

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE ROSARIO**

**FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS, INGENIERÍA Y AGRIMENSURA**



Tesis presentada para optar al título de

Doctor en Ingeniería

**Desarrollo de aceros TRIP/TWIP con alto contenido  
de manganeso para aplicaciones automotrices**

**Autor: Ing. Marcio Raposo**

Director: Dr. Jorge Malarría

Codirector: Dr. Mauro Martín

*Instituto de Física de Rosario (CONICET - UNR)*

*2019*



# Palabras de agradecimiento

Esta Tesis sintetiza parte del trabajo que realicé, durante más de 5 años, con un hermoso grupo de trabajo. Pero también, en un plano más sutil, condensa innumerables experiencias vividas que me permitieron crecer en lo profesional, y especialmente en lo humano. Agradezco infinitamente a todxs lxs que me acompañaron durante esta etapa, me siento muy afortunado en haber compartido parte de mi vida con ellxs. No podría mencionarlxs ni enumerarlxs a todxs. No soy bueno haciendo memoria, y seguro me olvidaría de muchxs. Solo me atrevo mencionar, en un texto sin jerarquías ni orden especial, a quienes les quiero expresar un especial agradecimiento por su presencia a mi lado. A Jorge Malarría y a Mauro Martín, directores excelentes, pero aún más excelentes personas. A Ana Druker, por invitarme a ser parte de su grupo, y ayudarme siempre. A Paulo La Roca, por su valiosísima colaboración, predisposición y buena onda. A todo el grupo *shape memory*, que me hace sentir en un entorno cálido y muy humano. A lxs pibxs del IFIR, por las charlas, los almuerzos al sol, y muchas otras hermosas vivencias compartidas ♣ A mi mamá, Analía, por su amor y apoyo incondicional siempre! A Sami, con todo mi amor, gracias por acompañarme en esta etapa ♡ A mis amigxs, que me enseñan, me divierten, me bancan, me quieren y me dejan quererlos. A todo el personal del IFIR, por su asistencia. A la FCEIA-UNR por brindarme todas las herramientas para afrontar este trabajo. A TODOS!



# Abreviaturas y Símbolos

- “%” (**Composición**): Los porcentajes referidos a contenidos de elementos químicos en aleaciones están referidos a porcentajes en peso.
- “%” (**Fracción de fases**): Los porcentajes referidos a fases constitutivas están referidos a fracciones volumétricas.
- “%” (**Deformación**): Los porcentajes de deformación corresponden a deformaciones ingenieriles.
- “Fe-15Mn-3Si / Fe-18Mn-2Si-2Al”: Las composiciones expresadas de esta forma hacen referencia los porcentajes en peso de cada elemento.
- “**Velocidad cuasi-estática**”: Velocidad de deformación de  $4,7 \times 10^{-4} s^{-1}$  ( $10^{-4} s^{-1}$ )
- **A**: Deformación a rotura. **A<sub>g</sub>**: Deformación uniforme.
- **CAE**: Capacidad de absorción de energía
- **DRX**: Difracción de rayos X.
- **Fases**: **A- $\gamma_{fcc}$** , austenita FCC. **M- $\epsilon_{hcp}$** , martensita HCP. **M- $\alpha'_{bcc}$** , martensita BCC.
- “**G1 / G2**”: Aceros de la Generación 1 / Generación 2. Ver Cap. 3.1
- **M<sub>s</sub>**: Temperatura de transformación martensítica. **M<sub>s</sub> <sup>$\sigma$</sup>** : Ver Cap. 2.1.2.
- **MO** Microscopía óptica.
- **R<sub>m</sub>**: Resistencia máxima. **R<sub>p0,2</sub>**: Tensión de fluencia 0,2 %.
- **SEM**:: Microscopía electrónica de barrido.
- “**SFE**”: Energía de falla de apilamiento de la fase FCC.
- **T<sub>N</sub>**: Temperatura de Néel.
- **TEM**:: Microscopía electrónica de transmisión.



# Índice general

Índice general . . . . .	VII
Índice de figuras . . . . .	XI
Resumen . . . . .	XIX
Abstract . . . . .	XXI
<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Evolución de los aceros de alto manganeso . . . . .	1
1.1.1. Aceros Hadfield . . . . .	2
1.1.2. Aceros multifásicos asistidos por el efecto TRIP . . . . .	4
1.1.3. Aceros TRIP/TWIP de alto manganeso . . . . .	6
1.2. Impacto en la industria automotriz . . . . .	9
1.3. Objetivos de la Tesis . . . . .	13
1.4. Trabajos realizados en el marco de la Tesis . . . . .	14
1.4.1. Artículos en revistas . . . . .	14
1.4.2. Comunicaciones en eventos científicos . . . . .	15
<b>2. Marco teórico/Antecedentes bibliográficos</b>	<b>17</b>
2.1. Equilibrio termodinámico en aleaciones Fe-Mn-x (x: C, Si, Al) . . . . .	17
2.1.1. Diagramas y estabilidad de fases en el sistema Fe-Mn . . . . .	18
2.1.2. Transformación martensítica inducida mecánicamente . . . . .	20
2.2. Mecanismos de deformación de los aceros austeníticos Fe-Mn-x . . . . .	24
2.2.1. Deslizamiento de dislocaciones . . . . .	24
2.2.2. Disociación de dislocaciones y energía de falla de apilamiento . . . . .	26
2.2.3. Maclaje mecánico (Efecto TWIP) . . . . .	27

---

2.2.4.	Transformación martensítica (Efecto TRIP) . . . . .	31
2.2.5.	Relación con la energía de falla de apilamiento . . . . .	32
2.3.	Transición antiferromagnética / paramagnética de la austenita . . . . .	33
2.4.	Variables que afectan los mecanismos de deformación . . . . .	35
2.4.1.	Elementos de aleación . . . . .	35
2.4.2.	Temperatura . . . . .	38
2.4.3.	Velocidad de deformación . . . . .	41
2.5.	Propiedades mecánicas y endurecimiento por deformación . . . . .	43
<b>3.</b>	<b>Procedimiento Experimental</b>	<b>49</b>
3.1.	Producción de aleaciones . . . . .	49
3.1.1.	Aceros Generación 1 . . . . .	49
3.1.2.	Aceros Generación 2 . . . . .	52
3.2.	Procesamiento termomecánico . . . . .	53
3.2.1.	Obtención de probetas . . . . .	56
3.2.2.	Probetas para ensayo de tracción . . . . .	56
3.2.3.	Probetas para ensayo de impacto . . . . .	56
3.3.	Ensayos mecánicos de probetas . . . . .	57
3.3.1.	Ensayos de tracción . . . . .	57
3.3.2.	Correlación digital de imagen (DIC) . . . . .	57
3.3.3.	Determinación de temperatura $M_s^\sigma$ . . . . .	58
3.3.4.	Ensayo de impacto . . . . .	59
3.4.	Caracterización microestructural . . . . .	60
3.4.1.	Microscopía óptica . . . . .	60
3.4.2.	Difracción de rayos X . . . . .	61
3.4.3.	Microscopía electrónica de barrido (SEM) . . . . .	62
3.4.4.	Microscopía electrónica de transmisión (TEM) . . . . .	62
3.5.	Caracterización termodinámica . . . . .	63
3.5.1.	Dilatometría . . . . .	63
3.5.2.	Resistividad . . . . .	63

---

<b>4. Resultados</b>	<b>65</b>
4.1. Aceros Generación 1 . . . . .	65
4.1.1. Microscopía Óptica . . . . .	65
4.1.2. Propiedades mecánicas . . . . .	67
4.1.3. Fractografías . . . . .	68
4.1.4. Difracción de rayos X . . . . .	70
4.1.5. EBSD . . . . .	72
4.1.6. Determinación de las temperaturas de transformación . . . . .	72
4.2. Aceros Generación 2 . . . . .	73
4.2.1. Microscopía Óptica . . . . .	74
4.2.2. Propiedades mecánicas . . . . .	76
4.2.3. Fractografías . . . . .	80
4.2.4. Difracción de rayos X . . . . .	81
4.2.5. EBSD - TEM . . . . .	85
4.2.6. Determinación de las temperaturas de transformación . . . . .	89
<b>5. Discusión</b>	<b>93</b>
5.1. Generación 1 . . . . .	93
5.1.1. Fases presentes . . . . .	94
5.1.2. Propiedades mecánicas . . . . .	95
5.1.3. Reformulación de la aleación . . . . .	98
5.2. Generación 2 . . . . .	100
5.2.1. Microestructura . . . . .	100
5.2.2. Propiedades mecánicas . . . . .	102
5.2.3. Efectos de la velocidad de deformación y la temperatura en los mecanismos de deformación activos . . . . .	104
<b>6. Conclusiones y Perspectivas</b>	<b>111</b>
6.1. Conclusiones . . . . .	111
6.1.1. Fe-15Mn-3Si (Generación 1) . . . . .	112
6.1.2. Fe-18Mn-2Si-2Al (Generación 2) . . . . .	113

---

6.2. Perspectivas . . . . .	114
<b>A. Correlación Digital de Imagen</b>	<b>117</b>
A.1. Calibración mediante DIC . . . . .	117
A.2. Homogeneidad en la deformación . . . . .	120
<b>Bibliografía</b>	<b>123</b>

# Índice de figuras

1.1.	<i>Gran resistencia mecánica en combinación con alta ductilidad exhibida por los aceros TRIP/TWIP [1]. . . . .</i>	2
1.2.	<i>Curva <math>\sigma - \varepsilon</math> típica de los aceros Hadfield. En el detalle se puede observar el efecto de oscilaciones causado por la difusión del carbono. . . . .</i>	3
1.3.	<i>Típica micrografía de un TRIP-assisted multiphase steel, que ilustra la dispersión de bainita (B) y austenita retenida (A) en la ferrita (F) [2]. . . . .</i>	5
1.4.	<i>Mecanismos de plasticidad inducida por deformación: efecto TRIP y TWIP [3]. . . . .</i>	7
1.5.	<i>Rangos de energía de falla de apilamiento intrínseca (<math>\gamma_{isf}</math>) para transformación de fases, maclas de deformación y deslizamiento de dislocaciones en aleaciones reportadas en la literatura [4]. . . . .</i>	8
1.6.	<i>Mapa bidimensional de la SFE (unidad: <math>mJm^{-2}</math>) para un sistema de aleaciones Fe-XMn-1Al-XC a 300 K [5]. . . . .</i>	8
1.7.	<i>Estructura del chasis de un Volvo XC60. [<a href="http://www.media.volvocars.com">www.media.volvocars.com</a>] .</i>	11
1.8.	<i>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 [6]. .</i>	12
1.9.	<i>Emisiones equivalentes históricas de CO<sub>2</sub>(Normalizado según NEDC) y los actuales estándares proyectados para autos de pasajeros. [“Light-duty vehicle greenhouse gas and fuel economy standards - ICCT 2017”] . . . . .</i>	12
2.1.	<i>Diagrama de fases estables del sistema binario Fe-Mn. El contenido de Mn está expresado en fracción molar [7]. . . . .</i>	18
2.2.	<i>Diagrama de fases metaestables para el sistema Fe-Mn [8]. . . . .</i>	19

---

2.3.	<i>Microestructuras para aleaciones Fe-Mn [8]. . . . .</i>	19
2.4.	<i>Esquema de la evolución de la energía libre en función de la temperatura, para las fases <math>\gamma</math> y <math>\alpha'</math> [9]. . . . .</i>	21
2.5.	<i>Representación esquemática de la interrelación entre la transformación martensítica asistida por tensión y la inducida por deformación [10]. . . . .</i>	23
2.6.	<i>Esquema de un deslizamiento por movimiento de dislocación de borde. . . . .</i>	25
2.7.	<i>Sistemas de deslizamientos posibles (planos y direcciones) para estructuras FCC [11]. . . . .</i>	25
2.8.	<i>Representación esquemática de la disociación de una dislocación de borde en dos parciales, bordeando una falla de apilamiento [12]. . . . .</i>	27
2.9.	<i>Secuencia de planos compactos para los casos de fallas de apilamiento intrínsecas y extrínsecas en redes FCC [13]. . . . .</i>	28
2.10.	<i>Comparación de las estructuras y energía de los defectos planares en metales FCC [8]. . . . .</i>	29
2.11.	<i>Ilustración del efecto Hall-Petch dinámico. Las maclas mecánicas se forman por la baja SFE. Gradualmente reducen el camino libre medio de las dislocaciones, resultando en el muy alto endurecimiento por deformación observado en los aceros TWIP [6]. . . . .</i>	29
2.12.	<i>Cristalografía de una macla [12]. . . . .</i>	30
2.13.	<i>Esquema que muestra la relación entre la SFE y el mecanismo de deformación operante en aleaciones FCC [8]. . . . .</i>	33
2.14.	<i>Dependencia de las temperaturas de transformación <math>\gamma \leftrightarrow \epsilon</math> con el contenido de manganeso para el sistema Fe-Mn. La línea indicada como <math>T_N^\gamma</math> describe la temperatura de Néel en función de la composición para la fase <math>\gamma</math> [14]. . . . .</i>	34
2.15.	<i>Mapa de variaciones de la SFE dependiente de la composición, según contenidos de silicio y manganeso para (a) 1 % Al y (b) 10 % Al [5]. . . . .</i>	37
2.16.	<i>Mapa de variaciones de la SFE dependiente de la composición, según contenidos de carbono y aluminio para (a) 15 % Mn y (b) 25 % Mn [5]. . . . .</i>	37

---

2.17. (a) Energías de falla de apilamiento de tres aleaciones Fe-Mn-Si-Al-C en función de la temperatura. (b) SFE del acero TWIP 1, en función de la temperatura, y las contribuciones de las componentes química, magnética y de interfase, como también la primera derivada $d\gamma_{SFE}/d\theta$ de la energía de falla en función de la temperatura [15]. . . . .	39
2.18. Tensión de fluencia $R_{p0,2}$ , resistencia a la tracción $R_m$ , elongación uniforme $\varepsilon_{un}$ y elongación a rotura $\varepsilon_f$ en función de la temperatura del ensayo de tracción para la aleación Fe-20Mn-3Si-3Al [16]. . . . .	40
2.19. Propiedades mecánicas, de tensión (a) y elongación (b), para diversos aceros de alto manganeso con adiciones de silicio y aluminio, ensayados a temperatura ambiente a $\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$ . Tensión de fluencia $R_{p0,2}$ y elongación uniforme $\varepsilon_{un}$ (en barras negras), resistencia máxima $R_m$ y elongación a rotura $\varepsilon_f$ (en barras grises), en (a) y en (b) respectivamente [16]. . . . .	43
2.20. Curva tensión-deformación representativa del acero TRIP Fe-15,3Mn-2,4Al-2,8Si [17]. . . . .	45
2.21. (a) Exponente de endurecimiento, $n$ , y (b) tasa de endurecimiento por deformación, $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ , en función de la deformación ingenieril [17]. . . . .	45
2.22. Curva tensión-deformación ingenieril un acero TWIP Fe-23,7Mn-2,3Si-2,7Al, ensayado a tracción a distintas velocidades en el rango de 0,001 a $400\text{ s}^{-1}$ [18]. . . . .	46
2.23. (a) $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ y (b) $n$ , en relación a la deformación verdadera, para velocidades de deformación en el rango de 0,001 a $400\text{ s}^{-1}$ [18]. . . . .	46
3.1. Cámara del horno de inducción. En su interior se encuentran el crisol cargado de materia prima y la lingotera de arena . . . . .	50
3.2. (a) y (b) Diseño interior del molde utilizado, (c) y (d) lingotera, a partir de los moldes apilados, con mazarota . . . . .	51
3.3. Cinco lingotes obtenidos de acero Fe-15Mn-3Si (Generación 1). Se indican sus denominaciones <b>G1-10</b> y <b>G1-14</b> , en función de su contenido de C. . . . .	51
3.4. (a) Plano de una de las mitades del molde, (b) molde metálico y embudo, pintados interiormente con pintura refractaria, listo para la colada. . . . .	53

---

3.5.	<i>Lingotes obtenidos de acero Fe-18Mn-2Si-2Al (Generación 2), utilizando un molde metálico. Entre los lingotes se observa el material solidificado en el canal de colada y el embudo. . . . .</i>	54
3.6.	<i>Diagrama de los procesos termomecánicos de las probetas obtenidas. . . . .</i>	55
3.7.	<i>(a) Probeta según normas ASTM E8M, y (b) diseño de electrodo de cobre para maquinado por electroerosión . . . . .</i>	56
3.8.	<i>Instron 3382, con cámara térmica para control de temperatura entre <math>-80</math> y <math>250^{\circ}\text{C}</math> . . . . .</i>	58
3.9.	<i>(a) Cabezales con cartuchos calefactores. (b) Set-up del sistema de medición y control de temperatura (el dispositivo de sujeción se observa aislado con fibra de alúmina). . . . .</i>	59
3.10.	<i>Máquina de ensayo de Charpy, del Laboratorio de Ensayos Mecánicos (DAT). . . . .</i>	60
4.1.	<i>Microscopías ópticas (<math>500\times</math>) de <b>G1-05-R1050(Ar)</b>, <b>G1-05-I830(Ar)</b> y <b>G1-10-I400</b> antes del ensayo de tracción (a, c y e, respectivamente) y después de deformadas a rotura (b, d y f). Las microestructuras observadas presentan similares morfologías. . . . .</i>	66
4.2.	<i>Microscopía óptica de <math>1000\times</math>, obtenida con luz polarizada, de <b>G1-05-I830(Ar)</b> después del ensayo a rotura. En celeste se marcan las martensitas y en beige la austenita. . . . .</i>	67
4.3.	<i>Curvas de tensión-deformación ingenieriles de especímenes de <b>G1</b> ensayados a tracción a <math>4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}</math>, hasta la rotura. . . . .</i>	68
4.4.	<i>Fractografías de probetas <b>G1-05-R1050(Ar)</b> ensayadas a tracción a <math>4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}</math>, hasta la rotura. . . . .</i>	69
4.5.	<i>DRX de (a) <b>G1-05-R1050(Ar)</b>, (b) <b>G1-05-I830(Ar)</b> y (c) <b>G1-10-I400</b>, antes y después de ser ensayados a tracción hasta la rotura a <math>0,45 \text{ mm/min}</math>. . . . .</i>	71
4.6.	<i>Micrografía EBSD de una muestra <b>G1-10-R1050(Ar)</b> deformada a tracción a <math>0,45 \text{ mm/min}</math> hasta un 10 %. La imagen (a) muestra la micrografía obtenidas mediante EBSD, y la imagen (b) muestra sus fases coloreadas: FCC amarillo, BCC verde y HCP rojo. . . . .</i>	73

