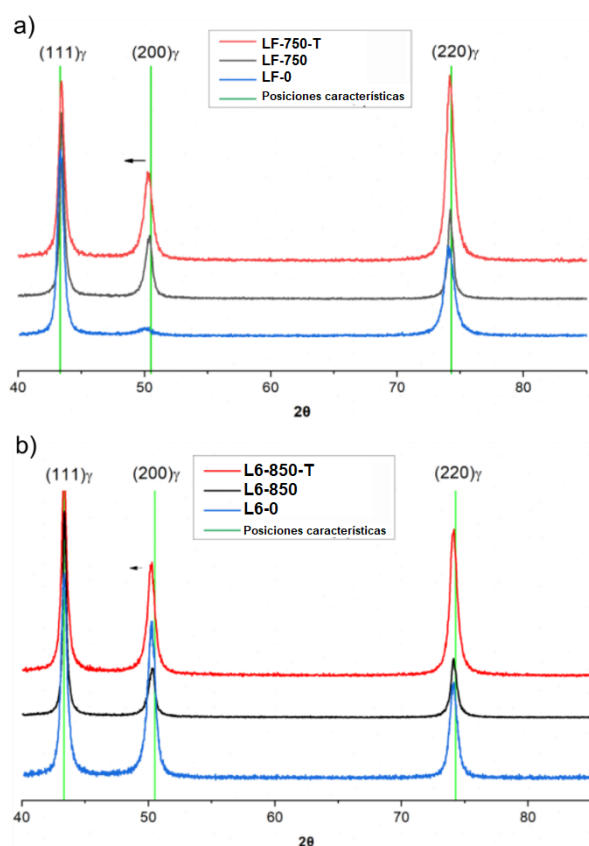


Figura 6.1: Difractogramas normalizados de muestras correspondientes a las condiciones seleccionadas: a) Laminada en frío ; b) Laminada a 600 °C.

6.1.1. Ajuste por Rietveld

Los difractogramas fueron ajustados por el método Rietveld [2], utilizando el programa MAUD [3] que nos permitió analizar y cuantificar cada uno de los defectos reticulares presentes en el material. Son de particular interés las fallas de apilamiento extrínsecas debido a que, combinadas entre sí, dan lugar a la formación de una macla coherente. El maclado puede ocurrir durante el crecimiento del cristal, o cuando dos planos consecutivos $\{111\}$ deslizan en el mismo sentido, de manera que la nueva secuencia de ordenamiento del cristal se convierta en ABC(A)CBA, como una falla de apilamiento extrínseca. En cambio, las fallas de apilamiento intrínsecas ocurren cuando la deformación plástica induce el deslizamiento en los planos $\{111\}$, modificando la secuencia normal γ -FCC ABCABC en una nueva secuencia de apilamiento ABCA(C)ABC, donde cuatro planos se apilan de la manera típica de la estructura HCP [4]. En otras palabras, la fase ϵ -martensita crece por la superposición de las fallas de apilamiento en cada segundo plano $\{111\}$, y se forman maclas mecánicas cuando las fallas de apilamiento se superponen en planos sucesivos $\{111\}$.

Los defectos fueron cuantificados con el modelo de Warren [5], calculándose probabilidad de fallas de apilamiento extrínsecas (P_{ESF}), fallas de apilamiento intrínsecas (P_{ISF}) y maclas (P_T). El tamaño de las cristalitas (tamaño efectivo de los dominios de difracción coherentes) y sus microdeformaciones (grado de distorsión del dominio) en cada dirección cristalográfica, fueron calculadas utilizando el modelo de Popa [6] para materiales anisotrópicos. También se calcularon los parámetros de red (arista del cubo FCC) y los anchos de pico a mitad de su máximo (FWHM).

Los valores obtenidos del análisis se resumen en la Tabla 6.1 y se grafican en las Figura 6.2 y 6.3. Para cada caso, se agrega su Rwp, índice que muestra la calidad de ajuste.

El relativamente alto valor de la probabilidad de maclado (P_T) de la muestra LF-0, indica que el maclado se activó durante la laminación a temperatura ambiente tal como confirman las imágenes de TEM de la Figura 5.3 en la pág. 95. Además, el valor de probabilidad de fallas de apilamiento intrínsecas (P_{ISF}) es elevado y el de fallas extrínsecas (P_{ESF}) es cercano a cero ya que éstas se combinaron para formar maclas coherentes. Durante el recocido de la muestra, LF-750, los valores de P_{ISF} y P_{ESF} se redujeron considerablemente, mientras que P_T se mantuvo relativamente alto. Este valor es reflejo de la aparición de maclas de recocido durante el tratamiento térmico aplicado a la muestra sumado a la presencia de maclas mecánicas. Luego del ensayo de tracción a rotura, la cantidad de maclas aumentó en un 50 % y, en consecuencia, el número de fallas extrínsecas se redujo a cero.

Para la muestra L6-0, tal cual laminada a 600 °C, P_T es relativamente bajo, indicando que durante la laminación se ha producido una menor cantidad de maclas en comparación con el caso anterior (ver Tabla 6.1). La cantidad de fallas de apilamiento extrínsecas no fue suficiente para consolidar maclas completas, y solo se encontró una pequeña cantidad de fallas intrínsecas. Durante el recocido a 850 °C, estas cantidades se redujeron aún más, mientras que P_T aumentó a 0,78%, como consecuencia de la formación de maclas de recocido. Estos resultados concuerdan con la gran cantidad de maclas de recocido observadas en el análisis de TEM de la Sección 5.3.2. Finalmente, durante el ensayo de tracción P_T aumentó 137 %, reduciéndose las fallas de apilamiento extrínsecas. La diferencia entre el valor P_T de la muestra recocida, 0,78, y el calculado luego de la tracción, 1,85, corresponde a las maclas mecánicas desarrolladas durante la deformación plástica. Por otro lado, durante el laminado a 20 °C (LF-0) se formó una gran cantidad de maclas mecánicas, y este valor decreció durante el recocido a 750 °C. Finalmente, la cantidad de maclas mecánicas formadas durante la tracción, en este caso, corresponde a $2,5\% - 1,67\% = 0,83\%$. Este porcentaje es menor que el de las probetas laminadas a 600 °C. La evolución de la probabilidad de defectos se grafica en la Figura 6.2, para ambas condiciones de procesamiento.

Los anchos de picos a media altura, las microdeformaciones y los tamaños de cristalitas para cada orientación cristalográfica, se grafican, en la Figura 6.3. Se observa claramente la anisotropía del material, ya que el ancho de los picos no crece linealmente con el ángulo de difracción, sino que se ensancha particularmente para la dirección $\langle 200 \rangle$, en concordancia con la disminución en el tamaño de cristalita y aumento de las microdeformaciones en esta dirección. Según Barbier *et al.* [7], este comportamiento se debe a la ubicación de las maclas mecánicas en la dirección $\langle 200 \rangle$. Los defectos

Tabla 6.1: Valores de parámetro de celda, probabilidades de fallas de apilamiento intrínsecas y extrínsecas y de maclas, microdeformaciones y el ancho de pico a media altura (FWHM) para distintas reflexiones, e índice de calidad de ajuste (Rwp), calculados para el acero TWIP laminado a 20 °C y 600 °C en distintas etapas de proceso.

	Laminado a 20 °C			Laminado a 600 °C		
	Tal cual laminado	Recocido	Traccionado	Tal cual laminado	Recocido	Traccionado
	LF-0	LF-750	LF-750-T	L6-0	L6-850	L6-850-T
Parámetros de red (nm)	0,363	0,364	0,364	0,363	0,362	0,362
Fallas de apilamiento intrínsecas, P_{ISF} (%)	1,36	0,21	0,35	0,05	0,005	0,01
Fallas de apilamiento extrínsecas, P_{ESF} (%)	0,0004	0,15	0,00	0,55	0,42	0,11
Maclado, P_T (%)	1,88	1,67	2,50	0,46	0,78	1,85
<111> Microdeformación ($\times 10^{-5}$)	125	24	67	177	0,06	106
<200> Microdeformación ($\times 10^{-5}$)	349	41	243	231	0,03	180
<220> Microdeformación ($\times 10^{-5}$)	137	0,144	107	101	0,05	6
<111> FWHM	0,55	0,34	0,47	0,50	0,33	0,45
<200> FWHM	1,10	0,53	0,80	0,71	0,54	0,72
<220> FWHM	0,87	0,47	0,68	0,64	0,49	0,61
<111> Tamaño de cristalita (nm)	192	271	180	17,1	29,4	200
<200> Tamaño de cristalita (nm)	88	163	119	12,5	15,9	129
<220> Tamaño de cristalita (nm)	122	225	166	14,5	21,7	162
Rwp	10,82	11,23	9,28	11,6	10,20	10,49

unidimensionales, como las dislocaciones, o los defectos bidimensionales, como las maclas, pueden causar microdeformaciones, así como, un tamaño de cristal más pequeño, al segmentar el espacio

coherente determinado por la cristalita. Los átomos deben desplazarse ligeramente para que coincidan con las redes de ambos dominios. Típicamente, las fuerzas de compresión y tracción se equilibrarán y, por lo tanto, darán lugar a la ampliación del pico de difracción. En este caso, la variación en la distancia interplanar (d) se traduce en una variación del ángulo de difracción.

Para ambos casos, LF y L6, vemos que durante el recocido las tensiones presentes dentro de los cristales disminuyen abruptamente hasta valores mínimos. Mientras que, los tamaños de cristalitas para la muestra laminada a 600 °C son mayores, y coincidentemente los picos son más angostos, conservando el particular ensanchamiento en la orientación $\langle 200 \rangle$ producida por la fragmentación que genera el maclado.

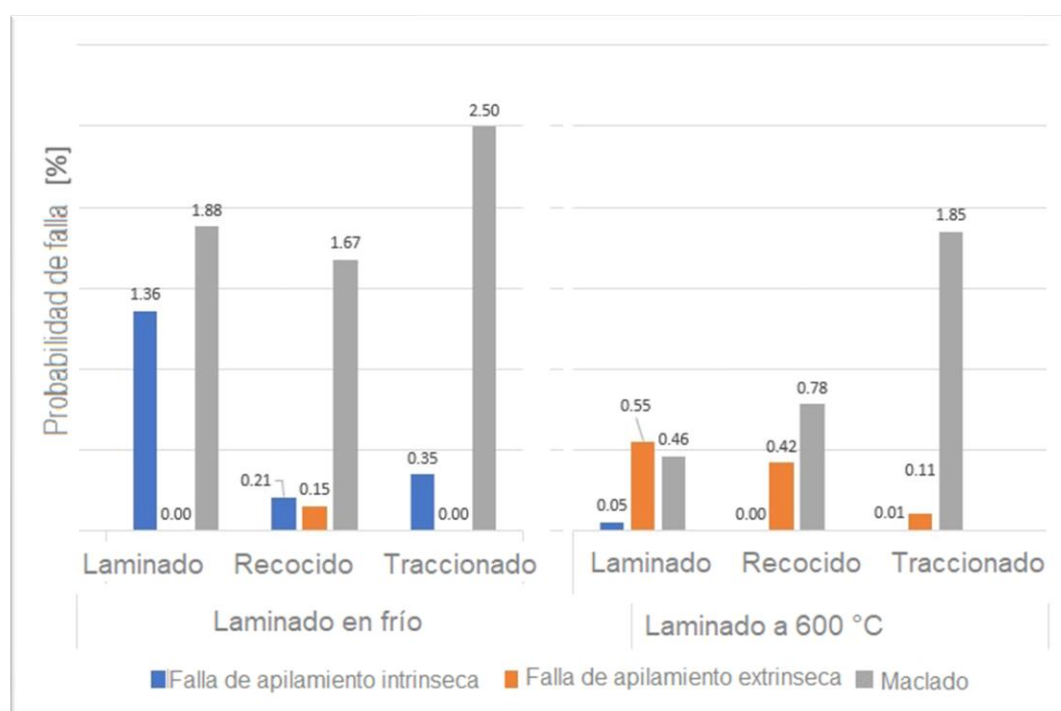


Figura 6.2: Probabilidad de fallas de apilamiento intrínsecas, extrínsecas y probabilidad de maclas calculadas mediante el programa MAUD, para el acero TWIP laminado a 20 y 600 °C en distintas etapas del procesamiento. Los valores se expresan en cantidades de defecto cada 100 planos atómicos.

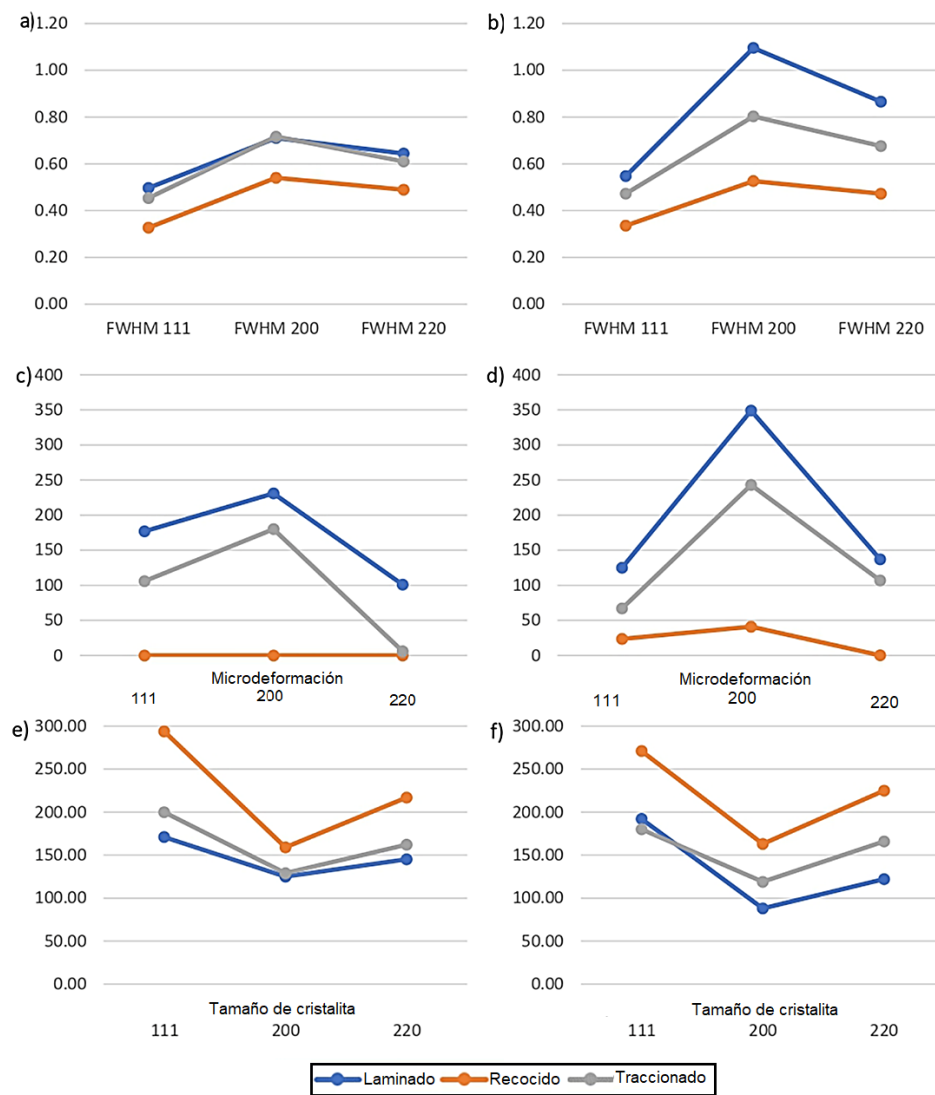


Figura 6.3: Ancho de pico, microdeformación y tamaño de cristal para chapas laminadas a 20 °C (a, c, e) y a temperatura a 600 °C (b, d, f).