---

4.7. <i>Curvas de resistividad de las aleaciones <b>G1-05</b>, <b>G1-10</b> y <b>G1-14</b>.</i> . . . . .	74
4.8. <i>Micrografías ópticas de la aleación <b>G2-R1050</b>. (a) Condición sin deformación, mostrando granos austeníticos; (b) granos deformados tras 20 % de deformación uniaxial a velocidad cuasi-estática.</i> . . . . .	75
4.9. <i>Micrografía ópticas de la aleación <b>G2-R1050</b> en condición sin deformación, mostrando granos austeníticos coloreados tras ataque con reactivo <b>R2</b></i> . . . . .	75
4.10. <i>Curvas de tensión-deformación ingenieril, para especímenes ensayados a <math>10^{-4}</math>, <math>10^{-1}</math> y <math>10^1 s^{-1}</math>, hasta la rotura, para la aleación <b>G2</b>.</i> . . . . .	77
4.11. <i>Seguimiento cualitativo del efecto TRIP, a tres velocidades iniciales de deformación. (a) Exponente de endurecimiento por deformación <math>n</math>; (b) tasa de endurecimiento por deformación <math>d\sigma_T/d\varepsilon_T</math>.</i> . . . . .	78
4.12. <i>Curvas de tensión-deformación ingenieril, para especímenes <b>G2</b> ensayados hasta la rotura a <math>10^{-4} s^{-1}</math>, para las temperaturas: 22, 50, 100 y 200 °C.</i> . . . . .	79
4.13. <i>Curva energía absorbida en función de la temperatura, obtenida mediante ensayos de Charpy. <math>T_t</math> indica la temperatura de transición dúctil-frágil.</i> . . . . .	80
4.14. <i>Fractografías de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al ensayada a tracción, a velocidad inicial de <math>10^{-4} s^{-1}</math>, hasta la rotura</i> . . . . .	81
4.15. <i>Fractografías de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al ensayada a impacto (Charpy). (a-b) a 20 °C; (c-d) a -94 °C; y (e-f) a -196 °C.</i> . . . . .	82
4.16. <i>Ensayo de tracción cíclico de carga y descarga de la misma muestra Fe-18Mn-2Si-2Al para determinación de la evolución microestructural en el régimen cuasi-estático. (a) Curvas de tensión-deformación ingenieril para <math>10^{-4} s^{-1}</math>; (b) patrones de DRX medidos inmediatamente después de cada ensayo.</i> . . . . .	84
4.17. <i>Fracciones volumétricas de fases, calculadas por refinamiento de Rietveld del espectro de difracción de rayos X mostrado en la Fig. 4.16 (b).</i> . . . . .	85
4.18. <i>Patrones de DRX de las muestras <b>G2</b> ensayadas a <math>10^{-4} s^{-1}</math> hasta la rotura a las temperaturas de 50, 100 y 200 °C.</i> . . . . .	86

4.19. Mapeo de fases presentes, obtenidos mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD), en probetas ensayadas a rotura a: $10^{-4} s^{-1}$ (a); $10^{-1} s^{-1}$ (b); y $10^1 s^{-1}$ (c). Austenita- $\gamma$ - amarillo, martensita- $\varepsilon$ - rojo y martensita- $\alpha'$ - verde. . . . .	87
4.20. Mapeo EBSD de fases presentes en probeta ensayada al 11 % de deformación ingenieril en condición cuasi-estática. Austenita- $\gamma_{fcc}$ - amarillo, martensita- $\varepsilon_{hcp}$ - rojo y martensita- $\alpha'_{bcc}$ - verde. . . . .	88
4.21. Microestructura representativa desarrollada en granos austeníticos: (a-b) condición de partida, $[013]_{\gamma}$ en eje de zona; (c-d) espécimen ensayado a $10^{-4} s^{-1}$ , con $[101]_{\gamma} // [11\bar{2}0]_{\varepsilon}$ en eje de zona; (e-f) condición $10^{-1} s^{-1}$ , con $[101]_{\gamma} // [11\bar{2}0]_{\varepsilon}$ ; y (g-h) muestra deformada a $10^{-1} s^{-1}$ , $[011]_{\gamma}$ en eje de zona. . . . .	90
4.22. Curva dilatométrica obtenida para la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al. En el detalle se indica la $M_s$ . . . . .	91
4.23. (a) Curva de resistividad en función de la temperatura, con la $M_s$ obtenida durante el enfriamiento; (b) fragmento de la curva en el calentamiento indicando la $T_N$ . . . . .	91
5.1. Curvas tensión-deformación de probetas <b>G1-05</b> , obtenidas mediante diversos métodos, y sometidas a distintas rutas termomecánicas. . . . .	97
5.2. Evolución de la temperatura de probetas con la velocidad de deformación. Temperatura ambiente $22^{\circ}C$ . . . . .	105
5.3. Valores de SFE calculados a partir de la Ec. 2.5. . . . .	106
5.4. Determinación de la temperatura $M_s^{\sigma}$ . Tensión de fluencia graficada en función de la temperatura, para especímenes <b>G2</b> ensayados en condición cuasi-estática, $10^{-4} s^{-1}$ . . . . .	108
6.1. Optimización de las propiedades mecánicas de una aleación, mediante el estudio y modificación de su composición. . . . .	112
A.1. Deslizamiento en zona de agarre de una probeta deformada a $10^{-4} s^{-1}$ . . . . .	118
A.2. Probeta de tracción fracturada con un patrón “speckle” impreso en su superficie. . . . .	119

---

A.3. <i>Curvas deformación-tiempo para los ensayos a <math>10^{-4} s^{-1}</math> (a), y (b) <math>10^{-1} s^{-1}</math>.</i>	119
A.4. <i>Comparación de curvas tensión-deformación ingenieriles corregidas y no corregidas mediante el coeficiente obtenido en la Ec. A.1, para ensayos de tracción a probetas de Fe-18Mn-2Si-2Al a <math>10^{-4} s^{-1}</math>.</i>	120
A.5. <i>Deformaciones locales en 4 instantes de tiempo: (a) 0 %, (b) 25 %, (c) 75 % y (d) 100 % del tiempo total del ensayo realizado a <math>10^{-4} s^{-1}</math>.</i>	121
A.6. <i>Deformaciones locales en 4 instantes de tiempo: (a) 0 %, (b) 25 %, (c) 75 % y (d) 100 % del tiempo total del ensayo realizado a <math>10^{-1} s^{-1}</math>.</i>	122



# Resumen

En esta Tesis se presenta un estudio sobre dos aceros de alto manganeso con efecto TRIP (HMn-TRIP), con el objetivo de contribuir al desarrollo de materiales para aplicaciones automotrices que conjuguen alta resistencia y alta ductilidad, con bajo peso específico. El trabajo realizado abarca el proceso de elaboración y tratamiento termomecánico de cada aleación, la caracterización microestructural y el análisis del comportamiento mecánico para diferentes condiciones de deformación. Se establece el rol de los elementos aleantes en el control de los mecanismos de deformación actuantes en cada caso.

En la primer generación de aleación, se produjeron lingotes de aceros TRIP Fe-15Mn-3Si, con tres contenidos de carbono distintos (0,05; 0,10 y 0,14 %), cuyas microestructuras estuvieron compuestas por austenita  $\gamma$ , y martensitas  $\varepsilon$  y  $\alpha$  de origen térmico. Las propiedades mecánicas resultaron muy desfavorables, presentando facturas frágiles y prematuras durante los ensayos a tracción uniaxial. Se infirió que la combinación de altas temperaturas  $M_s$  (entre 107 y 151 °C), bajas temperaturas de Néel  $T_N$  (entre -28 y 9 °C) y reducidas energías de falla de apilamiento (SFE), ocasionadas principalmente por el contenido de silicio, baja la estabilidad de la austenita y promueve su transformación a M- $\varepsilon$  en finas placas, durante la deformación. El copioso entrecruzamiento de estas placas dificulta el deslizamiento cruzado de las dislocaciones en la austenita retenida, aumentando la concentración de tensiones e incrementando la fragilidad de la aleación.

La segunda generación de aleación, consistió en un acero TRIP Fe-18Mn-2Si-2Al, completamente austenítico en su condición de partida. El mismo demostró tener una alta capacidad de absorción de energía al ser ensayado a tracción en un rango velocidades de deformación de entre  $10^{-4}$  y  $10^1$  s $^{-1}$ . Se observó un típico mecanismo de transformación de dos etapas  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ , para las probetas ensayadas a  $10^{-4}$  s $^{-1}$ . A mayores velocidades,

---

el incremento en temperatura debido al calentamiento por deformación, aumentó la SFE favoreciendo la deformación inducida por el maclado (efecto TWIP). Esto provocó un cambio en el comportamiento mecánico del material, que disminuyó su endurecimiento y resistencia mecánica, pero aumentó su elongación a rotura, manteniendo así su capacidad de absorber energía. Adicionalmente, se analizó la influencia de la composición química en las temperaturas  $M_s$  y  $T_N$ . De esta manera, la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al alcanza el desempeño esperado para el desarrollo de un acero austenítico de alto manganeso, siendo una alternativa tecnológica para aplicaciones que requieran resistencia al impacto y alta capacidad de absorción de energía.

# Abstract

The present Thesis presents a comprehensive study on two high-Mn TRIP steels, with the aim to contribute to the development of materials for automotive applications that combine high strength and high ductility, with low specific weight. The work carried out covers the casting and thermomechanical processing of each alloy, the microstructural characterization and the mechanical behavior analysis for different deformation conditions. The effects of the alloying elements on the active deformation mechanisms for each condition is established.

In the first stage, ingots of Fe-15Mn-3Si TRIP-steels were produced, with three different carbon contents (0.05; 0.10 and 0.14 wt %). Their multi-phase microstructures consisted of austenite  $\gamma$  and  $\varepsilon/\alpha$  thermal martensites. A very poor mechanical response was observed, with fragile and premature fractures occurring during uniaxial tensile tests. It was concluded that a combination of high  $M_s$  temperatures (between 107 and 151 °C) with low  $T_N$  temperatures (between -28 and 9 °C) and reduced stacking fault energies (SFE), caused mainly by silicon addition, lowers the austenite stability and promotes its transformation to very thin  $\varepsilon$ -plates during deformation. These plate intersections difficult the cross-slip of partial dislocations in the retained austenite, causing an increasing in the stress concentration and a fragile behavior during deformation.

In the second stage, a fully austenitic Fe-18Mn-2Si-2Al TRIP steel was casted and tensile tested in a range of deformation rates from  $10^{-4}$  to  $10^1$  s $^{-1}$ . Typical two-stage transformation mechanism  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  was observed for samples tested at quasi-static strain rate. At higher rates, the increase in temperature due to plastic work shifts the stacking fault energy towards a twinning-induced plasticity–SFE-range modifying the mechanical behavior of the alloy. In this context, the alloy maintains its energy absorption

---

capability with a maximum reduction of 3.6 pct according to the  $R_m \times \varepsilon_f$  parameter. Additionally, the influence of the chemical composition on the  $M_s$  and  $T_N$  temperatures was analyzed. In this manner, the Fe-18Mn-2Si-2Al alloy's performance is as expected for a high manganese austenitic steel, being a technological alternative for applications that require impact resistance and high energy absorption capability.

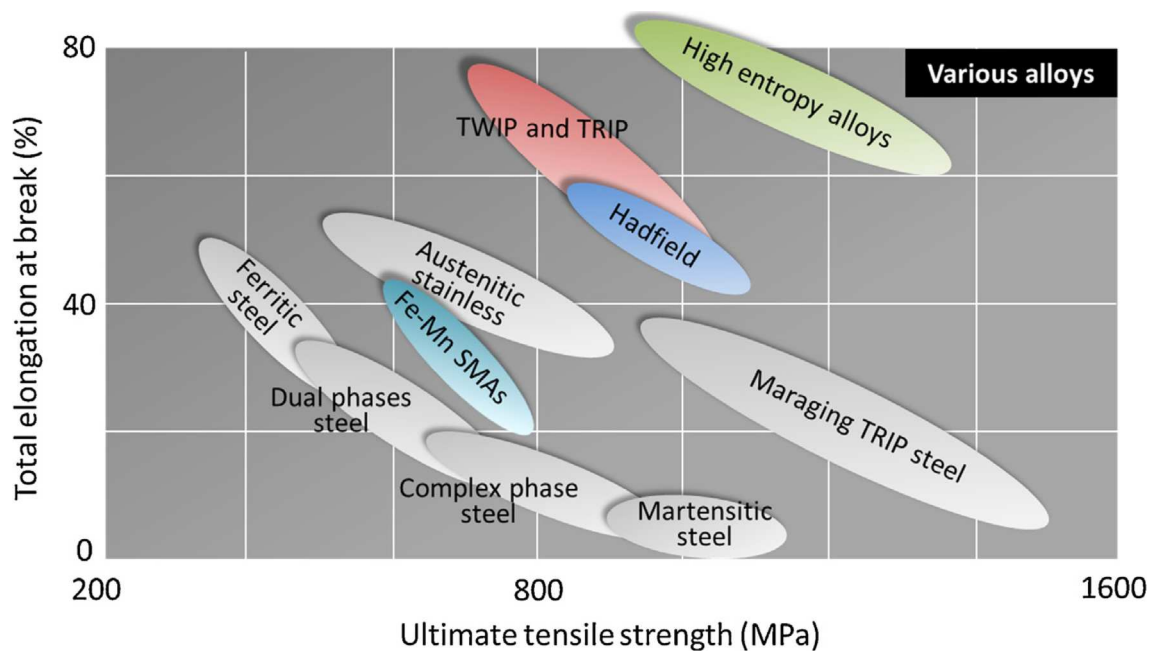
# Capítulo 1

## Introducción

### 1.1. Evolución de los aceros de alto manganeso

Las aleaciones con base Fe-Mn constituyen una familia de materiales de ingeniería con importantes propiedades mecánicas, y por lo tanto, atractivos para diversas aplicaciones industriales de hoy en día. Dentro de esta familia se distinguen distintas clases de materiales en función de sus mecanismos de deformación y sus aplicaciones tecnológicas. Los aceros Hadfield, desarrollados a finales del siglo XIX, exhiben un inusual endurecimiento por deformación al ser sometidos a cargas mecánicas, por lo que sus aplicaciones están principalmente dirigidas a la industria pesada, como equipamiento para minería, orugas, trituradoras y vías de ferrocarril, donde prima la necesidad de alta resistencia mecánica y al desgaste. Un siglo más tarde, fueron desarrollados los **aceros TRIP** (del inglés transformation-induced plasticity, o plasticidad inducida por la transformación) con alto contenido de manganeso (Mn), especialmente utilizados en la industria automotriz, por ejemplo para la fabricación de chasis, debido a su excelente combinación de resistencia, capacidad de absorber energía de impacto y bajo peso específico. Por similares características, los **aceros TWIP** (twinning-induced plasticity, o plasticidad inducida por el maclado), con base Fe-Mn, también son utilizados por la industria automotriz a fin de incrementar la seguridad ante impactos, reduciendo a su vez el consumo de combustible debido al bajo peso específico de estas aleaciones. La resistencia y ductilidad de estas clases de aceros de alto Mn pueden observarse, en comparación con otros aceros estructurales,

en la Fig. 1.1.