6.1.2. Cálculo de la densidad de dislocaciones

Por otro lado, utilizamos el método de Williamson-Hall [8] para calcular la densidad de dislocaciones promedio (ρ_{av}) utilizando la ecuación 6.1, que tiene una componente ρ_D , debida al tamaño de cristalita (ecuación 6.2), y otra densidad, ρ_S , debida a las microdeformaciones (ecuación 6.3).

$$\rho_{av} = \sqrt{(\rho_D * \rho_S)} \quad (6.1)$$

$$\text{siendo,} \quad \rho_D = 3/D_{eff}^2 \quad (6.2) \quad \text{y} \quad \rho_S = \frac{K \langle e_{hkl}^2 \rangle}{b^2} \quad (6.3).$$

donde D_{eff} es el tamaño de cristalita promedio efectivo, e_{hkl} la microdeformación en el plano hkl, K un factor igual a 16,6 para materiales de estructura FCC y b el módulo del vector de Burgers.

Los valores obtenidos, para cada caso estudiado, se resumen en la Tabla 6.2 y se grafican en la Figura 6.4. Para ambas condiciones de laminado, se observa que la densidad de dislocaciones calculadas en muestras tal cual laminadas, fue muy elevada, del orden de 10^{10} - 10^{11} líneas/cm²; los valores

disminuyeron considerablemente como consecuencia de los recocidos, y se elevaron, nuevamente, durante la tracción. Estos resultados coinciden con las observaciones previas en las imágenes de TEM mostradas en la Sección 5.3, y sustentan la confiabilidad de los métodos de cálculo empleados. Así mismo, muestran la potencia de los tratamientos de recocido sobre la microestructura, dando como consecuencia las propiedades mecánicas mostradas en la Sección 4.3 (pag. 82). Luego del recocido a 850 °C de la chapa laminada a 600 °C, la densidad de dislocaciones se reduce en 4 órdenes de magnitud, mientras que el recocido a 750 °C de la chapa laminada a 20 °C la reduce sólo en 1 orden de magnitud. Esta diferencia es consecuencia de los diferentes grados de recrystalización alcanzados por cada muestra.

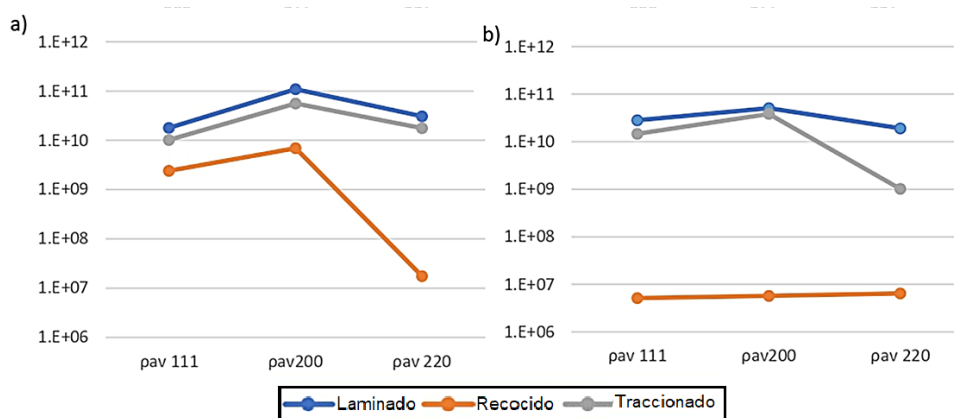


Figura 6.4: Densidad de dislocaciones promedio calculada para cada orientación cristalográfica para: a) chapas laminadas en frío, b) chapas laminadas a 600 °C.

Tabla 6.2: Valores de densidad de dislocaciones debida al tamaño de cristalita, ρ_D ; debida a las microdeformaciones, ρ_S ; densidad promedio para distintas reflexiones, ρ_{av} ; y densidad de dislocaciones ponderado según las intensidades relativas de las reflexiones, calculado en muestras laminadas a 20° y 600°C en distintas etapas de proceso.

	Laminado a 20 °C			Laminado a 600 °C		
	Laminado	Recocido	Traccionado	Laminado	Recocido	Traccionado
$\rho_D <111> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	8,14E+09	4,08E+09	9,26E+09	1,03E+10	3,47E+09	7,50E+09
$\rho_D <200> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	3,87E+10	1,13E+10	2,12E+10	1,92E+10	1,19E+10	1,80E+10
$\rho_D <220> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	2,02E+10	5,93E+09	1,09E+10	1,43E+10	6,37E+09	1,14E+10
$\rho_S <111> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	3,94E+10	1,42E+09	1,13E+10	7,90E+10	7,65E+03	2,84E+10
$\rho_S <200> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	3,07E+11	4,23E+09	1,48E+11	1,34E+11	2,80E+03	8,20E+10
$\rho_S <220> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	4,72E+10	5,20E+04	2,87E+10	2,57E+10	6,52E+03	9,08E+07
$\rho_{av} <111> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	1,79E+10	2,40E+09	1,02E+10	2,85E+10	5,15E+06	1,46E+10
$\rho_{av} <200> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	1,09E+11	6,91E+09	5,60E+10	5,08E+10	5,77E+06	3,84E+10
$\rho_{av} <220> \text{ (cm}^{-2}\text{)}$	3,09E+10	1,75E+07	1,77E+10	1,92E+10	6,45E+06	1,02E+09
$\rho_{av} \text{ ponderado}$	9,24E+10	9,34E+09	1,04E+11	1,24E+11	1,61E+07	8,56E+10

6.2. Análisis de texturas cristalográficas

Para interpretar el comportamiento durante la deformación plástica de cada una de las chapas, sometidas a las condiciones termomecánicas seleccionadas, se analizaron las texturas cristalográficas de muestras luego de cada etapa de procesamiento: laminación hasta el espesor final (LF-0 y L6-0), recocidos de recrystalización (LF-750 y L6-850) y tracción hasta la rotura (LF-750-T y L6-850-T). Las figuras de polo (PF) y las figuras de polo inversas (IPF) se muestran en las Figuras 6.5 y 6.6, y en las Figura 6.8 y 6.9, respectivamente.

6.2.1. Laminado a temperatura ambiente con recocido a 750 °C (LF-750)

Durante la laminación a 20 °C, la chapa desarrolla una textura típica de laminación de materiales FCC de baja energía de falla de apilamiento (Figuras 6.5a y 6.6a). Predomina la componente Goss $\{110\}<001>$, con aportes de Brass $\{110\}<112>$, Rotated Brass $\{110\}<112>$ y Copper $\{112\}<111>$, en orden decreciente. Mediante al programa Mtex [9] calculamos las proporciones de estos componentes, con una tolerancia de 15°, y lo graficamos en la Figura 6.7. Nuestros resultados coinciden con los de Barret *et al.* [10] y M. Hatherly *et al.* [11] para el latón 70/30, aleación cuyo valor de SFE es similar al acero TWIP estudiado. Los planos $\{220\}$ se ubican en el plano de laminación (RD-TD) con las direcciones $<113>$ a $<117>$ //RD. Varios autores, que trabajaron con aleaciones de composiciones similares a la estudiada en esta tesis, también encontraron texturas tipo Brass, Rotated Brass, Copper y Goss, desarrolladas durante la laminación en frío [12–14].

Las PFs y IPFs muestran que, luego del recocido a 750 °C, disminuye significativamente la intensidad de la textura, de máximos 4.5 a 1.9 (Figura 6.5b y Figura 6.6b). Esto se debe a que el calentamiento activó la recrystalización del material, tal como advertimos en la Sección 5.4. Además, luego de este calentamiento, la componente Goss, que fue la más fuertemente desarrollada durante el laminado, desapareció, mientras que se mantuvo una débil textura Brass y Rotated Brass, junto con una menor proporción de la componente Copper (ver Figura 6.7). Es importante destacar que, durante los recocidos, los granos no sufrieron rotación, sino que las orientaciones cristalográficas atañen a los granos nuevos formados durante la recrystalización. Estas orientaciones se corresponden con el nivel de deformación aplicado previamente y, sobre todo, están relacionadas con la energía de falla de apilamiento del material. Algunos autores, como Barrales-Mora *et al.* [15] obtuvieron resultados similares en aceros TWIP Fe-22Mn-0.6C. En cambio, Bracke *et al.* [14] afirman que las texturas son prácticamente iguales antes y después de la recrystalización, en aceros de Fe-22%Mn-0.6%C de baja energía de falla de apilamiento.

En las Figura 6.5c y Figura 6.6c se muestran las figuras de polo y figuras de polo inversas medidas luego de traccionar hasta 45 % de deformación la muestra laminada en frío y recocida a 750 °C (LF-750-T). Las intensidades aumentaron de máximo 1,9 a 6,3. Las componentes más marcadas fueron Rotated Brass y Copper y, más débilmente, Goss y Brass. Esta textura resulta del deslizamiento de varios sistemas activos y de la sucesiva formación de maclas mecánicas durante la deformación.

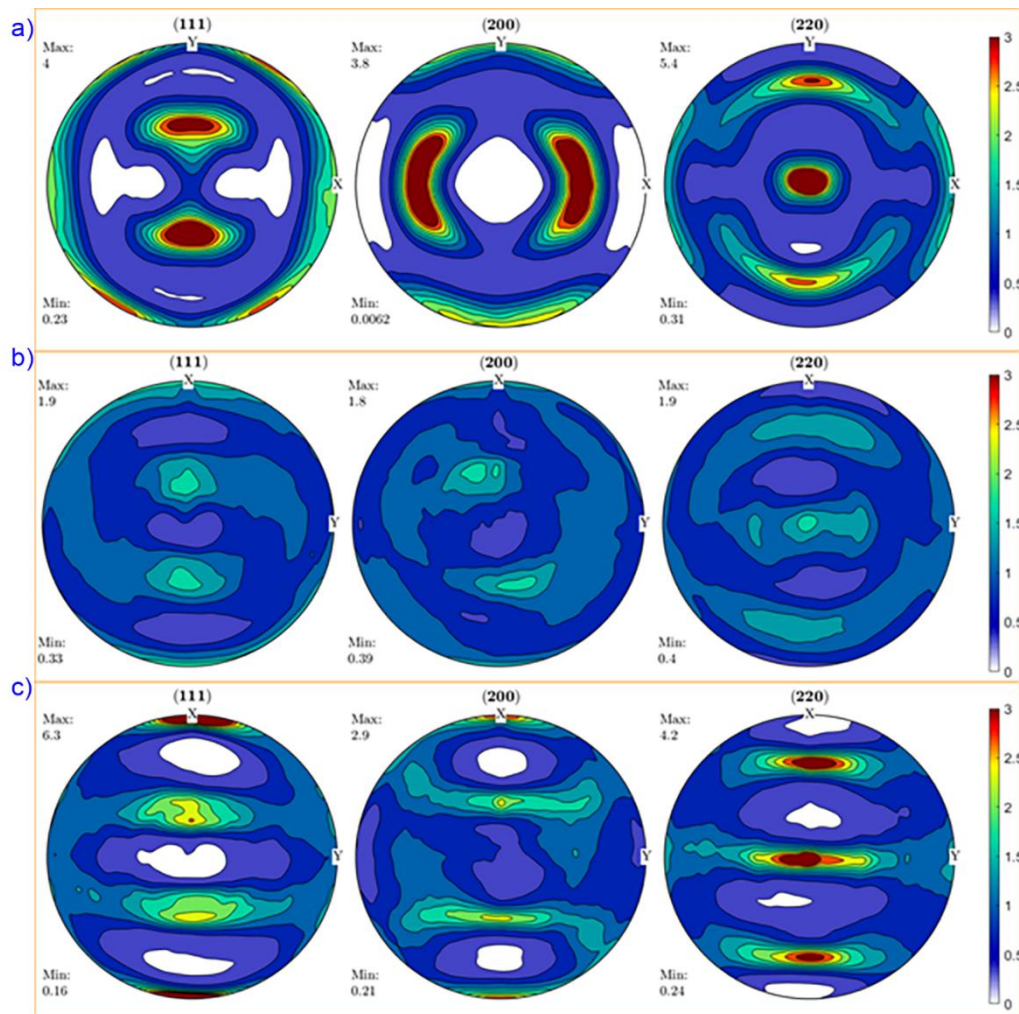


Figura 6.5: Figuras de polo medidas en muestras de acero TWIP: a) después de laminado a 20°C, b) después de recocido a 750°C y c) después de tracción hasta 45% de deformación plástica.

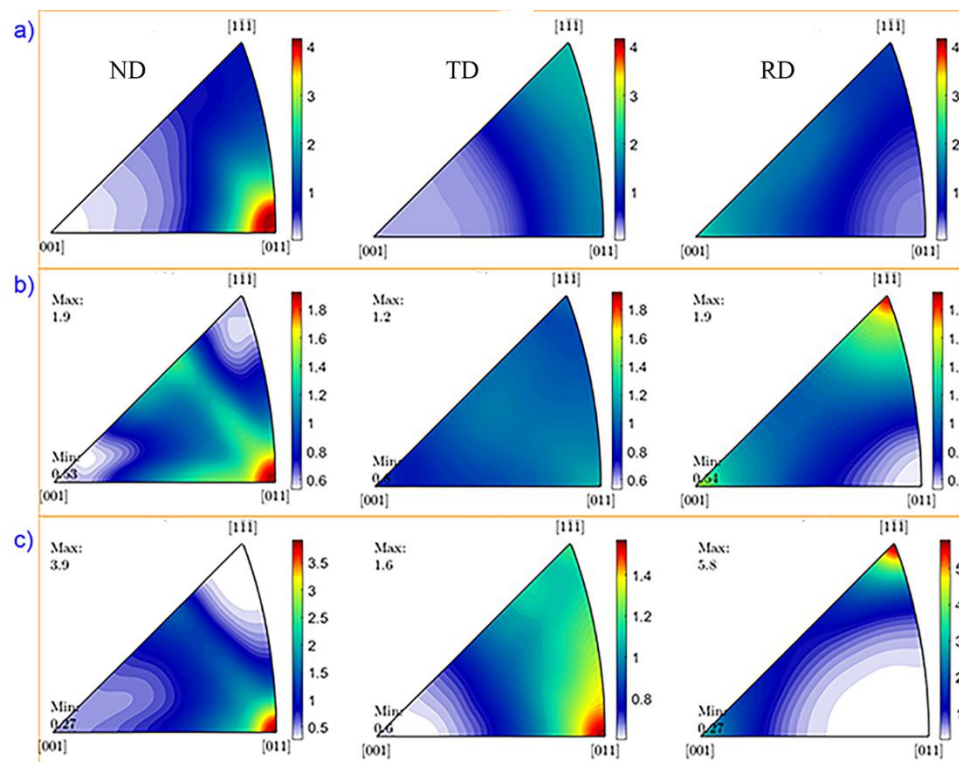


Figura 6.6: Figuras de polo inversa de muestras de acero TWIP: a) después de laminado a 20°C, b) después de recocido a 750°C y c) después de tracción hasta 45% de deformación plástica.