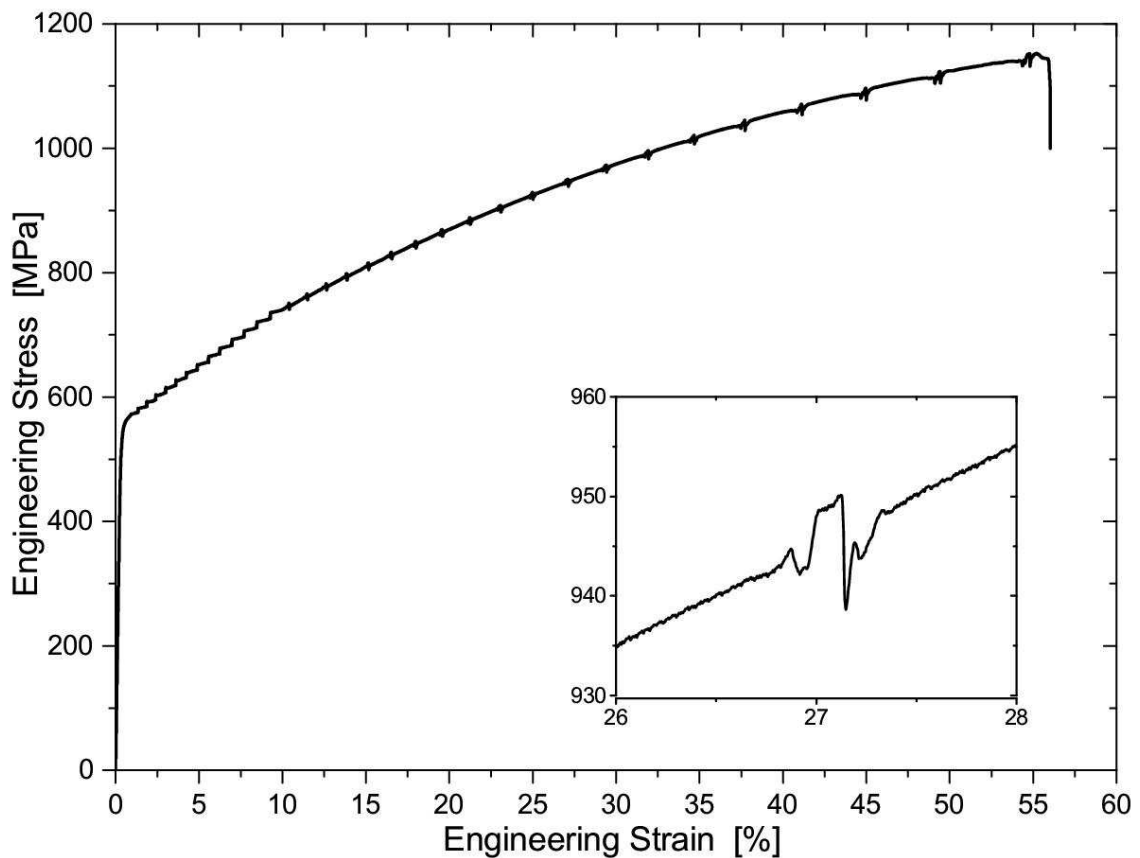
**Figura 1.1:** Gran resistencia mecánica en combinación con alta ductilidad exhibida por los aceros TRIP/TWIP [1].

### 1.1.1. Aceros Hadfield

Desarrollado en 1882 por Sir Robert Hadfield [19], el **acero Hadfield** poseía una microestructura completamente austenítica (FCC), con un contenido en peso de 12% de Mn y 1,2% de C. Este material presenta gran endurecimiento por deformación, atribuido a las interacciones de las dislocaciones en deslizamiento con el carbono intersticial y con los sistemas de maclado, motivo por el cual fueron extensivamente utilizados por la industria [20, 21]. Su marcado endurecimiento también lo convirtió, desde hace años, en un material muy interesante para la investigación, resultando en una gran colección de trabajos que estudian en detalle sus mecanismos de deformación en sistemas mono y policristalinos, la nucleación de maclas, apilamiento y anclaje de dislocaciones, la interacción entre estos defectos, efectos de aleantes, etc. Otras propiedades destacables de estos aceros son: alta resistencia a la tracción y a la compresión, elevada ductilidad y excelente resistencia al desgaste [22].

De acuerdo con Dastur *et al.* [20], el elevado endurecimiento del acero Hadfield se debe

principalmente al rápido anclaje de las dislocaciones durante la deformación plástica en el intervalo de temperatura de  $-25 < T < 225$  °C. El anclaje es producido por la difusión del carbono intersticial en la austenita. Este efecto, denominado *Endurecimiento Dinámico por Deformación* (EDD), es también responsable del régimen de oscilaciones típico en las curvas  $\sigma - \varepsilon$  de estos aceros (ver Figura 1.2). Por otro lado, las maclas que se generan en la deformación reducen el tamaño de grano efectivo, acortando la distancia de deslizamiento de las dislocaciones y produciendo un efecto dinámico de Hall–Petch. Este fenómeno, combinado con el EDD, son los responsables del gran endurecimiento característico del Hadfield.

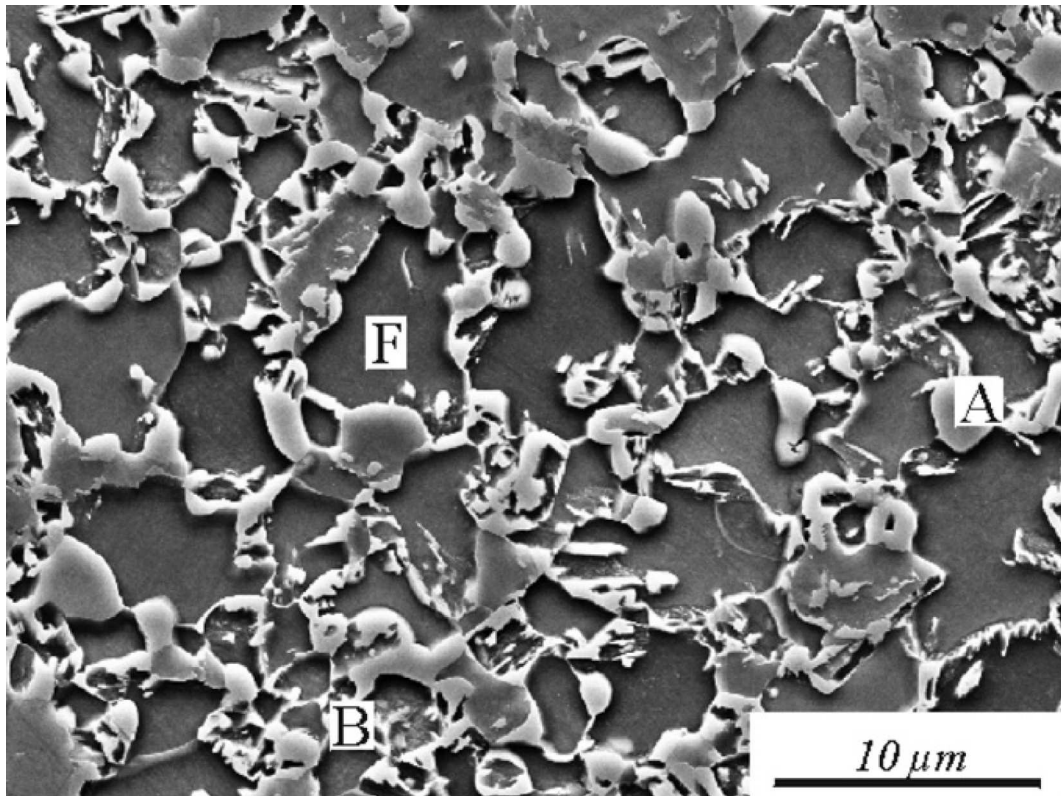


**Figura 1.2:** Curva  $\sigma - \varepsilon$  típica de los aceros Hadfield. En el detalle se puede observar el efecto de oscilaciones causado por la difusión del carbono.

### 1.1.2. Aceros multifásicos asistidos por el efecto TRIP

El sector automotriz, en su búsqueda de nuevos materiales con mejores prestaciones en la relación tensión-deformación, impulsó el desarrollo de nuevas familias de materiales. Con objeto de disminuir el consumo de combustible, por disminución del peso de las carrocerías, y de mejorar la seguridad, al aumentar la capacidad de absorción de energía de impacto, los denominados **aceros multifásicos asistidos por el efecto TRIP** de baja aleación fueron propuestos, a finales de la década de 1990, como solución a estas necesidades por parte de la industria. El nombre de “aceros multifásicos asistidos por el efecto TRIP” deviene de las dos principales características que poseen dichos aceros: su microestructura es multifásica y la ocurrencia del efecto TRIP (es decir, la transformación martensítica de la austenita metaestable, inducida por deformación). Estos aceros presentan una microestructura consistente de una matriz ferrítica y una dispersión de granos de bainita, martensita y austenita metaestable a temperatura ambiente. La Fig. 1.3 presenta una típica micrografía de la microestructura de estas aleaciones.

La transformación martensítica a partir de la activación mecánica, y sus consecuencias en el proceso de deformación, fueron muy estudiadas desde hace varias décadas. Los estudios relativos a las dilataciones y deformaciones por cizallamiento ocasionadas por los cambios en las estructuras cristalinas, la formación de variantes preferenciales de martensitas y los abruptos cambios en las propiedades mecánicas de los cristales, concluyeron que estos fenómenos son los responsables del incremento de la resistencia y la ductilidad, también mejorando la capacidad de endurecimiento por deformación [23, 24, 25]. Típicamente, estos aceros, también denominados **TRIP-aided**, son sometidos a un recocido intercrítico, con un posterior temple a una temperatura en el rango de 350 – 450 °C, con el fin de generar una transformación bainítica isotérmica parcial. Este proceso permite que la austenita retenida se enriquezca en carbono (C), por encima del nivel que poseía durante el recocido intercrítico. De esta forma, la estabilidad de la austenita retenida a temperatura ambiente se incrementa. Con el fin de aumentar este enriquecimiento de C por parte de la austenita, estos aceros TRIP-aided suelen estar aleados con entre 1,5 y 2,5 % de silicio (Si), considerado un inhibidor de la precipitación de la cementita durante la transformación bainítica. Estos aceros también poseen contenidos de C de entre 0,1 y



**Figura 1.3:** Típica micrografía de un TRIP-assisted multiphase steel, que ilustra la dispersión de bainita (B) y austenita retenida (A) en la ferrita (F) [2].

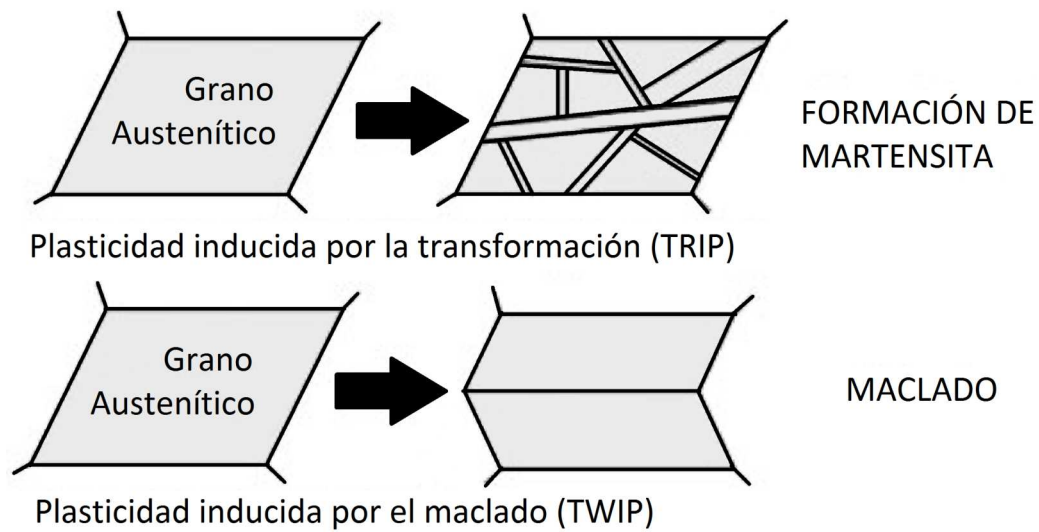
0,4% y de Mn entre 1,5 y 2,5%. Con estas composiciones químicas, y los tratamientos térmicos antes descritos, los contenidos de austenita retenida pueden estar en el orden de 5 a 20% [26, 27, 28]. Por su parte, se ha demostrado que el aluminio (Al) inhibe efectivamente la precipitación de cementita promoviendo también el enriquecimiento en C de la austenita retenida [29]. Esta familia de aceros alcanza deformaciones uniformes,  $A_g$ , de entre 15 a 30% en tracción, sin embargo solo cerca de un 2% es consecuencia de la transformación de la austenita retenida [30]. En este contexto, y a partir los trabajos fundamentales de Grässel y Frommeyer [31, 32], en el último tiempo comenzaron a estudiarse los aceros denominados **TRIP/TWIP con alto contenido de manganeso** (15 a 30%), con el fin de estabilizar la fase austenita e incrementar la energía de falla de apilamiento, o *SFE* según sus siglas en inglés (ver Capítulo 2.2.2), en comparación con los aceros tradicionales TRIP-aided. A su vez, la incorporación de elementos sustitucionales como Si y Al (entre 2 y 4%) produce una reducción en el peso específico de la aleación.

Las prestaciones mecánicas de estas aleaciones, como ser las de la familia Fe-Mn-Si-Al, estudiada en esta Tesis, las han llevado a ocupar un lugar de suma importancia entre los aceros avanzados de alta resistencia (*Advanced High Strength Steels, AHSS*).

### 1.1.3. Aceros TRIP/TWIP de alto manganeso

Los nuevos conceptos de diseño para la construcción de sistemas avanzados de transporte de bajo peso y resistentes a las colisiones requieren el desarrollo de aceros de alta resistencia y ductilidad, en combinación con la capacidad de absorber energía y un reducido peso específico. Otro aspecto necesario en estos materiales es la aptitud para adaptarse a nuevas técnicas de fabricación de piezas semiacabadas, como la denominada *Tailored Blanks* [33], que permiten fabricar piezas con espesores variable mediante embutido. Con el fin de responder a dichos requerimientos fueron desarrollados los aceros TRIP/TWIP de alto Mn, que exhiben una gran resistencia en combinación con una excepcional plasticidad debido a la extensiva formación de maclas en la austenita ( $\gamma \rightarrow \gamma'_T$ ) al ser sometidos a cargas mecánicas (efecto TWIP) o *via* múltiples transformaciones martensíticas  $\gamma_{fcc} \rightarrow \alpha'_{bcc}$  o  $\gamma_{fcc} \rightarrow \varepsilon_{hcp} \rightarrow \alpha'_{bcc}$  (efecto TRIP). En la Figura 1.4 se esquematizan estos efectos sobre el grano austenítico. Las fases constituyentes presentes en estos aceros antes de ser deformados varían según la composición química, resultando en aleaciones con fases  $\gamma + \varepsilon + \alpha'$  hasta aleaciones que solo poseen fase  $\gamma$ . Adicionalmente el reducido peso específico (7,3 g/cm<sup>3</sup>, en comparación con los aceros multifásicos asistidos por el efecto TRIP que rondan los 7,7 g/cm<sup>3</sup>) conlleva a una reducción en el peso total de los vehículos.

Los aceros de esta familia que poseen un mecanismo de deformación gobernado por el efecto TRIP, presentan un pronunciado endurecimiento por deformación, con tensiones de fluencia cercanas a  $R_{p0,2} = 400$  MPa, resistencia últimas a la tracción de  $R_m = 1100$  MPa y elongaciones a rotura de  $A = 55\%$ , aproximadamente. Por su parte, los aceros con efecto TWIP poseen bajas tensiones de fluencia de  $R_{p0,2} = 250$  MPa y moderadas  $R_m$  de 650 MPa. Presentan una extrema elongación a rotura de  $A = 95\%$  y una capacidad específica de absorber energía de más del doble que los aceros de alta resistencia convencionales para embutido profundo [32]. La ocurrencia de cada mecanismo, o la combinación de ambos, depende de la energía de falla de apilamiento (SFE) de la austenita, la microestructura

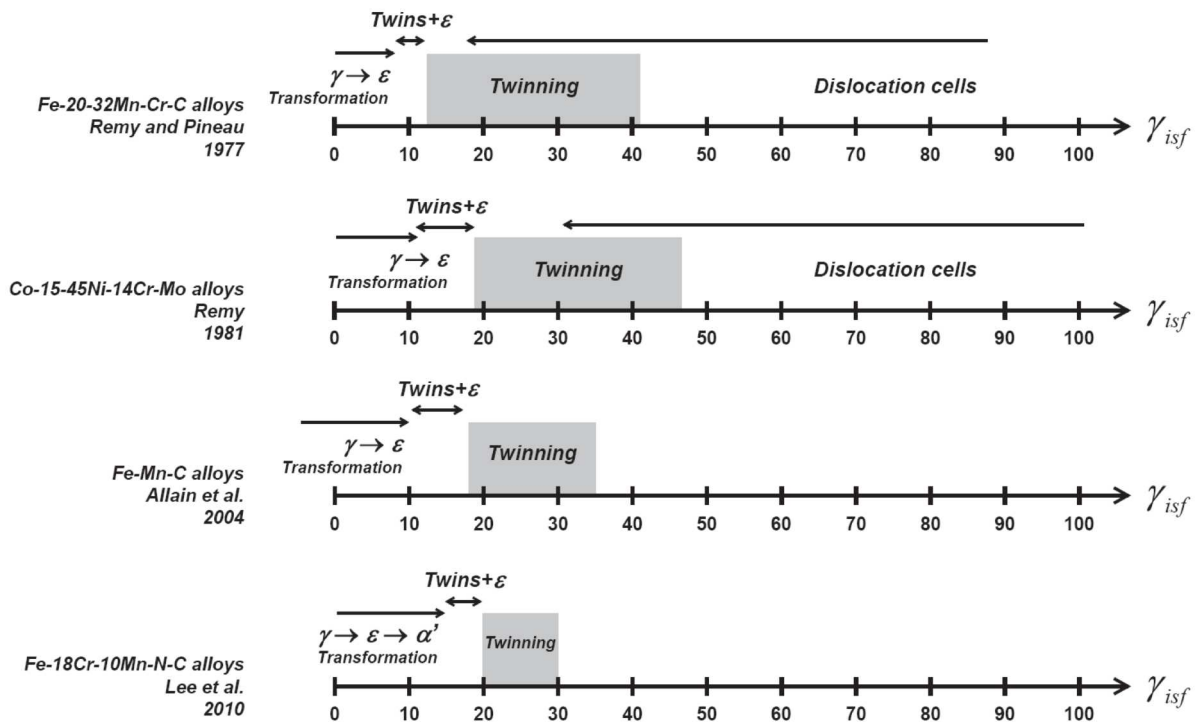


**Figura 1.4:** Mecanismos de plasticidad inducida por deformación: efecto TRIP y TWIP [3].

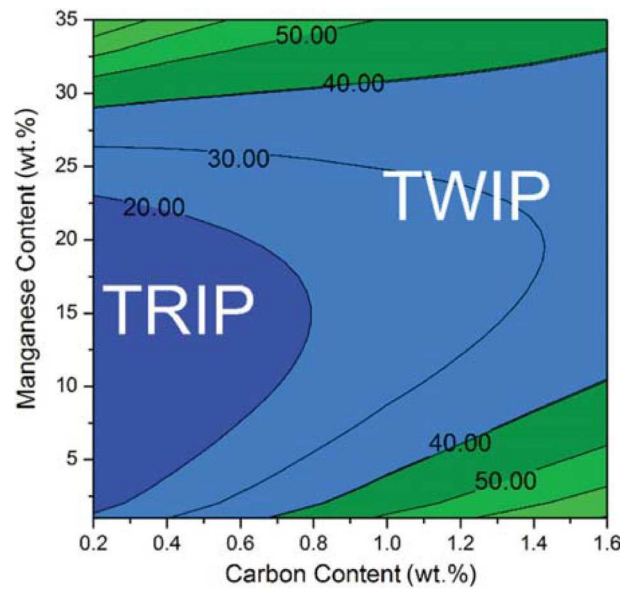
inicial y las condiciones de deformación [34]. El efecto TRIP ocurre cuando la SFE se encuentra por debajo de  $18 \text{ mJ m}^{-2}$ , mientras que el efecto TWIP se desarrolla para valores de SFE entre  $18$  y  $45 \text{ mJ m}^{-2}$ . Ambos efectos coexisten con el deslizamiento de dislocaciones. Para valores de energía de falla de apilamiento superiores a  $45 \text{ mJ m}^{-2}$ , la plasticidad y el endurecimiento están gobernados solamente por el deslizamiento de dislocaciones [15, 35, 36]. En la Fig. 1.5 se observan los resultados obtenidos por diversos autores al calcular empíricamente la energía de falla de apilamiento intrínseca ( $\gamma_{isf}$ ) de la austenita para distintas familias de aleaciones que presentan efecto TRIP/TWIP.