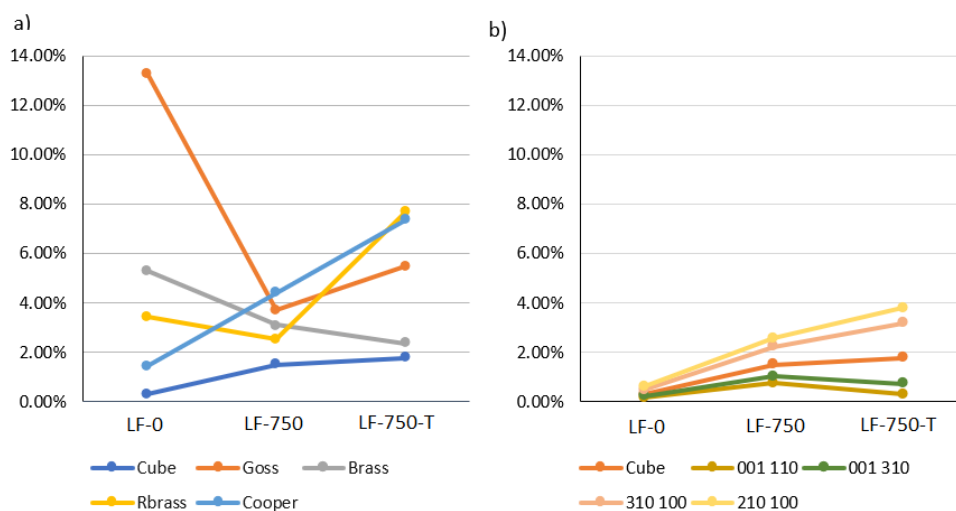


Figura 6.7: a) Evolución de la fracción de volumen de varios componentes de texturas típicos de aceros FCC con el procesamiento aplicado: después del laminado en frío (LF-0), después de recocido a 750°C (LF-750) y después de tracción hasta 45% de deformación plástica (LF-750-T), b) Evolución de la fracción de volumen de componentes de texturas cercanas a tipo cubo. Durante el laminado en frío, después de recocido a 750°C, después de tracción hasta 45% de deformación plástica.

6.2.2. Laminado a 600 °C con recocido a 850 °C (L6-850)

Las orientaciones preferenciales del material laminado a 600 °C son distintas a las desarrolladas en el caso anterior. Las intensidades de texturas son más débiles, con índices cercanos a 2 y las componentes predominantes son cercanas a Cube {100-110}- <001>, Goss {110}<001> y Copper {112}<111>, más

una ligera componente tipo Brass $\{110\} \langle 112 \rangle$. Además, existe una proporción de la componente X $\{114\} \langle 172 \rangle$, reportada por Bracke *et al.* [14] para aceros Fe-22Mn-0.6C, que se encuentra situada entre las orientaciones Cube y Copper (Figura 6.8a y Figura 6.9a). Las proporciones de cada componente de textura fueron calculadas, de igual manera que en el caso anterior, y se encuentran graficadas en la Figura 6.10.

La marcada diferencia con la muestra laminada a 20 °C se debe al cambio del mecanismo de deformación producto de la variación en el valor de la energía de falla de apilamiento del material con la temperatura. Tal como explicamos en la Sección 2.3 al elevar la temperatura del material hasta 600 °C se supera ampliamente el rango de valores de SFE en el que el mecanismo principal de deformación es el maclado. En estas condiciones, podemos decir que el acero laminado a 600 °C, deforma exclusivamente por deslizamiento por dislocaciones perfectas, teniendo, asimismo, la capacidad del trepado. El modo de deformación durante la laminación ya no es planar sino ondulado. Por lo tanto, la textura desarrollada se corresponde con este mecanismo, siendo similares a las desarrolladas por un material FCC de alta SFE, como el aluminio. Maurice *et al.* [16] describen las componentes de textura del aluminio deformado a alta temperatura, resultando en tipo Cube, Brass y, en menor medida, Copper, mientras que S. Haupt *et al.* [17] también reportan una ligera componente tipo Cube, para laminado a temperaturas de 450 °C-500 °C, y una componente tipo CuT que, en nuestros resultados, se encuentra en muy baja proporción.

En las muestras recocidas, las componentes de texturas son aún más débiles (Figura 6.8b y Figura 6.9b). Durante el tratamiento térmico, desaparecen las orientaciones preferenciales $\{100\}$ paralelas al plano de la chapa y aparece una fuerte incidencia $\{110\}$ en este plano, con $\langle 100-115 \rangle // RD$, manteniéndose las componentes tipo Goss, Brass y Cube. Además, se identificó la presencia de la componente $\{310\} \langle 001 \rangle$ descrita por Slakhorst *et al.* [18]. Estos autores estudiaron la recrystalización de materiales de baja SFE y encontraron que la componente Brass disminuye durante la recrystalización para formar este tipo de texturas, junto con $\{100\} \langle 001 \rangle$ o $\{021\} \langle 001 \rangle$, además de $\{011\} \langle 001 \rangle$. En este caso, la recrystalización del material (ver Sección 5.4), produjo la disminución de las intensidades de las texturas [15].

Luego de la tracción, la textura de la muestra L6-850-T fue similar a la desarrollada por las muestras laminadas en frío (Figura 6.5c y Figura 6.6c). En estas estructuras fuertemente macladas observamos texturas tipo Brass, Rotated Brass y Copper, manteniendo la proporción de componentes tipo Goss y tipo Cube, con direcciones principales $\langle 111 \rangle$ y $\langle 100 \rangle$, típicas de materiales FCC con baja energía de falla de apilamiento. Al igual que en el caso anterior, el aumento de componentes que poseen la dirección $\langle 100 \rangle // RD$ se atribuye a la proporción de material maclado y la proporción de $\langle 111 \rangle // RD$, a los granos favorablemente orientando para maclar.

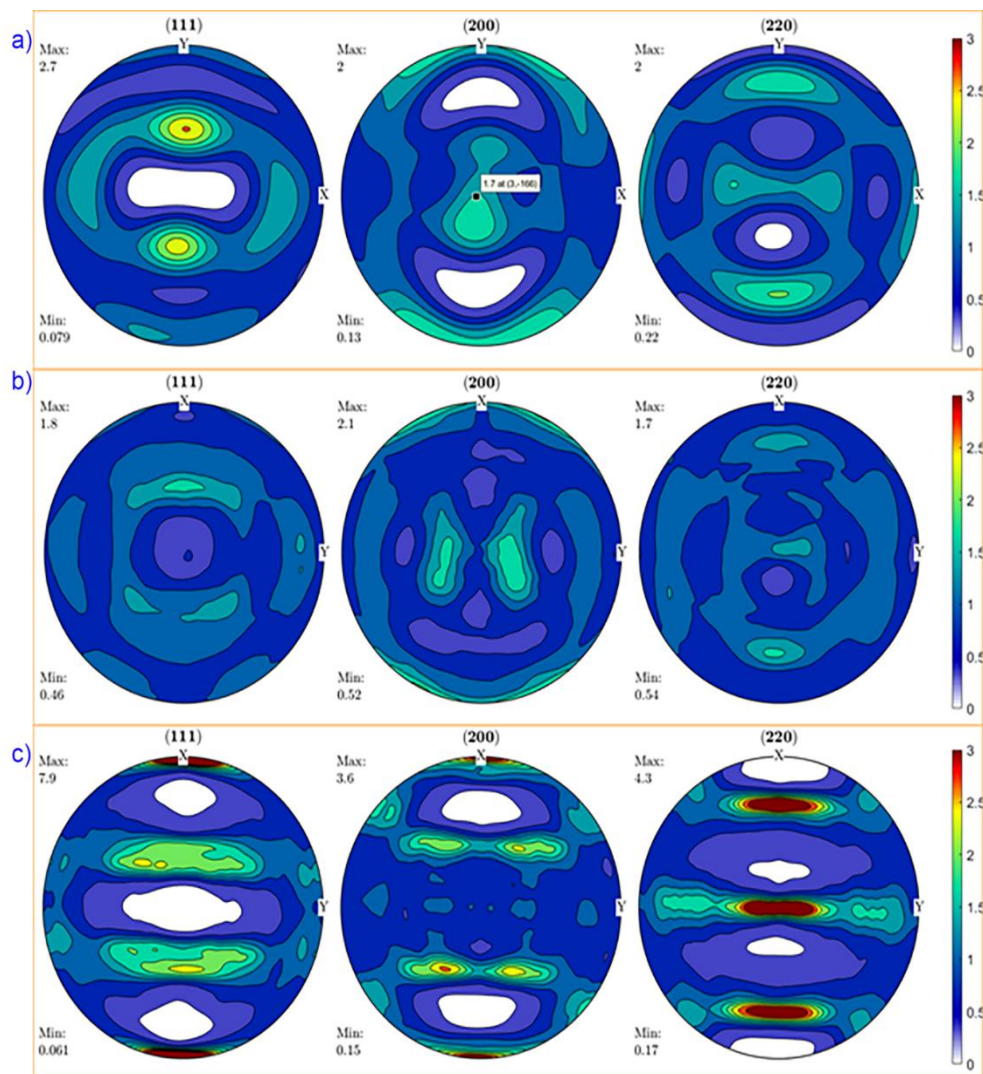


Figura 6.8: Figuras de polo medidas en muestras: a) laminada a 600 °C, b) después de recocido a 850°C y c) después de tracción hasta 50% de deformación plástica.

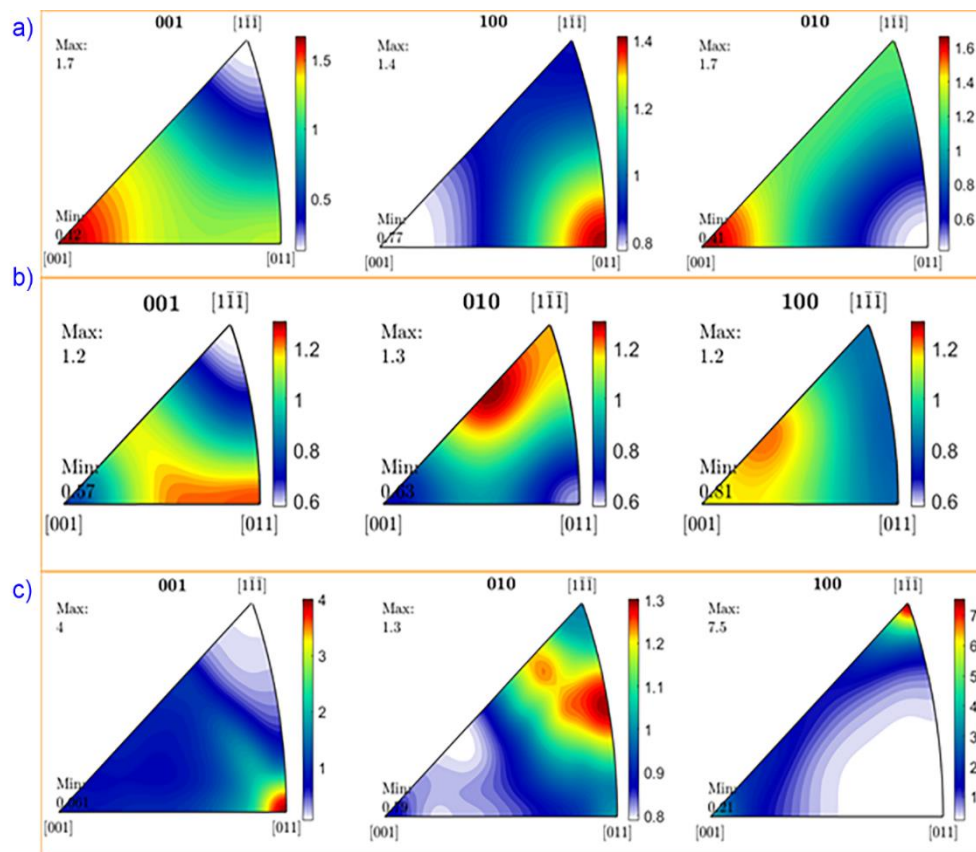


Figura 6.9: Figuras de polo inverso de muestras a) luego de laminado a 600°C, b) recocido 850°C y c) tracción a rotura (50% de deformación plástica).

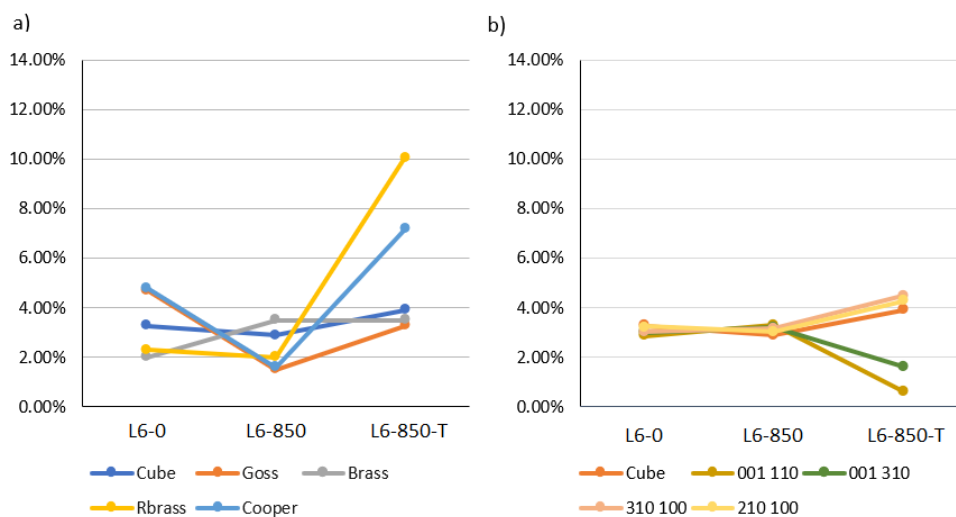


Figura 6.10: a) Evolución de la fracción de volumen de varios componentes de texturas típicas de aceros FCC durante el laminado a 600 °C, después de recocido a 850°C y después de tracción hasta 50% de deformación plástica, b) Evolución de la fracción de volumen de componentes de texturas cercanas a tipo cubo. Durante el laminado a 600 °C, después de recocido a 850°C, después de tracción hasta 50% de deformación plástica.

6.2.3. Evolución de las texturas cristalográficas durante la deformación por tracción

En la etapa final, las orientaciones desarrolladas son consecuencia de la rotación de los granos durante la deformación por tracción del material hasta la rotura. En ambos casos, podemos observar un fuerte incremento de los granos orientados $\langle 111 \rangle // tD$ (dirección de tracción). Esta orientación favorece el maclado por su factor de Schmid (ver *Sección 2.6*). Mediante al programa Mtex calculamos que existe una rotación de $19,5^\circ$ alrededor del eje $[\bar{1}01]$ de la componente tipo Brass($\{110\}\langle 112 \rangle$) hacia la Rotated Brass($\{110\}\langle 111 \rangle$), favoreciendo al maclado respecto al deslizamiento. Además, ocurre una rotación cercana a 55° alrededor del mismo eje desde Rotated Brass hacia las componentes cercanas a Cube ($\{310\}\langle 110 \rangle$). Yang *et al.* [19] también observaron que los granos se orientan cerca de la línea $\langle 001 \rangle$ --- $\langle 111 \rangle$ producto del deslizamiento de las dislocaciones durante la deformación. Esto explica por qué no se encuentran orientaciones cercanas a las $\langle 414 \rangle$, que es la orientación con el mayor factor de Schmid para el maclado. Asimismo, Barbier *et al.* [7], explicaron la evolución de la textura en relación al incremento de la deformación y al creciente endurecimiento que sufre el material. Según ellos, el deslizamiento en los sistemas $\{111\}\langle 110 \rangle$ de más alto factor de Schmid, produce una rotación de los cristales de modo que las direcciones $\langle 111 \rangle$ quedan paralelas a la dirección de tracción ($111 // tD$), esta orientación corresponde a la textura Rotated Brass [13]. Así, se favorece la activación de las primeras maclas mecánicas en el sistema $\{111\}\langle 112 \rangle$. Las regiones de material encerradas entre los planos de macla se orientan $100 // tD$ [7, 12], y nuevos sistemas de deslizamiento se activan, encontrando un camino medio de deslizamiento más corto. De esta manera, se va incrementando sucesivamente la tensión necesaria para continuar la deformación del material. En las Figuras 6.7a y 6.10a se muestra la evolución y fracción de las componentes de textura durante el procesamiento. Las componentes con orientación $100 // tD$ estaban ausentes en la muestra tal cual laminada, se desarrollan en el recocido y se fortalecen durante la tracción, como puede verse en las Figuras 6.7b y 6.10b.