De esta forma, en el diseño de aleaciones puede ajustarse el valor de la SFE variando las proporciones de los elementos químicos que la componen, principalmente Mn, Al y Si. Al aumentar el contenido de Mn (por encima de aproximadamente 15%) se incrementa la SFE de la austenita y la solubilidad del C en la misma, mientras que se reduce drásticamente su temperatura de transformación martensítica  $M_s$ . Adiciones de Si en la composición bajan la SFE, mientras que la adición de Al produce el efecto contrario [16]. El porcentaje de C tiene una gran influencia en el valor de la SFE dependiendo de las concentraciones de otros aleantes, como el Al o el Mn [5]. En la Figura 1.6 se observa la variación de la SFE con el C y el Mn, para un acero Fe-Mn-Al-C, con 1% de Al.

Dado que la temperatura también impacta sobre el valor de la SFE, los mecanismos de



**Figura 1.5:** Rangos de energía de falla de apilamiento intrínseca ( $\gamma_{isf}$ ) para transformación de fases, maclas de deformación y deslizamiento de dislocaciones en aleaciones reportadas en la literatura [4].



**Figura 1.6:** Mapa bidimensional de la SFE (unidad:  $mJm^{-2}$ ) para un sistema de aleaciones Fe-XMn-1Al-XC a 300 K [5].

plasticidad presentes también podrían variar según la temperatura a la que se produzca la deformación. Ejemplo de esto se puede observar en el trabajo de Grässel *et al.* [16], en el que una aleación Fe-20Mn-3Si-3Al sufre una transformación martensítica  $\gamma \rightarrow \alpha'_{bcc}$  cuando es sometida a deformación en tracción entre las temperaturas  $50 < T < 200$  °C, y deforma por deslizamiento, sin transformación de fase ni maclado, entre  $200 < T < 400$  °C.

Un completo entendimiento de los mecanismos de deformación a alta velocidad es fundamental para poder implementar el uso de los aceros TRIP/TWIP en la industria automotriz y para el futuro diseño de nuevas aleaciones TRIP/TWIP. En condiciones de colisión, los componentes de acero de una carrocería están sometidos a un amplio rango de velocidades de deformación, que puede ser simulados con ensayos de tracción uniaxial en el rango de  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $\dot{\epsilon} = 10^3 \text{ s}^{-1}$  [37]. Otros autores investigaron las respuestas mecánicas de tensión y elongación de rotura para diversas composiciones en el sistema Fe-Mn-Si-Al, obteniendo como resultado que, en muchos de los casos, el producto de  $Rm \times A$  crece al aumentar la velocidad de deformación, como consecuencia principalmente de un incremento en la magnitud de la deformación no-uniforme [18, 16, 38]. Aumentos en la velocidad de deformación también conducen a un incremento en tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  y un significativo aumento de la temperatura del material ensayado. La implementación de piezas con geometría compleja y espesores variables para las carrocerías de los automóviles requiere que se estudie también la influencia del espesor en las propiedades mecánicas de los aceros TRIP/TWIP.

## 1.2. Impacto en la industria automotriz

El diseño de los autos modernos pone un creciente énfasis en la idea de que los materiales usados en la construcción de la carrocería deben ser seleccionados de acuerdo a la manera en que pueden contribuir a cumplir objetivos ingenieriles específicos. Ejemplos de estos objetivos pueden ser: bajar el peso del vehículo, aumentar *seguridad pasiva*<sup>1</sup>,

<sup>1</sup>Se entiende por *seguridad pasiva* a los elementos del vehículo que contribuyen a proteger a los ocupantes durante un choque (airbags, cinturones de seguridad, estructura del chasis, etc.). La *seguridad activa* se refiere al conjunto de los elementos tecnológicos que contribuyen a evitar una colisión, mejorando la

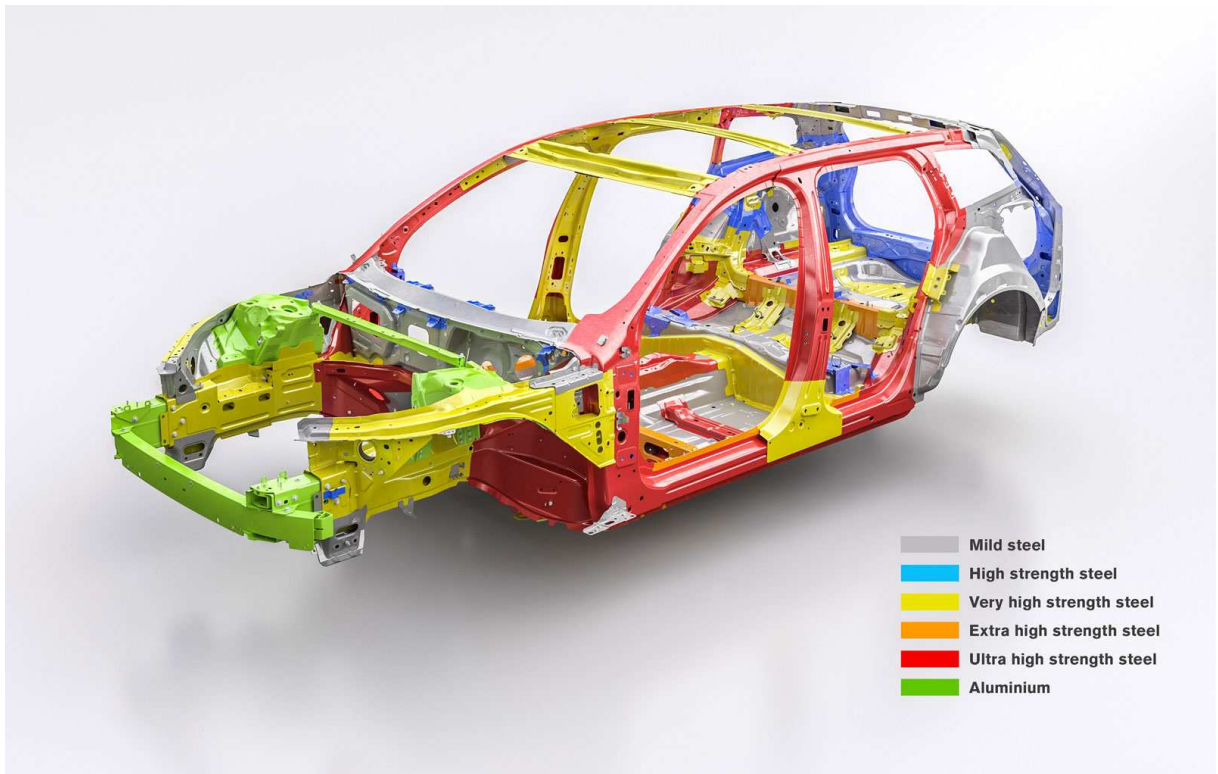
estabilidad, rigidez, confort, acústica, resistencia a la corrosión y capacidad de reciclado.

Al presente, el acero es todavía el material más elegido para las carrocerías, con un 99 % de los autos de pasajeros poseyendo aceros en su constitución, y entre 60-70 % del peso de los mismos correspondiente a partes fabricadas con estas aleaciones [6]. Desde hace tiempo la industria del acero hace esfuerzos sostenidos para innovar y desarrollar aceros avanzados, y para proponer soluciones y métodos originales basados en el acero, en proyectos de cooperación mutua con la industria automotriz, que continuamente se encuentra en la búsqueda y puesta a prueba de nuevos materiales más livianos. Los diseños que los fabricantes de automóviles utilizan para la construcción de las carrocerías de sus vehículos enfatizan, cada vez más intensamente, la seguridad de los pasajeros en caso de eventos de colisión. En consecuencia, la mayoría de los vehículos de pasajeros logran mejorar sus desempeños en los ensayos de colisión estandarizados como los del Programa de Evaluación de Vehículos Nuevos para América Latina y el Caribe (Latin NCAP) [<https://www.latinncap.com/es/>], o su par europeo (Euro NCAP) [<https://www.euroncap.com/en>]. Para esto es esencial un estudio detallado de la optimización en la selección de los materiales para cada parte que conforma el chasis, en función de las solicitaciones particulares a la que estén sometidas. En la Figura 1.7 se muestran las partes que conforman el chasis de un Volvo XC60, considerado por la Euro NCAP como el auto más seguro del mundo en 2017, diferenciados según sus resistencia máximas o familias de materiales. La absorción de energía de alto impacto requerida para choques frontales y traseros, y las propiedades anti-intrusión requeridas para evitar o disminuir los posibles daños a los pasajeros en situaciones como colisiones laterales o vuelcos, son algunos de los factores que influyen en la elección de cada material.

Sin embargo, las crecientes expectativas en conceptos de seguridad por parte de los consumidores resultaron en un incremento sistemático del peso total de los vehículos (ver Figura 1.8). Este aumento del peso está directamente ligado 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 a aumentos de hasta 25 % en términos

---

eficacia y la estabilidad del vehículo (sistema de frenos, sistema de dirección, neumáticos, etc.).



**Figura 1.7:** Estructura del chasis de un Volvo XC60. [[www.media.volvocars.com](http://www.media.volvocars.com)]

absolutos [6].

El problema del incremento en el peso de los vehículos es hoy en día un factor muy tenido en cuenta en los nuevos diseños de chasis, especialmente porque está directamente relacionado con las emisiones de gases de efecto invernadero ( $\text{CO}_2$ ) y la preservación del medio ambiente. Reducciones en el peso implican una mejora en el rendimiento de los combustibles y, consecuentemente, una disminución en las emisiones de  $\text{CO}_2$  a la atmósfera. La Fig. 1.9 compara las emisiones equivalentes de  $\text{CO}_2$  en gramos por kilómetro (ajustado a los estándares de la *New European Driving Cycle, NEDC*).

Los actuales reportes sobre disminución de peso al utilizar aceros AHSS son difíciles de analizar dado que, en general, cada uno de estos nuevos materiales se utilizan para partes específicas y no para toda la carrocería. Sin embargo, la incorporación de los aceros TRIP tradicionales en la fabricación de autos ha reportado reducciones de hasta 25% a 35% en peso, similares reducciones de hasta 25% se reportaron con la utilización de aceros inoxidables [6]. En esta misma línea de pensamiento, la utilización de los aceros

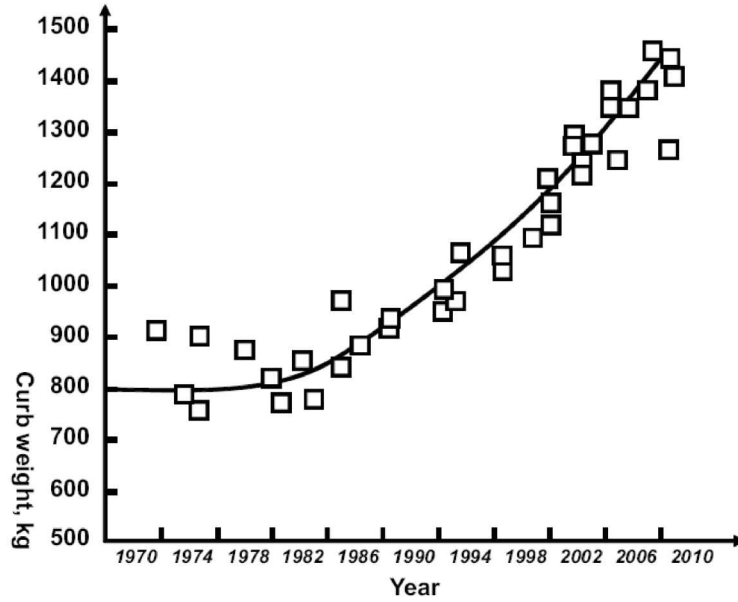


Figura 1.8: Aumento del peso de vehículos medianos de pasajeros en la Unión Europea. El peso se incrementó cerca de un 90 % en el período entre 1970-2010 [6].

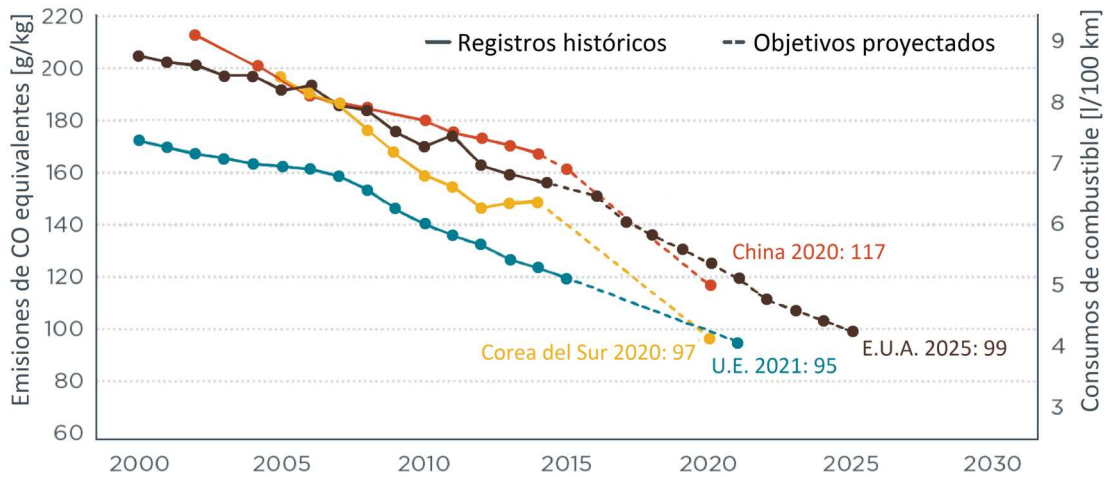


Figura 1.9: Emisiones equivalentes históricas de CO<sub>2</sub> (Normalizado según NEDC) y los actuales estándares proyectados para autos de pasajeros. [“Light-duty vehicle greenhouse gas and fuel economy standards - ICCT 2017”]

TRIP/TWIP de alto manganeso, podría resultar en aún mayores reducciones de peso en los vehículos, si se tienen en cuenta las excelentes propiedades de estos materiales, anteriormente mencionadas.

### 1.3. Objetivos de la Tesis

En el marco desarrollado en la Sección 1.2 resulta de fundamental importancia dirigir los esfuerzos globales de investigación hacia el desarrollo y estudio de nuevas aleaciones que permitan reducir el peso de los vehículos, consecuentemente aumentando su rendimiento y reduciendo las emisiones de CO<sub>2</sub>, pero procurando siempre mejorar, o al menos mantener las prestaciones referidas a seguridad y confort. Los aceros TRIP/TWIP con alto contenido de Mn, cuyos aspectos fundamentales fueron presentados en las secciones previas, se proponen mundialmente como una de las soluciones a dicha problemática. El presente trabajo de investigación tiene como objetivo principal el desarrollo de aceros austeníticos con alto contenido de Mn que presenten el efecto TRIP (transformation induced plasticity) /TWIP (twinning induced plasticity), que ofrezcan: una alta resistencia para ser utilizados como refuerzos estructurales, una superior ductilidad para facilitar los procesos de conformado y una excelente capacidad de absorción de energía para mitigar los efectos del impacto en caso de colisiones, convirtiéndolos en materiales de gran interés automotriz. La Tesis fue enfocada en una serie de tópicos esenciales para el desarrollo de la aleación, que abarcan el proceso de elaboración, la caracterización estructural y evolución microestructural frente a distintas condiciones de ensayos mecánicos, estableciendo la correlación entre las propiedades mecánicas con los mecanismos de deformación activos en cada caso. En consecuencia se trabajó en función de las siguientes metas:

- Dominar el proceso de aleado, con materia prima de calidad comercial, mediante hornos de inducción, en atmósfera controlada y al aire, y coladas en moldes metálicos para obtener lingotes.
- Controlar el proceso termomecánico que permita, combinando etapas de solubilizado, laminado y recocido, obtener aleaciones de base Fe-Mn con microestructura austenítica. El proceso se llevará a cabo sin perder de vista un posible uso tecnológico

y/o producción a escala industrial, por lo cual se buscará minimizar las temperaturas de los tratamientos térmicos, su duración y la cantidad de los mismos.

- Verificar experimentalmente el rol de elementos de adición como el Si y Al en el control de la energía de falla de apilamiento y en la estabilidad de la fase FCC, y sus consecuentes efectos en las propiedades mecánicas.
- Explorar la sensibilidad de las propiedades mecánicas a la velocidad de deformación, relacionándolas con los mecanismo de deformación activos en cada caso.

Esta serie de objetivos se enmarcan en los antecedentes del Instituto de Física Rosario para la producción y desarrollo de aleaciones con memoria de forma en los sistemas Fe-Mn-Si y Fe-Mn-Si-Ni-Cr. Esta Tesis sienta precedentes sobre procedimientos de fundición en horno de inducción bajo atmósfera protectora de argón, y colada en moldes de arena, para producir aleaciones en condiciones reproducibles a nivel industrial, con materia prima de calidad comercial. Busca, también, aportar nuevos conocimientos respecto al desarrollo y obtención de aleaciones en la ciudad de Rosario y la región.

## 1.4. Trabajos realizados en el marco de la Tesis

### 1.4.1. Artículos en revistas

1. **Raposo, M.**, M. Martín, et al. (2019). “*Effects of Strain Rate on the TRIP–TWIP Transition of an Austenitic Fe-18Mn-2Si-2Al Steel*”. Metall. Mater. Trans. A. 50: 4058. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05331-9>.
2. Martín, M., **Raposo, M.**, Prat, O. et al. (2017). “*Pearlite Development in Commercial Hadfield Steel by Means of Isothermal Reactions*”. Metallogr. Microstruct. Anal. 6: 591. <https://doi.org/10.1007/s13632-017-0391-4>
3. Martín, M., **M. Raposo**, A. Druker, et al. (2016). “*Influence of Pearlite Formation on the Ductility Response of Commercial Hadfield Steel*”. Metallogr. Microstruct. Anal. 5: 505. <https://doi.org/10.1007/s13632-016-0316-7>

### 1.4.2. Comunicaciones en eventos científicos

1. Martín, M., **M. Raposo**, and J. Malarría (2019). “*Effect of aluminium addition on the development of high manganese TRIP steels*”. 4th International Conference on Medium and High Manganese Steel. Aachen, Germany.
2. C. Jimenez, M. Martín, **M. Raposo** (2018). “*Effects of strain rate on tensile properties of an austenitic Fe-18Mn-2Si-2Al TRIP steel studied by electron backscattered diffraction (EBSD) and X-ray diffraction (XRD)*”. Conferencia: Materials Science and Engineering. Darmstadt, Germany.
3. M. Martín; **M. Raposo**, and J. Malarría. (2018) “*Desarrollo de aleaciones de interés automotriz en el sistema Fe-Mn-Si-Al*”, Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 18vo SAM-CONAMET, San Carlos de Bariloche, Argentina.
4. **Raposo, M**; Martín, M; Giordana, M. F.; Malarría, J. (2016) “*Pérdida de ductilidad en acero comercial tipo Hadfield por formación de perlita*” - Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 16to SAM CONAMET, Córdoba, Argentina.
5. **M. Raposo**, A. V. Druker, and J. Malarría (2014). “*Heat loss in ferrous sheets during hot-rolling*”. 14to Congreso Internacional en Cs. y Tecnología de Metalurgia y Materiales. Santa Fe, Argentina.



## Capítulo 2

# Marco teórico/Antecedentes bibliográficos

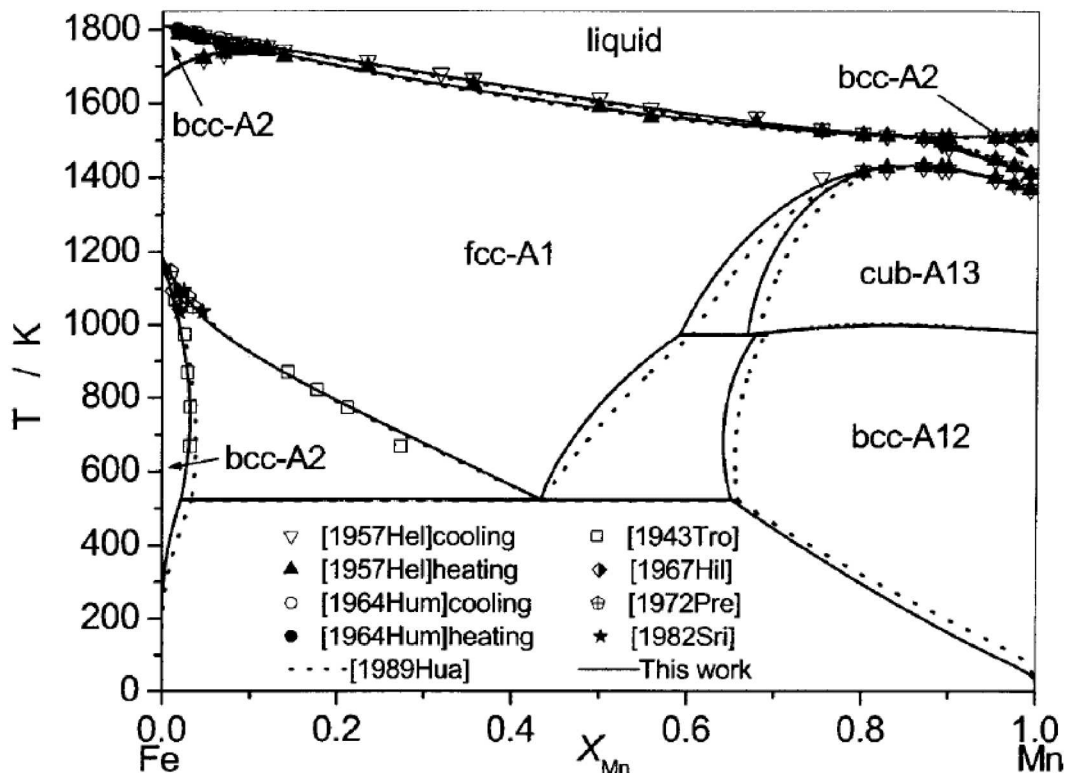
En este capítulo se presenta una recopilación de antecedentes y consideraciones teóricas que servirán de soporte conceptual para el desarrollo de la Tesis. En estos se sustentan los análisis experimentales y el planteo de hipótesis, permitiendo la interpretación de los resultados y la formulación de conclusiones.

### 2.1. Equilibrio termodinámico en aleaciones Fe-Mn-x (x: C, Si, Al)

Para el desarrollo de nuevas aleaciones es fundamental establecer una base de datos termodinámica, que permitan predecir y comprender el comportamiento macroscópico de las mismas. Sin embargo, establecer la termodinámica de un sistema metálico multicomponente requiere de una gran cantidad de información experimental, especialmente si las fases de interés no son estables en los intervalos de composición química o temperatura que se alcanzan con los experimentos actuales.

### 2.1.1. Diagramas y estabilidad de fases en el sistema Fe-Mn

En el sistema binario Fe-Mn, la fase estable a temperatura ambiente es bcc, mientras que la fcc es estable a altas temperaturas, tal como indica la Figura 2.1, que muestra el diagrama de equilibrio Fe-Mn, recientemente revisado por Witusiewicz *et al.* [7].



**Figura 2.1:** Diagrama de fases estables del sistema binario Fe-Mn. El contenido de Mn está expresado en fracción molar [7].

Sin embargo, el diagrama metaestable Fe-Mn (Figura 2.2) revela mucha más información, necesaria para comprender las microestructuras observadas en condiciones de enfriamiento rápido desde altas temperaturas (Figura 2.3). La transformación martensítica comienza a la temperatura  $M_s$  (*martensite start*) durante el enfriamiento desde alta temperatura, mientras que durante el calentamiento la fase FCC comienza a formarse a la temperatura  $A_s$  (*austenite start*). Pequeñas adiciones de Mn al hierro (Fe) puro resultan en un pronunciado efecto de endurecimiento debido a la aparición de martensita  $\alpha'_{bcc}$ , que aparece en coexistencia con ferrita  $\alpha_{bcc}$ , a temperatura ambiente. A mayores contenidos de Mn se da la formación martensita  $\varepsilon_{hcp}$ . Ambas martensitas también puede ser inducidas

tanto por tensión o deformación, de la fase austenítica  $\gamma_{fcc}$  retenida. La estabilización completa de la austenita a temperatura ambiente en el sistema binario Fe-Mn requiere contenidos de Mn mayores a 27%.

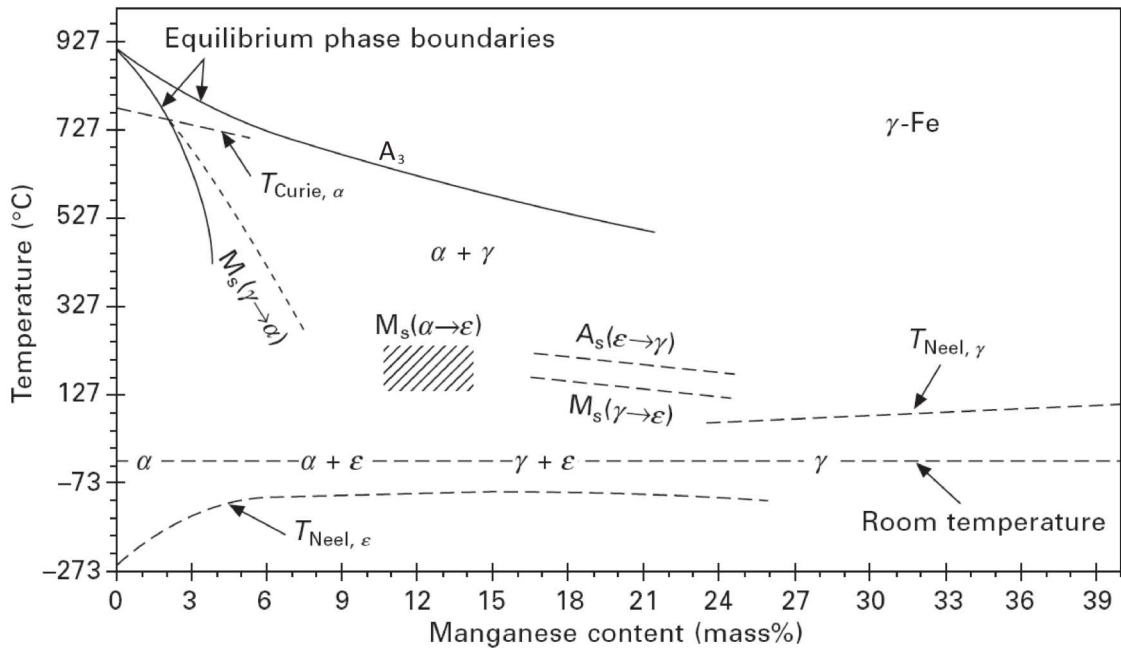


Figura 2.2: Diagrama de fases metaestables para el sistema Fe-Mn [8].

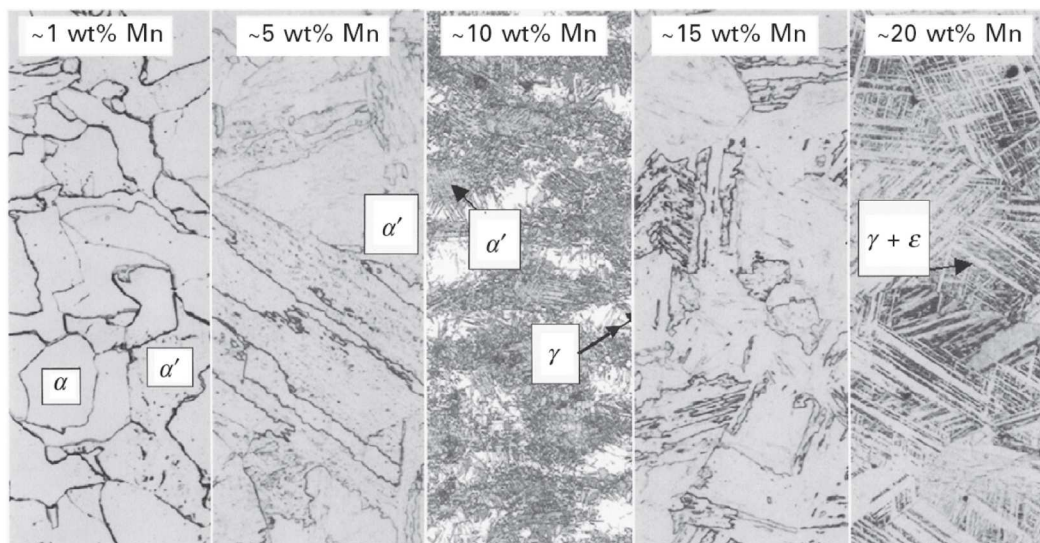


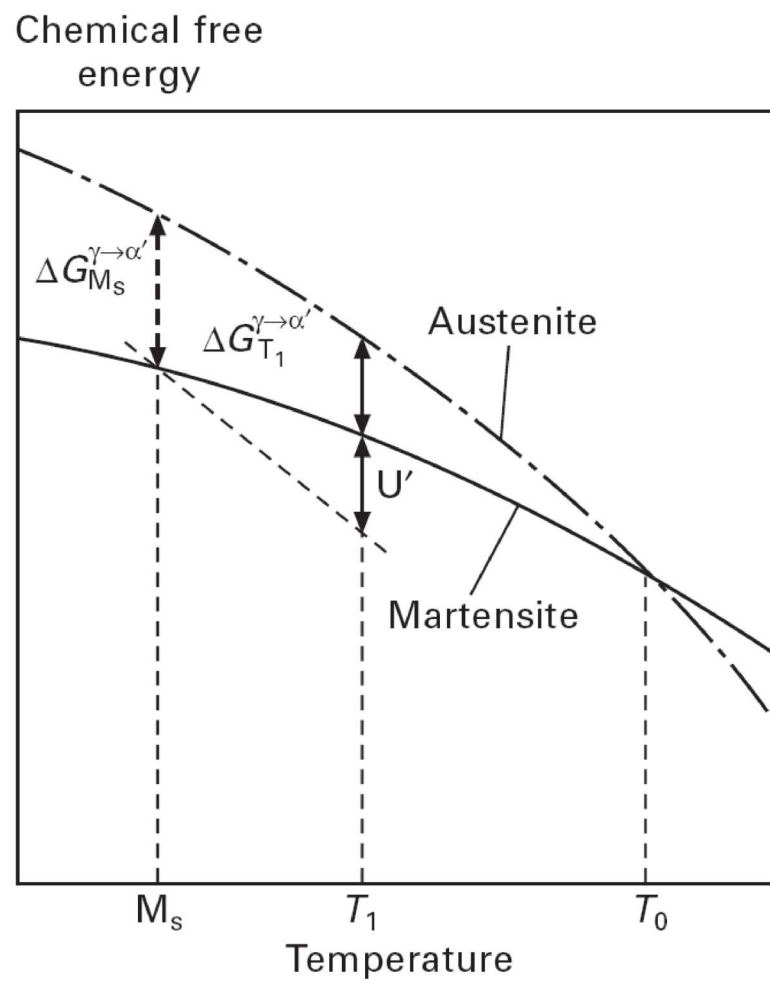
Figura 2.3: Microestructuras para aleaciones Fe-Mn [8].

A fin de obtener una fase austenítica estable a temperatura ambiente con contenidos

menores al 25 % de Mn, la formación de las martensitas  $\alpha'$  y  $\varepsilon$  debe ser suprimida. Los elementos de adición, tales como C, Si y Al, juegan un papel fundamental en la estabilización de la austenita y el control del valor de la SFE (el análisis detallado del rol de cada elemento se presenta en la Sección 2.4.1). Con contenidos de manganeso cercanos al 15 % es posible encontrar a temperatura ambiente las tres fases ( $\alpha'$ ,  $\varepsilon$  y  $\gamma$ ) en coexistencia [39].

### 2.1.2. Transformación martensítica inducida mecánicamente

Para que una transformación de fase se produzca en forma espontánea, ésta debe estar acompañada por una disminución del valor de la función termodinámica de energía libre de Gibbs del sistema. En la Figura 2.4 se muestra un esquema de la evolución de la energía libre de una austenita  $\gamma$  y una martensita  $\alpha'$ , para un caso genérico, en función de la temperatura. A temperaturas menores que  $T_0$  (a la que las energías libres de ambas fases son idénticas), la transformación de la austenita a martensita es acompañada por un descenso en la energía libre del sistema. Sin embargo, la austenita no se descompondrá en martensita a menos que una determinada energía de activación (barrera de activación) se encuentre disponible. Como consecuencia, la transformación martensítica de la austenita solo se produce a la temperatura  $M_s$ , que se encuentra un  $\Delta T$  por debajo de  $T_0$ . Como se observa en la Fig. 2.4, una fuerza impulsora de  $\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$  es necesaria para activar la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha'$  en  $M_s$ . Esto significa que, en ausencia de otra transformación de fase competente, la austenita enfriada a temperaturas en el rango entre  $M_s$  a  $T_0$  se encontrará en un *estado metaestable*. No obstante, dado que la transformación martensítica ocurre mediante un movimiento de corte cooperativo de átomos, podría pensarse que el estado mecánico de la microestructura tiene una influencia en la activación de la transformación. La fuerza motriz  $\Delta G_{T_1}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$  a temperatura  $T_1$ , como indica la figura 2.4, es insuficiente para activar la transformación, pero puede ser complementada por una fuerza motriz,  $U'$ , de origen mecánico a partir de una tensión externa aplicada, con el fin de alcanzar el valor crítico de fuerza motriz necesario  $\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ . Consecuentemente, la transformación martensítica puede ser mecánicamente inducida cuando un trabajo mecánico externo suplementa la insuficiente fuerza motriz de origen químico para activar la transformación [40, 41].