6.2.4. Análisis

Como mencionamos en la *Sección 6.2*, el valor de la SFE de las chapas laminadas a temperaturas intermedias supera el rango establecido por Allain *et al.* [20], en el cual el mecanismo principal de deformación es el maclado, inhibiendo la formación de maclas durante la laminación y desarrollando una textura cristalográfica propia de materiales tipo cobre, de media/alta energía de falla de apilamiento. Estas chapas poseen un porcentaje relativamente alto de texturas cercanas a tipo cubo, en combinación con texturas tipo Brass, y un porcentaje menor de otras componentes que poseen un factor de Schmid favorable al maclado (Rotated Brass y Copper). En cambio, las chapas laminadas a temperatura ambiente desarrollaron mayores porcentajes de componentes de texturas, heredadas por el recocido posterior, cuyo factor de Schmid favorece al maclado, dando como resultado una gran cantidad de maclas totales luego de la tracción.

A pesar de estas diferencias, ambas chapas poseen muy buenas propiedades mecánicas. Esto es consecuencia de la combinación de la microestructura con las texturas cristalográficas desarrolladas en

cada condición. Como mencionamos en el Capítulo 4, la chapa laminada en frío (LF-750) posee un límite elástico 70 MPa mayor que el alcanzado por la chapa laminada a 600 °C (L6-850). Esto es producto de las maclas y del tamaño de grano pequeño desarrollados luego del laminado, y posterior recocido, de la aleación de baja SFE. Además, las pendientes de las curvas mostrada en la *Sección 4.3*, dan cuenta de una menor velocidad de endurecimiento, respecto a las chapas laminadas a 600 °C. Esto es consecuencia de que el maclado previo a la deformación por tracción consumió una cantidad de fallas de apilamiento extrínsecas que no estuvieron disponibles para maclar durante la deformación plástica posterior [17, 21]. En cambio, al laminar las chapas a 600 °C, el aumento en el valor de la SFE minimiza la formación de maclas, como se muestra en las imágenes de TEM de la *Sección 5.3.2*. Esto trae como consecuencia una importante disponibilidad para generar maclas durante la deformación plástica a temperatura ambiente.

En resumen, en el acero TWIP estudiado encontramos dos condiciones óptimas de procesamiento que potencian sus propiedades mecánicas para su aplicación industrial. Observamos que las condiciones de procesamiento afectan fuertemente la estructura de defectos formada y el desarrollo de las texturas cristalográficas. Mientras el laminado a temperatura ambiente genera componentes de texturas que favorecen al maclado, el desarrollo de maclas previas a la deformación plástica por tracción reduce la disponibilidad de maclas durante este proceso. En cambio, laminando a 600 °C se inhibe la formación de maclas durante el conformado, por lo que las fallas de apilamiento extrínsecas están disponibles para maclar durante la deformación por tracción. Sin embargo, a esta temperatura de laminación, se desarrollan texturas cristalográficas que son menos favorables al maclado, resultando porcentajes totales de material maclado inferiores al caso a los materiales laminados a temperatura ambiente.

Referencias

- [1] M.S. Paterson, X-ray diffraction by face-centered cubic crystals with deformation faults, *J Appl Phys.* 23 (1952) 805–811. <https://doi.org/10.1063/1.1702312>.
- [2] H.M. Rietveld, A profile refinement method for nuclear and magnetic structures, *J Appl Crystallogr.* 2 (1969) 65–71. <https://doi.org/10.1107/s0021889869006558>.
- [3] L. Lutterotti, Maud: a Rietveld analysis program designed for the internet and experiment integration, *Acta Crystallogr A.* 56 (2000) s54–s54. <https://doi.org/10.1107/s0108767300021954>.
- [4] V. Fuster, A. v. Druker, A. Baruj, J. Malarria, R. Bolmaro, Characterization of phases in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy processed by different thermomechanical methods, *Mater Charact.* 109 (2015) 128–137. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.09.026>.
- [5] B.E. Warren, *X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley Publishing Company Inc., Massachussets, 1969.
- [6] N.C. Popa, The (hkl) Dependence of Diffraction-Line Broadening Caused by Strain and Size for all Laue Groups in Rietveld Refinement, *J Appl Crystallogr.* 31 (1998) 176–180. <https://doi.org/10.1107/S0021889897009795>.
- [7] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo, M. Humbert, Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions, *Materials Science and Engineering A.* 500 (2009) 196–206. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.09.031>.
- [8] G.K. Williamson, R.E. Smallman, III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer spectrum, *Philosophical Magazine.* 1 (1956) 34–46. <https://doi.org/10.1080/14786435608238074>.
- [9] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, Texture analysis with MTEX- Free and open source software toolbox, *Solid State Phenomena.* 160 (2010) 63–68. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63>.
- [10] Barret, *Estructura de los metales*, Editorial Aguilar, 1957.
- [11] M. Hatherly, W.B. Hutchinson, *An introduction to texture in metals*, Institution of Metallurgists, London, 1979.
- [12] B.C. de Cooman, Y. Estrin, S.K. Kim, Twinning-induced plasticity (TWIP) steels, *Acta Mater.* 142 (2018) 283–362. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.06.046>.
- [13] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, *Curr Opin Solid State Mater Sci.* 15 (2011) 141–168. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2011.04.002>.
- [14] L. Bracke, K. Verbeken, L. Kestens, J. Penning, Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel, *Acta Mater.* (2009). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.11.036>.

- [15] L.A. Barrales-Mora, Y. Lü, D.A. Molodov, Experimental determination and simulation of annealing textures in cold rolled TWIP and TRIP steels, *Steel Res Int.* 82 (2011) 119–126. <https://doi.org/10.1002/srin.201000261>.
- [16] C. Maurice, J.H. Driver, Hot Rolling Textures of Aluminium, *Materials Science Forum.* 157–162 (1994) 807–812. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.807>.
- [17] M. Haupt, M. Müller, C. Haase, S. Sevsek, F. Brasche, A. Schwedt, G. Hirt, The influence of warm rolling on microstructure and deformation behavior of high manganese steels, *Metals (Basel)*. 9 (2019) 1–12. <https://doi.org/10.3390/met9070797>.
- [18] J.W.H.G. Slakhorst, The development of recrystallization textures in F.C.C. metals with a low stacking fault energy, *Acta Metallurgica.* 23 (1975) 301–308. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(75\)90122-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(75)90122-4).
- [19] P. Yang, Q. Xie, L. Meng, H. Ding, Z. Tang, Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel, *Scr Mater.* 55 (2006) 629–631. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.06.004>.
- [20] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton, Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys, *Materials Science and Engineering A.* 387–389 (2004) 158–162. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.059>.
- [21] F. Brasche, J. Wang, I. Timokhina, C. Haase, R. Lapovok, D.A. Molodov, Mechanical twinning and texture evolution during asymmetric warm rolling of a high manganese steel, *Materials Science and Engineering A.* 764 (2019) 138183. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138183>.