**Figura 2.4:** Esquema de la evolución de la energía libre en función de la temperatura, para las fases  $\gamma$  y  $\alpha'$  [9].

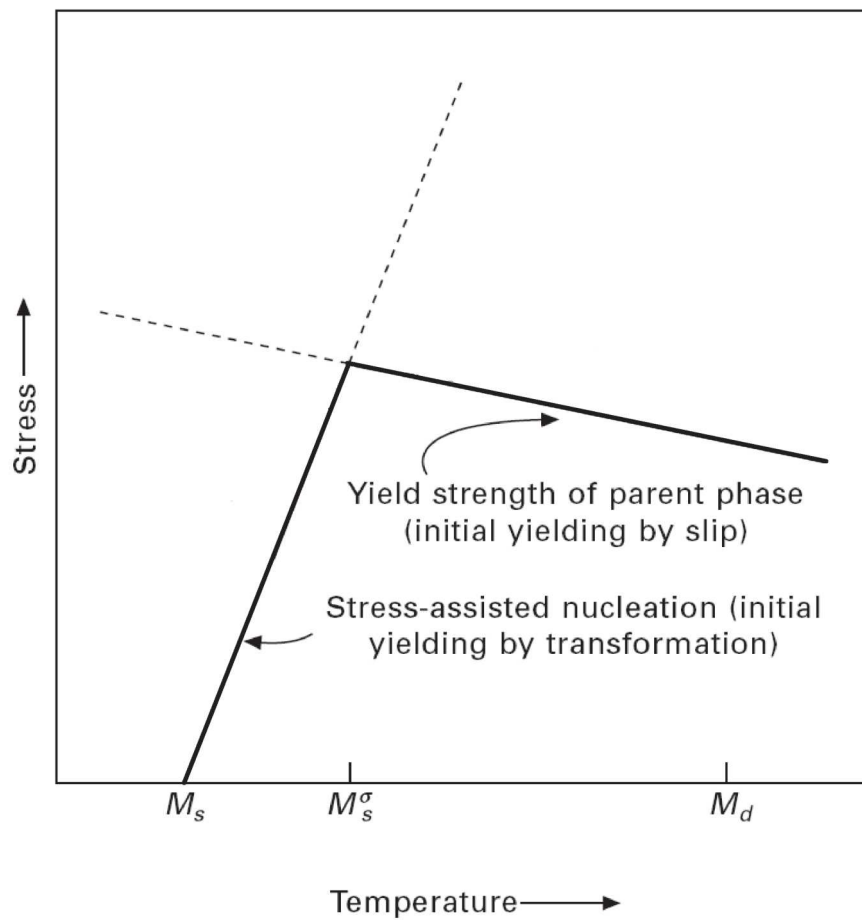
La aplicación de un esfuerzo mecánico  $U'$  puede asistir a superar la barrera de activación de los mismos sitios de nucleación responsables de la transformación martensítica durante el enfriamiento; el efecto termodinámico de la tensión aplicada puede obtenerse para cualquier estado de tensión según la Ecuación 2.1 obtenida por Patel [24]:

$$U' = \Delta g^\sigma = \tau \gamma_T + \sigma_n \varepsilon_n \quad (2.1)$$

donde  $\tau$  y  $\sigma_n$  son las tensiones de corte y normal, en los planos de cizallamiento de la transformación ( $\gamma_T$ ) y sus direcciones normales ( $\varepsilon_n$ ). Sin embargo, si la tensión aplicada supera la tensión de fluencia de la fase madre, la nucleación inducida por la deformación podría ocurrir en nuevos sitios de nucleación, generados por la deformación plástica. Bajo estas circunstancias ha sido posible la observación detallada de los nuevos sitios de nucleación, que consisten principalmente en intersecciones entre bandas de deformación, o entre bandas de deformación con bordes de grano [42, 43]. Las bandas de deformación puede estar constituidas por maclas, martensita hexagonal compacta ( $\varepsilon_{hcp}$ ), conjuntos de fallas de apilamientos, o bandas de deslizamiento. Estos nuevos potenciales puntos de nucleación, en comparación con los existentes en la fase madre recocida, permiten que la nucleación inducida por deformación ocurra con menor fuerza motriz.

Los regímenes de temperatura en que la transformación se inicia, tanto asistida por tensión como inducida por deformación, son representados por el diagrama tensión-temperatura de la Figura 2.5, para un estado de tensión particular.

La transformación espontánea desencadenada por los sitios de nucleación existentes en el enfriamiento ocurren a la temperatura  $M_s$ . La nucleación asistida por la tensión, en esos mismos sitios, ocurrirá con valores de tensiones representados por la primer línea sólida que aparece al aumentar la temperatura. A la temperatura denominada  $M_s^\sigma$ , el valor de la tensión aplicada alcanza el valor de la tensión de fluencia  $\sigma_y$ , correspondiente al deslizamiento de dislocaciones en la fase madre. A temperaturas por encima de  $M_s^\sigma$ , los nuevos sitios de nucleación potenciales generados por la deformación plástica, permiten la activación de la transformación martensítica a tensiones representadas también por la línea sólida. La temperatura  $M_s^\sigma$  representa entonces el límite entre los dos posibles modos de nucleación dominantes; cerca de ésta temperatura, operarán ambos modos. Es



**Figura 2.5:** Representación esquemática de la interrelación entre la transformación martensítica asistida por tensión y la inducida por deformación [10].

entonces que  $M_s^\sigma$  puede determinarse en el punto a partir del cual la tensión de fluencia se vuelve inversamente dependiente de la temperatura. Por encima de la denominada temperatura  $M_d$  no existirá transformación alguna, en la deformación hasta la rotura. Para el caso de los aceros TRIP/TWIP de alto Mn, las deformaciones ocurridas apenas por encima de la temperatura  $M_s^\sigma$  favorecen el maclado, mientras que a mayores temperaturas comienza a verse favorecido el deslizamiento de dislocaciones, como mecanismo de deformación predominante [15]. Las consecuencias de la transformación martensítica activada mecánicamente en el proceso de deformación se explican en la Sección 2.2.

## 2.2. Mecanismos de deformación de los aceros austeníticos Fe-Mn-x

En la deformación elástica, un cuerpo recupera su forma original cuando la tensión es removida, siguiendo una relación entre la tensión y la deformación gobernada por la ley de Hooke. Ninguna deformación plástica ocurrirá hasta que la tensión alcance la tensión de fluencia  $\sigma_y$ . Una vez superada, comienza el denominado período plástico, en donde ciertos materiales dúctiles pueden alcanzar grandes deformaciones bajo continuo aumento de la tensión. Los mecanismos de deformación de los metales con estructuras FCC son generalmente ligados al deslizamiento de las dislocaciones. Adicionalmente, para aleaciones austeníticas de la familia Fe-Mn, existen otros posibles mecanismos que compiten con la deformación por deslizamiento de dislocaciones. Estos son: maclaje mecánico (TWIP) y las transformaciones a las martensitas  $\alpha'_{bcc}$  y  $\epsilon_{hcp}$  atómicas (TRIP).

### 2.2.1. Deslizamiento de dislocaciones

En las deformaciones de estructuras FCC, la mitad superior de un cristal se mueve sobre la mitad inferior, no en forma simultánea sino paso a paso, gracias al deslizamiento de las dislocaciones, tal como se esquematiza en la Figura 2.6. Estos deslizamientos pueden darse a lo largo de algunos de los 12 posibles sistemas de deslizamiento de la red (Figura 2.7), de forma que los desplazamientos correspondan a un número entero de veces el tamaño del parámetro de red, asegurando así continuidad y coherencia en la red cristalina.

Los planos y direcciones que forman los sistemas de deslizamiento en los metales FCC son compactos, a diferencia de otras estructuras como la BCC, en la que los planos compactos no existen.

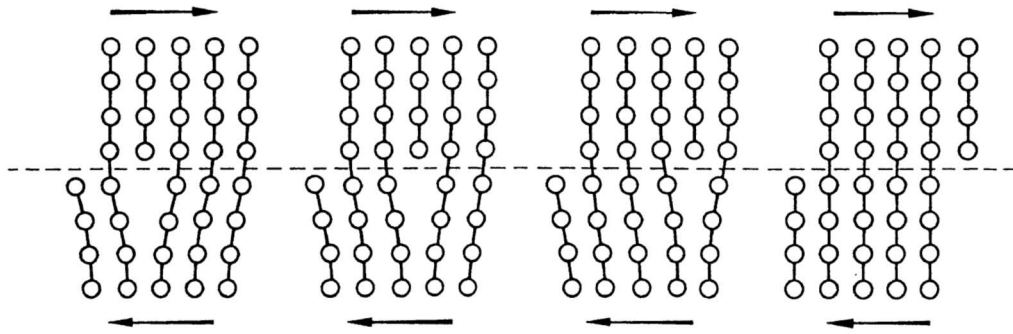


Figura 2.6: Esquema de un deslizamiento por movimiento de dislocación de borde.

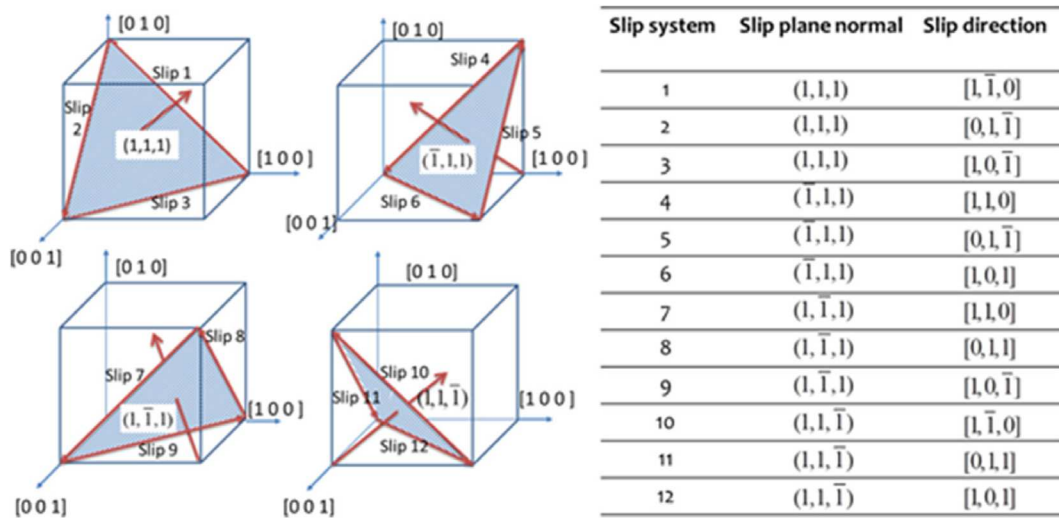


Figura 2.7: Sistemas de deslizamientos posibles (planos y direcciones) para estructuras FCC [11].

Las fuerzas externas originan campos de tensión en los cristales, y si estas tensiones superan una cierta magnitud de activación, las dislocaciones comienzan a moverse. El sistema de deslizamiento en el que primero se supere la tensión de corte crítica, será en el que primero se active el movimiento de dislocaciones. Las fuerzas externas también posibilitan la multiplicación de las dislocaciones, dentro de los granos a través diversos mecanismos como fuentes de Frank-Read, o en los bordes de grano. Estas fuentes producen nuevas dislocaciones, que al deslizarse encuentran obstáculos (como precipitados,

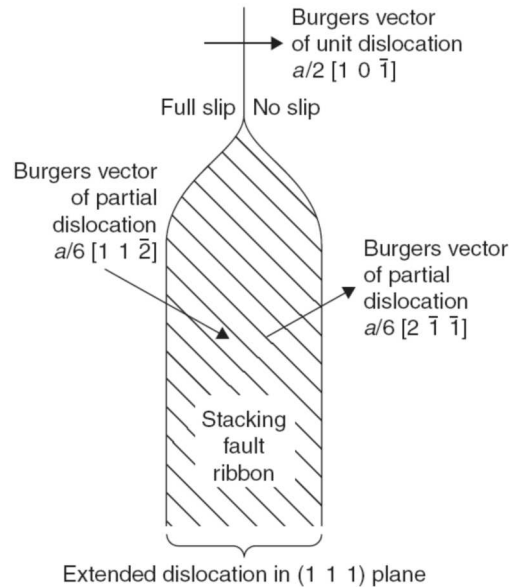
dislocaciones estacionarias o bordes de grano) que bloquean su movimiento, provocando un apilamiento de las mismas. Finalmente, la fuente cesa su función cuando la tensión de corte efectiva resultante de la tensión aplicada en el material se ve compensada por el campo de tensiones que se genera en la red debido al apilamiento de dislocaciones. El incremento de la densidad de dislocaciones provoca un endurecimiento por deformación, en el que la tensión de fluencia  $\sigma_y$  aumenta, al aumentar la deformación. Este mecanismo domina, en conjunto con mecanismos subsidiarios como el maclado, la deformación en aceros austeníticos, como por ejemplo los inoxidables 316L y 316LN [44, 45].

### 2.2.2. Disociación de dislocaciones y energía de falla de apilamiento

Las dislocaciones perfectas en una estructura FCC poseen un vector de Burgers del tipo  $a/2[110]$  donde  $a$  es el parámetro de red de la austenita y deslizan en planos compactos del tipo  $\{111\}$ . A fin de minimizar su energía, estas dislocaciones perfectas son susceptibles a disociarse en dos dislocaciones parciales de Shockley, con vectores de Burgers  $a/6[011]$  y planos de deslizamientos  $(\bar{1}\bar{1}1)$ . Las dislocaciones se disocian según la relación siguiente:

$$\frac{1}{2}[10\bar{1}]_{(\bar{1}\bar{1}1)} \rightarrow \frac{1}{6}[11\bar{2}]_{(\bar{1}\bar{1}1)} + \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]_{(\bar{1}\bar{1}1)} \quad (2.2)$$

Esta descomposición es favorable desde el punto de vista energético, según el criterio de Frank, y explica la fuerza de repulsión elástica entre ambas dislocaciones parciales. Al no poseer, éstas, vectores de Burgers correspondientes a la red FCC, la región entre medio de ambas constituye un defecto plano en el cristal, denominado *falla de apilamiento*. Tras la creación de este defecto, se genera una fuerza de repulsión entre ambas parciales, la denominada *energía de falla de apilamiento* (SFE), que se mide en energía por unidad de área de defecto [ $mJ m^{-2}$ ] [46]. La fuerza elástica de repulsión entre las dos parciales varía como la inversa de la distancia que las separa. Existe, entonces, una distancia de equilibrio, llamada *distancia de disociación*, a la que la fuerza de repulsión elástica es compensada por la fuerza de recuperación debida a la falla. En la Figura 2.8 se esquematiza una dislocación disociada, y la falla de apilamiento asociada.



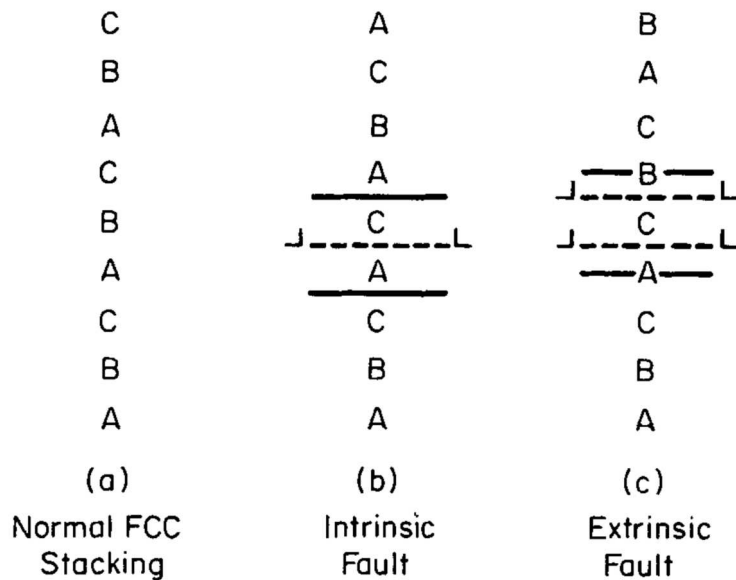
**Figura 2.8:** Representación esquemática de la disociación de una dislocación de borde en dos parciales, bordeando una falla de apilamiento [12].

La naturaleza de una falla de apilamiento depende del número de planos atómicos desplazados en la formación de las dislocaciones parciales. Las fallas denominadas *intrínsecas* no desplazan más que un solo plano atómico, mientras que las *extrínsecas* desplazan dos planos. En las redes FCC, la estructura antes de la deformación puede interpretarse como tres familias de planos compactos, apilados en posiciones A, B y C (secuencia ABCABC...). Las dislocaciones intrínsecas y extrínsecas modifican esa secuencia según se observa en la Figura 2.9.

La estabilidad de la disociación de dislocaciones perfectas en parciales, asociadas a la SFE, es la causa de la existencia de los diferentes mecanismos de deformación en las aleaciones Fe-Mn-X.

### 2.2.3. Maclaje mecánico (Efecto TWIP)

El maclaje 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 [47]. Este mecanismo juega un papel menor en los materiales dúctiles, pero resulta indispensable en los materiales cuyo número de sistemas de

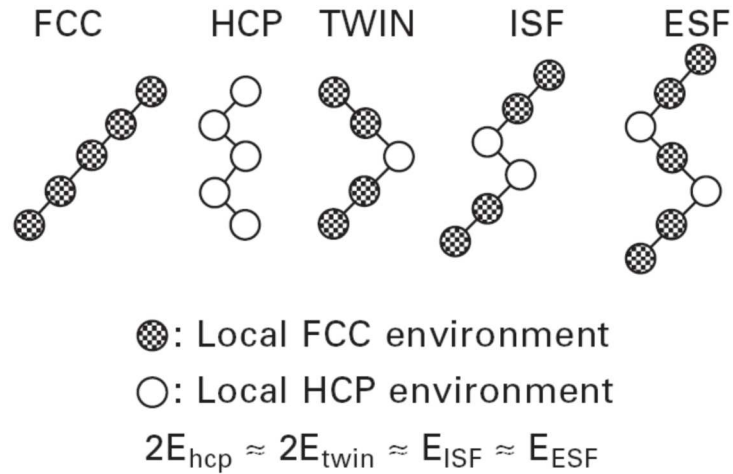


**Figura 2.9:** Secuencia de planos compactos para los casos de fallas de apilamiento intrínsecas y extrínsecas en redes FCC [13].

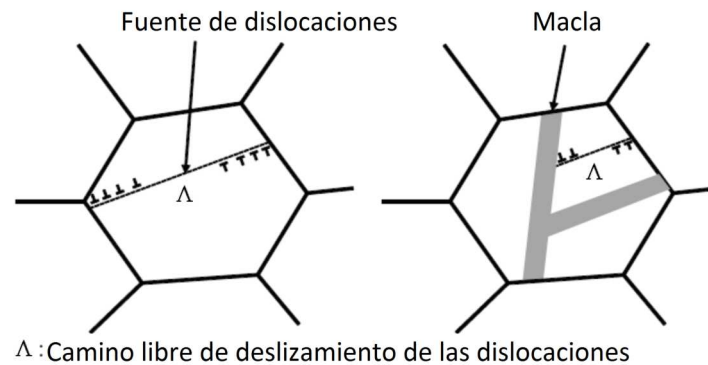
deslizamiento sea limitado. Sin embargo también juega un papel importante en materiales que posean estructuras FCC, con alta simetría, como los aceros Hadfield (Cap. 1.1.1) o los aceros inoxidable austeníticos. Un detallado análisis sobre la teoría cristalográfica del maclado para distintas estructuras cristalinas puede encontrarse en un trabajo de Christian y Mahajan [47], que debido a los objetivos de esta Tesis, no será incluido en este capítulo.

La Fig. 2.10 compara las estructuras y energías de los posibles defectos planares en estructuras FCC. Similarmente al proceso de 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 esquemática en la Figura 2.11, reduce el camino libre medio que las dislocaciones pueden recorrer, a medida que el tamaño de grano decrece. La nucleación de maclas en el proceso de TWIP no es un proceso homogéneo, sino que está relacionado con la actividad previa de las dislocaciones. Las maclas se crean cuando, a partir de la generación de dislocaciones e interacción entre ellas mismas en distintos planos de deslizamientos, se generan configuración específicas, resultando en fallas de apilamiento en múltiples planos que actúan como núcleos.

El efecto del proceso de maclado es doble: por un lado el deslizamiento de los planos cristalinos contribuye a la deformación, y por el otro, los bordes de maclas, que actúan como obstáculos para el movimiento de dislocaciones, reducen el camino libre medio de las mismas [48].



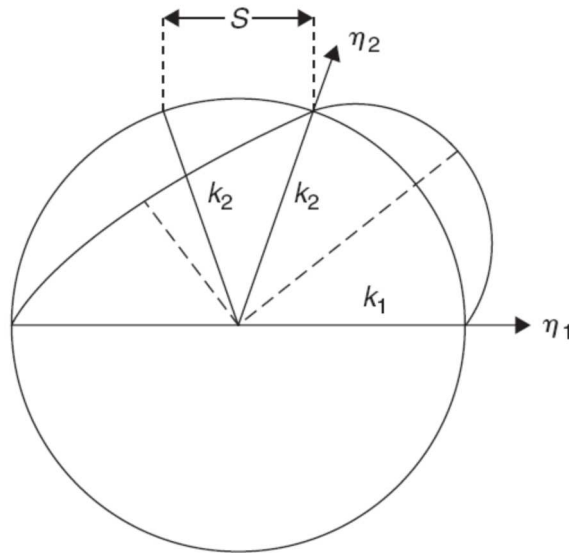
**Figura 2.10:** Comparación de las estructuras y energía de los defectos planares en metales FCC [8].



**Figura 2.11:** Ilustración del efecto Hall-Petch dinámico. Las maclas mecánicas se forman por la baja SFE. Gradualmente reducen el camino libre medio de las dislocaciones, resultando en el muy alto endurecimiento por deformación observado en los aceros TWIP [6].

Los aspectos geométricos del maclado pueden ser representados por una esfera unidad, como se muestra en la Figura 2.12. El plano de maclado  $k_1$ , de tipo  $[111]$ , interseca al plano del dibujo en la dirección de corte  $\eta_1$ , del tipo  $\langle 110 \rangle$ , correspondiente a la dirección de los vectores de Burgers de las dislocaciones parciales de Shockley. En el maclado,

la esfera unidad se distorsiona a un elipsoide de igual volumen, y el plano de maclado  $k_1$  permanece inalterado, mientras que el resto de los planos se ven rotados durante el proceso. La distorsión de los planos ocurre en todos los casos, menos para los planos  $k_1$  y  $k_2$ , siendo este último otro plano del tipo  $[111]$ .  $\eta_2$  resulta de la intersección entre los planos  $k_1$  y  $k_2$ , siendo del tipo  $\langle 112 \rangle$ . La deslizamiento de corte,  $s$ , está relacionada con el ángulo entre  $k_1$  y  $k_2$ , resultando para maclas de origen intrínseco  $s_0 = b_{112}/d_{111}$ , siendo  $d_{111}$  la distancia reticular entre dos planos compactos  $\{111\}$ . Mientras que para el caso extrínseco, resulta igual a  $s_0/2$ .



**Figura 2.12:** *Cristalografía de una macla [12].*

Las maclas mecánicas que aparecen en el curso de la deformación, no deben ser confundidas con las maclas de recocido que se forman en la recristalización de las aleaciones. Durante este proceso térmico, las maclas se crean para reconstituir los granos y disminuir las tensiones internas. Las maclas de recocido se distinguen de las maclas mecánicas ya que poseen diferente morfología, encontrándose, las primeras, muy espaciadas entre sí, y por lo tanto, pudiendo ser consideradas como granos individuales. Las maclas de recocido no producen un cizallamiento, siendo nula la suma de los vectores de Burgers de las dislocaciones que la forman. La nucleación de las maclas de origen mecánico es heterogénea, resultando de configuraciones particulares de dislocaciones, y de la interacción con los sis-

temas de deslizamiento. Su propagación es extremadamente rápida, con velocidades del orden de la velocidad del sonido en cada material [47].

#### 2.2.4. Transformación martensítica (Efecto TRIP)

La martensita  $\varepsilon$ , de origen térmico o atérmico, posee una estructura HCP, con una relación de orientación específica con respecto a la austenita  $\gamma$  en aleaciones Fe-Mn [49]:

$$(111)_{\gamma} // (0001)_{\varepsilon} \text{ y } [1\bar{1}0]_{\gamma} // [\bar{1}2\bar{1}0]_{\varepsilon} \quad (2.3)$$

Esta relación implica que el plano compacto de la martensita  $\varepsilon$  corresponde a uno de los planos compactos de la austenita. El apilamiento ABCABC de la austenita se transforma en el apilamiento ACACAC de la martensita  $\varepsilon$ . En el caso de la martensita atérmica, la transformación de la austenita se explica por el pasaje de una dislocación parcial de Shockley intrínseca en un plano compacto, donde el movimiento de dicha dislocación en cada segundo plano produce un embrión de martensita con estructura HCP. Como se observa en la Figura 2.9, una falla de apilamiento intrínseca es un embrión, o núcleo, de martensita  $\varepsilon$  con un espesor de dos planos ( $n = 2$ ) [13]. La martensita  $\varepsilon$  aparece en forma de finas placas. Es decir que su morfología es similar a la de las maclas.

En ciertos aceros de la familia Fe-Mn, como aquellos aleados con carbono, o con silicio y aluminio, puede también existir una transformación martensítica  $\alpha'$  inducida por la deformación plástica. La martensita  $\alpha'$  de estructura tetragonal centrada (grupo espacial I4/mmm), generalmente posee una relación de desorientación en los aceros inoxidables austeníticos [43]:

$$(111)_{\gamma} // (101)_{\alpha}' \text{ y } [1\bar{1}0]_{\gamma} // [11\bar{1}]_{\alpha}' \quad (2.4)$$

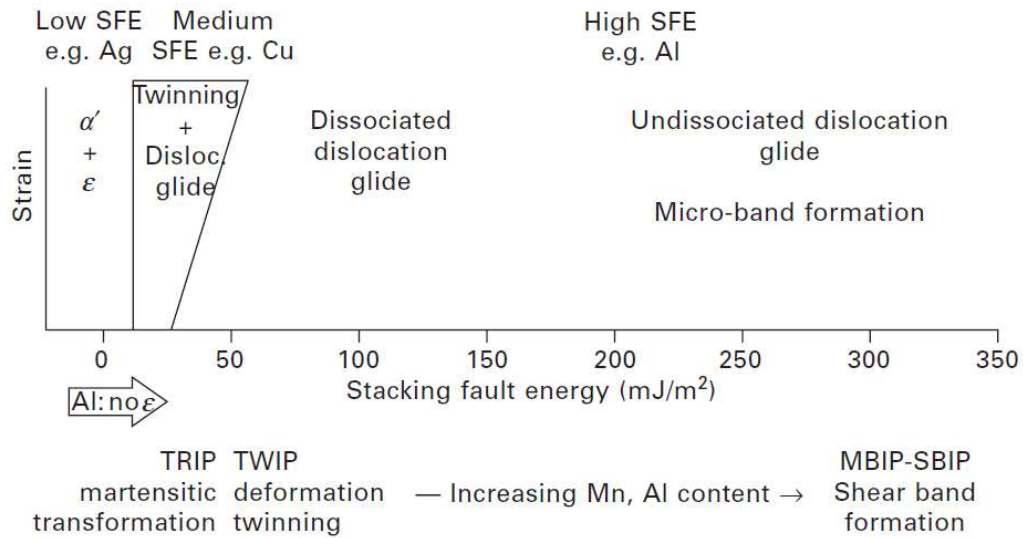
En muchos aceros inoxidables austeníticos, como por ejemplo el AISI 304, así como también en la gran mayoría de los aceros TRIP de la familia Fe-Mn-Si-Al, la martensita  $\alpha'$  atérmica aparece según la relación  $\gamma_{fcc} \rightarrow \varepsilon_{hcp} \rightarrow \alpha'_{bcc}$ . [50, 44, 17, 51] Apareciendo esta última fase, en forma de placas lenticulares, en las intersecciones de las bandas de cizallamiento, de las maclas o de las placas de martensita  $\varepsilon$  [23, 52].

### 2.2.5. Relación con la energía de falla de apilamiento

El maclado y la transformación martensítica  $\varepsilon$  son procesos muy similares que pueden darse simultáneamente, en la medida en que ambos se producen por el desplazamiento colectivo de dislocaciones parciales de Shockley, que desplazan las fallas de apilamiento. El parámetro pertinente para explicar la aparición entre los distintos mecanismos de deformación (deslizamiento simple, maclado y transformación martensítica) es la energía de falla de apilamiento. Es por ello que es necesario conocer la SFE para poder prever el comportamiento de cada material, en función de las condiciones a la que sea deformado. Para energías de falla de apilamiento elevadas, la disociación de las dislocaciones perfectas, en parciales de Shockley es fuertemente improbable. El material se deforma simplemente por deslizamiento de dislocaciones no disociadas y por deslizamiento cruzado, como en el caso del aluminio ( $SFE \approx 150 \text{ mJ m}^{-2}$ ). Si la energía de falla disminuye, la deformación se lleva a cabo mediante el deslizamiento plano de dislocaciones disociadas. En este caso, el deslizamiento cruzado se vuelve improbable. Si la energía baja aún más, por debajo de un cierto valor, la disociación se verá muy favorecida y las maclas pueden comenzar a germinarse. El maclado mecánico será activado, en competencia con el deslizamiento de dislocaciones disociadas. Durante la formación de una macla, la probabilidad de emisión de una dislocación parcial sobre un plano disminuye si la SFE disminuye, ya que el costo energético de formación de fallas se vuelve menor. La multiplicación de fallas en el mecanismo de formación de maclas conduce a un ordenamiento de las mismas por razones energéticas, y por lo tanto, a la formación de martensita  $\varepsilon$  para SFE muy bajas. La energía de falla de apilamiento, entonces, juega un rol muy significativo en la ocurrencia de los efectos TRIP/TWIP. Es importante notar que, de todas formas, la acumulación de dislocaciones aumentará tras la deformación cuando la aleación tenga una SFE baja, independientemente de la formación de maclas o martensita, dado que la distancia de disociación de las dislocaciones será mayor, dificultando su deslizamiento cruzado, y por lo tanto aumentando la tasa de acumulación de las mismas [8].

En la Figura 2.13 se observa la ocurrencia de cada mecanismo de deformación en función de la energía de falla de apilamiento, para aleaciones con estructuras FCC. Una muy baja energía de falla ( $SFE < 18 \text{ mJ m}^{-2}$ ) resulta en transformación inducida por la

deformación, a tanto martensita  $\varepsilon$  como  $\alpha'$ . Para mayores energías ( $18 < \text{SFE} < 45 \text{ mJ m}^{-2}$ ), el maclado se ve favorecido, mientras que el deslizamiento de dislocaciones es el mecanismo predominante para energías superiores ( $\text{SFE} > 45 \text{ mJ m}^{-2}$ ) [35, 36, 53, 15].



**Figura 2.13:** Esquema que muestra la relación entre la SFE y el mecanismo de deformación operante en aleaciones FCC [8].

La energía de falla de apilamiento puede ser calculada por la aproximación termodinámica de la Ec. 2.5, propuesta por Olson y Cohen [13]:

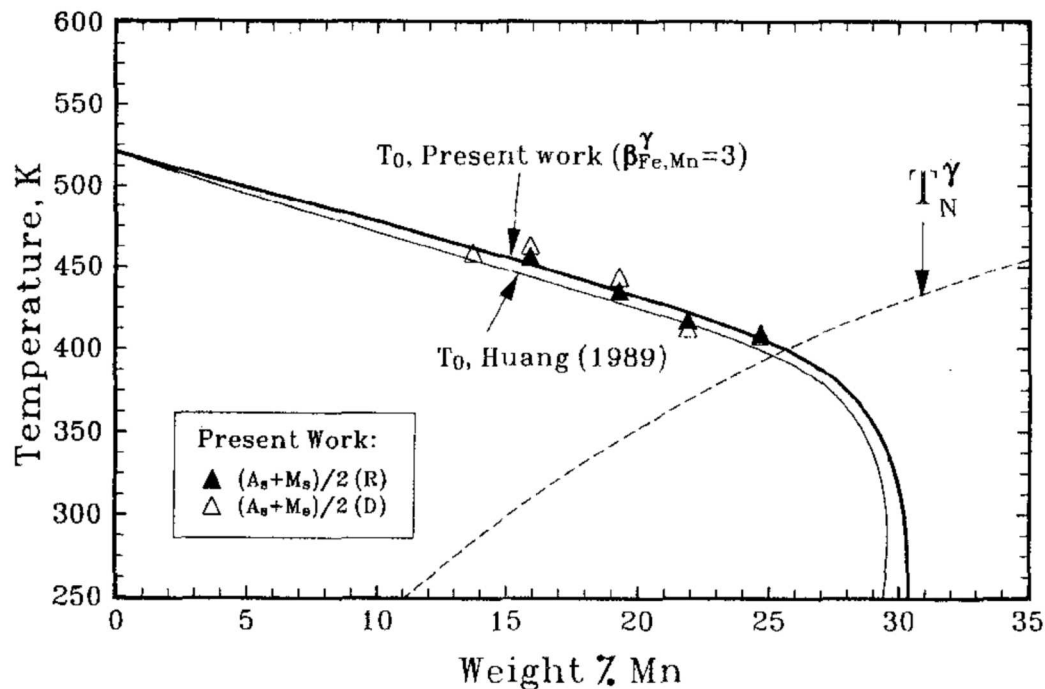
$$\text{SFE} = 2\rho\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + 2\sigma^{\gamma/\varepsilon} \quad (2.5)$$

siendo  $\rho$  la densidad molar de superficie a lo largo del plano  $\{111\}$ ,  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$  la energía libre de Gibbs molar de la transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon$ , y  $\sigma^{\gamma/\varepsilon}$  la energía de superficie de la interfase  $\gamma/\varepsilon$ .

## 2.3. Transición antiferromagnética / paramagnética de la austenita

El estado antiferromagnético de la austenita corresponde a una magnetización nula, en la que los spins antiparalelos de los átomos vecinos próximos, con una energía de intercambio negativa, se compensan exactamente. Este es un estado magnético ordenado

de baja de temperatura ( $T < T_N$ ), donde  $T_N$  es la temperatura de Néel. Por el contrario, el estado paramagnético de alta temperatura ( $T > T_N$ ) corresponde a un estado desordenado de spines en la ausencia de campo magnético aplicado. En las aleaciones Fe-Mn y Fe-Mn-X, la temperatura  $T_0$ , obtenida a partir de las mediciones de  $M_S$  y  $A_S$ , y calculada como  $T_0 = (M_S + A_S)/2$ , se vuelve difícil debido a la transición de orden paramagnético a antiferromagnético durante el enfriamiento. Específicamente, es aceptado que dicha reacción de transición a temperatura  $T_N$  aumenta la estabilidad de la fase FCC e introduce una fuerte desviación negativa en la temperatura  $M_S$  en función de la composición, para altos contenidos de Mn (ver figura 2.14) [14].