6. Conclusiones y perspectivas futuras

El objetivo de esta tesis fue diseñar, desarrollar, producir, procesar e investigar un acero TWIP con resistencia máxima mayor a 1 GPa y deformación total mayor al 50 %. Estas propiedades mecánicas dan la posibilidad de reducir el peso de los vehículos, disminuyendo los espesores de las chapas utilizadas en sus chasis. Vehículos más livianos traen como consecuencia una reducción en sus emisiones de CO₂ sin reducir sus prestaciones de seguridad. El acero TWIP debe estas destacadas propiedades mecánicas al desarrollo de maclas mecánicas que se forman durante la deformación plástica.

Seleccionamos la composición química e identificamos los tratamientos termomecánicos que potenciaron el comportamiento de la aleación para conseguir las propiedades mecánicas deseadas. Su caracterización microestructural y el análisis de las texturas cristalográficas desarrolladas permitió comprender la relación entre los procesamientos, la microestructura y las propiedades del acero TWIP. En este capítulo se resumen los resultados destacados, mayores aportes y las principales conclusiones con respecto a cada tópico anteriormente mencionado. Además, proponemos ideas para posibles investigaciones futuras.

6.1. Conclusiones

Como primera conclusión general, cabe destacar que, utilizando materia prima comercial fundida mediante un horno de inducción y colando en un molde de elaboración propia, logramos obtener una aleación con mínimos desvíos respecto a la composición química nominal. Además, realizamos tratamientos termomecánicos que son de fácil reproducción industrial, por lo que, los datos tecnológicos obtenidos serán útiles para la producción a mayor escala de chapas en la industria automotriz. A partir del trabajo realizado pudimos arribar a las siguientes conclusiones particulares:

- Seleccionamos la composición química Fe-22Mn-0.6C-1.5Al, donde:
 - El 22 % de manganeso agregado estabilizó la fase austenita y disminuyó la energía de falla de apilamiento.
 - El 0.6 % de carbono contribuyó a la estabilización de la austenita a temperatura ambiente y al endurecimiento de la solución sólida, potenciando las propiedades mecánicas del material y elevó la SFE del material.
 - El 1.5 % de aluminio evitó el envejecimiento dinámico por deformación (DSA) y, por tanto, la inestabilidad del flujo plástico (serrado en las curvas tensión-deformación) y la presencia de bandas en la superficie de las chapas, garantizando la aplicabilidad tecnológica del material y su uso en piezas embutidas. Además, elevó la energía de falla de apilamiento del material.

Mediante esta combinación de aleantes garantizamos una aleación completamente austenítica, con una SFE que se encuentra dentro del rango donde su principal mecanismo de deformación es del maclado en conjunto con el deslizamiento de dislocaciones.

- Encontramos la combinación de procesamientos termomecánicos que alcanzaron las propiedades mecánicas óptimas con operaciones fácilmente reproducibles a escala industrial. Estos fueron:
 - laminado a 20 °C + recocido a 750 °C; $\sigma_{\text{máx}} = 1113 \text{ MPa}$, $\sigma_y = 346 \text{ MPa}$, $S_r = 45 \%$
 - laminado a 600 °C + recocido a 850 °C; $\sigma_{\text{máx}} = 1179 \text{ MPa}$, $\sigma_y = 284 \text{ MPa}$, $S_r = 50 \%$

Los diferentes tratamientos termomecánicos afectaron fuertemente la estructura de defectos del material, así como, su textura cristalográfica, determinando las propiedades mecánicas obtenidas. Por eso, realizamos un exhaustivo análisis donde correlacionamos el estudio microestructural, a través de microscopía óptica y de transmisión, y el análisis de Rietveld usando MAUD, junto con las texturas cristalográficas desarrolladas, lo que nos permitió comprender la relación entre las propiedades mecánicas y las condiciones de procesamiento del material. Las conclusiones particulares son las siguientes:

- En ninguna de las condiciones estudiadas se observó la presencia de fases secundarias ni de precipitados, dando cuenta del éxito de la selección de la composición química.
- El maclado en conjunto con el deslizamiento de dislocaciones, estuvo presente en la deformación plástica, tanto durante el conformado como en el ensayo de tracción de la aleación. Después de la tracción, se observaron maclas nanométricas que interactuaron fuertemente con las dislocaciones presentes en la microestructura, en todas las condiciones de procesamiento.
- La reducción del tamaño de grano del material, producto de los procesamientos termomecánicos, no inhibió la formación de maclas durante la deformación plástica. Sin embargo, en granos de 7 μm observamos maclas 3 veces más anchas que en tamaños de grano más grandes.
- Durante los tratamientos de recocido, se formaron maclas, cuyos bordes fueron distorsionados por la concentración de dislocaciones en sus límites; estas maclas de recocido actuaron como sitios de nucleación para las maclas mecánicas desarrolladas durante la deformación plástica en los ensayos de tracción.
- Las condiciones de procesamiento seleccionadas presentaron una excelente combinación de resistencia máxima, límite elástico y deformación total, debido a distintas causas. Tanto las texturas cristalográficas como las microestructuras que se desarrollaron durante los procesos termomecánicos fueron significativamente diferentes.
- La temperatura de laminado modificó la SFE del material y afectó el mecanismo de deformación actuante durante el procesamiento y en las texturas cristalográficas desarrolladas.
- El laminado a temperatura ambiente con recocido a 750 °C desarrolló la típica textura de laminación de materiales FCC de baja SFE, favoreciendo el maclado como mecanismo de deformación. Por otro lado, la textura resultante de laminación a 600 °C tiene componentes típicos de metales de media-alta SFE, favoreciendo el deslizamiento de dislocaciones.

- Al inhibirse el maclado durante la laminación a 600 °C, una alta densidad de fallas de apilamiento extrínsecas quedaron remanentes en la matriz austenítica y estuvieron disponibles para el maclado mecánico durante los ensayos de tracción.
- La aleación resultó fuertemente maclada durante el laminado a 20 °C. Estas maclas también se observaron luego del recocido a 750 °C, reduciendo ligeramente la capacidad del material de maclar durante los ensayos de tracción, a pesar de su textura favorable.
- La chapa laminada a temperatura ambiente desarrolló un límite elástico 70 MPa superior a la de la chapa laminada a 600 °C, como consecuencia del maclado y del tamaño de grano pequeño.

6.2. Perspectivas futuras

A pesar del extenso trabajo realizado, para poder garantizar la factibilidad de aplicación de este tipo de aceros en la industria automotriz, quedan aún abiertos muchos interrogantes tanto científicos como tecnológicos, que impulsarán muchos trabajos futuros; entre ellos citaremos los siguientes:

- Estudiar cómo va evolucionando la microestructura durante la deformación plástica por tracción. Se trata de establecer los valores de tensión y deformación precisos en los que comienza el maclado mecánico
- Investigar el efecto de la velocidad de deformación, a diferentes temperaturas en el rango de -50 a 200 °C, analizando la evolución microestructural y su relación con la SFE en cada condición.
- Estudiar la influencia de otros elementos aleantes, como el cobre o el níquel, sobre el mecanismo de deformación y las propiedades mecánicas de los aceros TWIP Fe-Mn.
- Determinar el comportamiento al impacto del acero TWIP, a través de ensayos de Charpy.
- Profundizar el estudio de la capacidad de conformado del material, a través de ensayos uniaxiales y biaxiales para construir la curva de formabilidad del material (FLC). Resultados preliminares de este estudio se presentaron en el congreso internacional SAM-CONAMET 2022 y en las 22° Jornadas de CyT de la UNR, donde mostramos la anisotropía plástica que presenta el material luego de su elaboración con las condiciones termomecánicas seleccionadas.
- Estudiar la soldabilidad del material; investigar el efecto de diversos procesos y métodos de unión. Resultados preliminares se presentaron en el congreso internacional de SAM-CONAMET 2022 y en las 22° Jornadas de CyT de la UNR, donde analizamos los efectos de la soldadura, tanto en el cordón como en la zona del material base y la zona afectada por el calor (ZAC), y mostramos el efecto que genera en las propiedades mecánicas del material.