**Figura 2.14:** Dependencia de las temperaturas de transformación  $\gamma \leftrightarrow \epsilon$  con el contenido de manganeso para el sistema Fe-Mn. La línea indicada como  $T_N^\gamma$  describe la temperatura de Néel en función de la composición para la fase  $\gamma$  [14].

Tomando esto en consideración, es importante conocer el efecto de los aleantes en la temperatura de Néel (ver Sección 2.4.1) ya que la misma afecta la estabilidad de la austenita jugando un rol fundamental en la activación de los mecanismos TRIP/TWIP en los aceros estudiados.

## 2.4. Variables que afectan los mecanismos de deformación

La alta ductilidad, resistencia y el gran endurecimiento por deformación de los aceros TRIP/TWIP con alto contenido de manganeso depende de la estabilidad de la austenita, y por lo tanto de su energía de falla de apilamiento. Este parámetro es el que gobierna la existencia y extensión de los mecanismos de deformación descritos en la Sección 2.2. Sin embargo, el mismo, no solo depende de la composición química de la aleación, sino que diversos factores pueden modificarlo. En esta sección se describen las variables principales que pueden afectar a la energía de falla apilamiento y la estabilidad de la austenita, y se analizan sintéticamente sus efectos en las propiedades mecánicas.

### 2.4.1. Elementos de aleación

A fines de diseñar una aleación TRIP/TWIP, se deben tener en cuenta tanto la estabilidad termodinámica de la austenita como la magnitud de su energía de falla de apilamiento. La SFE debe ser ajustada apropiadamente para obtener un equilibrio entre la intensidad de los efectos TRIP y TWIP, y para eso debe elegirse la composición química adecuada. En particular para esta Tesis, donde se estudian aleaciones del sistema Fe-Mn-Si-Al, se analizan éstos elementos junto al carbono, estableciendo su influencia tanto en la SFE, la estabilidad de la austenita, como sus consecuencias en las propiedades mecánicas. La energía de falla de apilamiento crítica para pasar del mecanismo TRIP hacia TWIP es todavía difusa en la bibliografía. Frommeyer *et al.* indica que SFE superiores a  $25 \text{ mJ m}^{-2}$  resultarán en un efecto de maclado sobre una austenita  $\gamma$  estable, mientras que energías menores a  $16 \text{ mJ m}^{-2}$  darán como resultado la transformación de la fase  $\gamma$  a martensita  $\varepsilon$ , durante la deformación [32]. Allain *et al.* estableció como límites de  $19 \text{ mJ m}^{-2}$  como mínimo para la aparición de maclas, y menos de  $10 \text{ mJ m}^{-2}$  para la formación de martensita [53]. Más recientemente, Curtze y Kuokkala establecieron que el maclado se da para energías de falla de apilamiento comprendidas entre  $18 \leq \text{SFE} \leq 45 \text{ mJ m}^{-2}$ , mientras que por debajo de este rango se ve favorecido el mecanismo de transformación [15].

En líneas generales, el **Mn** es un estabilizador de la austenita que, en altas concentraciones, baja intensamente la temperatura de transformación  $M_S$  de la fase  $\gamma$ , así como también la temperatura  $M_d$  [54], e incrementa su capacidad de disolver carbono intersticial. Es sabido también desde hace años que la incorporación de **Al**, aumenta la SFE de la austenita [55], mientras que el **Si** la disminuye [56]. Tanto el Si como el Al producen un efecto de endurecimiento por solución sólida en el acero, y estabilizan la austenita debido a su capacidad de retardar la formación de carburos, especialmente la cementita, consecuentemente dejando más carbono disponible para enriquecer la austenita [57].

En acordancia con los trabajos previamente citados, Zambrano *et al.* estudió la SFE para aceros del sistema Fe–Mn–Al–C–Si, *via* modelos termodinámicos [5]. El incremento del contenido de **Mn** aumenta la SFE, siempre que su valor sea mayor a, aproximadamente, 14 %, independientemente de los contenidos de Si y Al, tal como se ve en las Figuras 2.15(a) y (b). Mediante cálculos termodinámicos y validaciones experimentales, Pierce *et al.*, calculó las energías de falla de apilamiento para las aleaciones Fe–22/25/28Mn–3Al–3Si, concluyendo que las adiciones de manganeso aumentan la SFE, obteniendo valores de  $15 \pm 3$ ,  $21 \pm 3$  y  $39 \pm 5$  mJ m<sup>-2</sup>, para cada aleación respectivamente [35]. En el mismo modelo termodinámico, se realizaron cálculos de la temperatura  $M_S$ , para aleaciones ternarias Fe–Mn–Si, para los rangos de  $17 \leq \text{Mn} \leq 23$  %, y  $1 \leq \text{Si} \leq 3$  %, resultando en una variación de entre 399 y 436 K. La presencia de concentraciones suficientemente altas de Mn extiende el rango de temperaturas en que se da el anti-ferromagnetismo, al aumentar la temperatura de Néel  $T_N^\gamma$  para aleaciones Fe–Mn, produciendo que  $M_S < T_N^\gamma$ . Como se observa en la figura 2.14 la fase FCC permanece anti-ferromagnética antes de transformarse a fase martensita  $\varepsilon$ , que se mantiene paramagnética hasta menores temperaturas, y de esta forma se produce una estabilización relativa de la fase  $\gamma$ , que se ve reflejada en una drástica dismunción no lineal de la  $M_S$  al seguir aumentando el contenido de manganeso [14, 58].

El gran aumento de la SFE con las adiciones de **Al** fue reportado por Chen *et al.*, que estudió aceros Fe–20Mn–Al–C y observó una inhibición de formación de tanto martensitas como maclas, debido al aumento de la SFE [59]. Incluso adiciones de sólo 1 % inhibieron el efecto TRIP. Similarmente, Dumay *et al.* calculó que la SFE se incrementa cerca de

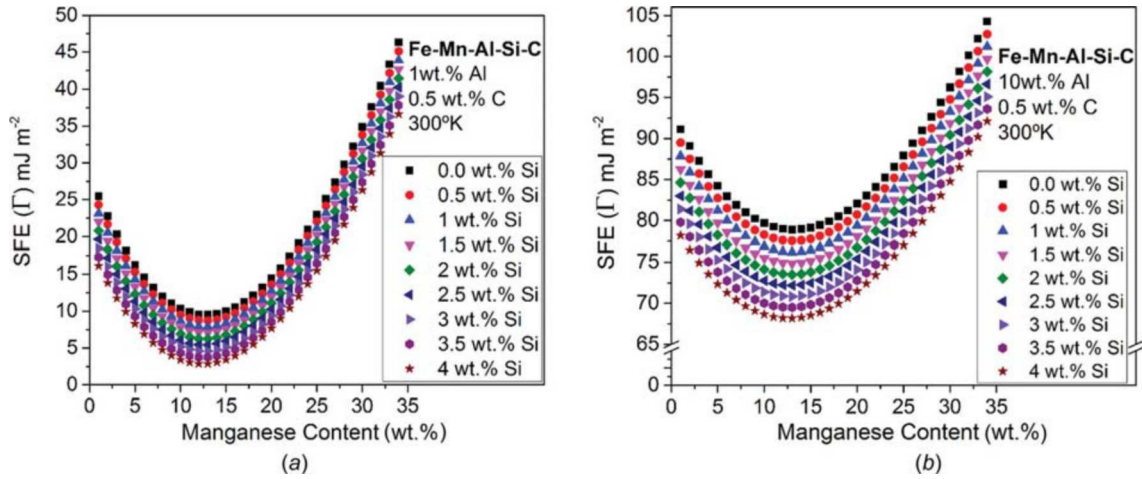


Figura 2.15: Mapa de variaciones de la SFE dependiente de la composición, según contenidos de silicio y manganeso para (a) 1 % Al y (b) 10 % Al [5].

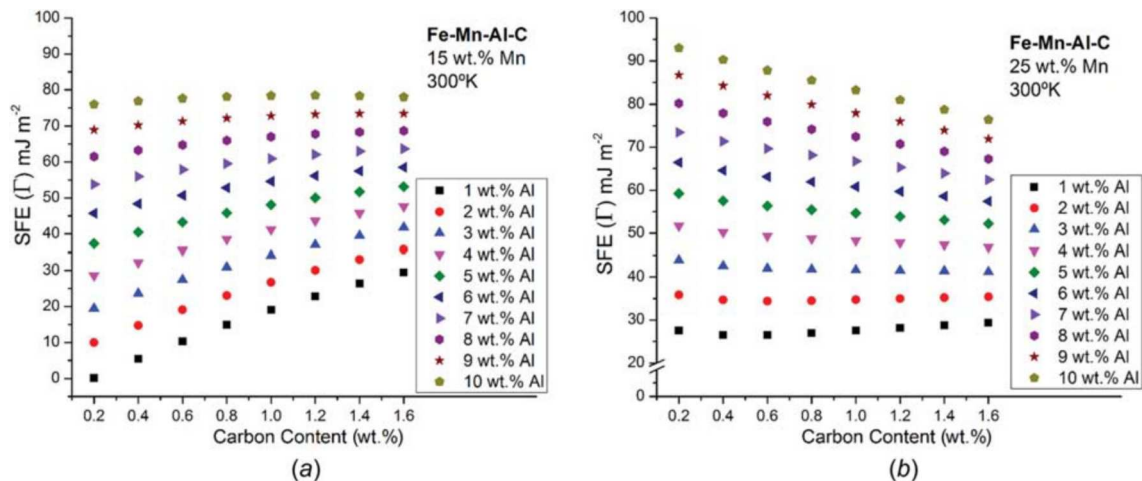


Figura 2.16: Mapa de variaciones de la SFE dependiente de la composición, según contenidos de carbono y aluminio para (a) 15 % Mn y (b) 25 % Mn [5].

5 mJ m<sup>-2</sup> por cada 1 % de Al [60]. Sato *et al.* estableció que adiciones de aluminio en aleaciones Fe-20Mn-(0,05/5,7)Al, aparte de aumentar la energía de falla de apilamiento de la austenita, bajan significativamente la temperatura  $M_S$  de transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  [61]. De igual manera, Zhang *et al.* reportó para aleaciones Fe-Mn-Al-Cr-Si, que adiciones de aluminio bajan la temperatura  $M_S$ , reduciendo también la temperatura de Néel [54].

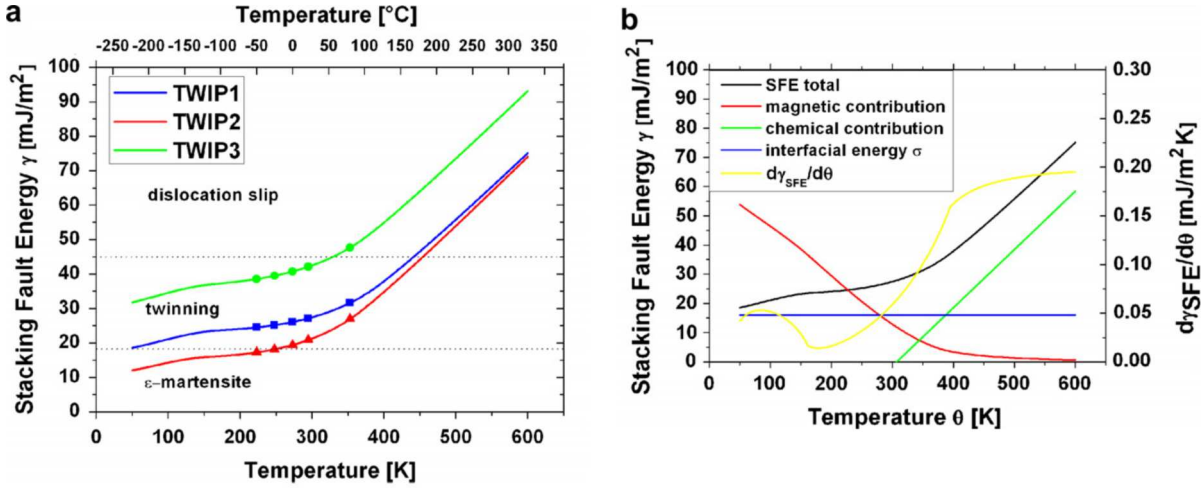
El **Si** en solución sólida, endurece fuertemente la fase  $\gamma$  en los aceros Fe-Mn. Su adición disminuye el valor de la  $T_N^\gamma$  [4], y aumenta tanto la temperatura  $M_S$  como la  $M_d$  [54], convirtiéndolo en un desestabilizador de la austenita. Sin embargo se lo considera un gran promotor del efecto TRIP, dado que baja significativamente la SFE de la austenita, favoreciendo la transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  [62, 56]. Sin embargo, según Dumay *et al.*, se da un incremento de aproximadamente 1 mJ m<sup>-2</sup> por cada 1 % de Si, para contenidos de silicio de hasta 4 %, mientras que para contenidos mayores el valor de la SFE comienza a bajar [60].

El **C** puede jugar un rol fundamental en las propiedades de los aceros TRIP/TWIP de alto Mn: (a) aumenta el parámetro de red de las celdas, (b) aumenta la estabilidad de la austenita frente a la transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  (al aumentar la  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$  necesaria), (c) reduce la temperatura de Néel  $T_N^\gamma$ , (d) incrementa sustancialmente la SFE, con efectos más notorios en aleaciones con bajo Mn, y (e) conduce a fuertes efectos de endurecimiento por solución sólida en los aceros TWIP [4]. El efecto del carbono en la SFE es complejo, teniendo una relación con los contenidos de elementos sustitucionales, como Al y Mn, presentes en la aleación. Por ejemplo, la Figura 2.16(a) muestra un incremento de la SFE con el C para contenidos de Mn del 15 %, sin embargo la SFE decrece al incrementarse el C, cuando el contenido de Mn es de 25 %, como muestra la Figura 2.16(b).

## 2.4.2. Temperatura

Originalmente reportado por Remy, para el sistema Fe-20Mn-4Cr-0,5C, a través del estudio de la variación del tamaño de nodos de dislocaciones parciales con la temperatura mediante TEM, la energía de falla de apilamiento aumenta al aumentar la temperatura [63, 64]. Recientemente, el efecto de la temperatura en la energía de falla para aleaciones Fe-Mn-Al-C, fue analizado por Zambrano *et al.*, concluyendo, y en acordancia con los

trabajos de Remy, que la SFE aumenta al aumentar la temperatura [5].

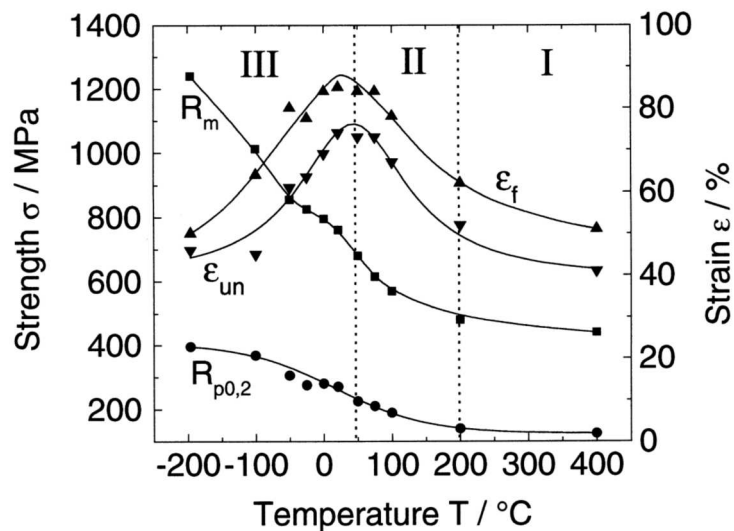


**Figura 2.17:** (a) Energías de falla de apilamiento de tres aleaciones Fe-Mn-Si-Al-C en función de la temperatura. (b) SFE del acero TWIP 1, en función de la temperatura, y las contribuciones de las componentes química, magnética y de interfase, como también la primera derivada  $d\gamma_{SFE}/d\theta$  de la energía de falla en función de la temperatura [15].

Curtze y Kuokkala calcularon la energía de falla de apilamiento 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, presentado en la Ecuación 2.5 [15]. En la Figura 2.17(a) se observa el sostenido aumento de la SFE con la temperatura, para tres aceros analizados: TWIP1 (Fe-28Mn-1,6Al-0,28Si-0,08C), TWIP2 (Fe-25Mn-1,6Al-0,24Si-0,08C) y TWIP3 (Fe-27Mn-4,1Al-0,528Si-0,08C). En la Figura 2.17(b) se puede ver claramente que la contribución magnética a la SFE es muy fuerte a bajas temperaturas, mientras que por encima de la temperatura de Néel de la fase  $\gamma$ , determinada como  $T_N^\gamma = 394$  K, la contribución magnética disminuye, volviéndose prácticamente despreciable. De esta forma, a altas temperaturas, las SFE se ve dominada principalmente por la contribución química. A  $T_N^\epsilon = 161$  K, se observa otro cambio en la pendiente de la curva de contribución magnética, debido al cambio del ordenamiento magnético de la fase  $\epsilon$ . Tanto  $T_N^\gamma$  como  $T_N^\epsilon$  puede ser más precisamente observadas en la curva correspondiente a  $d\gamma_{SFE}/d\theta$ .

Grässel estudió la dependencia de las propiedades mecánicas con la temperatura, para

la aleación TRIP Fe-20Mn-3Si-3Al, determinando tres regiones de comportamiento como se ve en la Figura 2.18 [16]. En la región I, de  $200 < T < 400$  °C, donde tanto la tensión como la elongación son prácticamente constantes, no se detectaron transformación inducida por la deformación ni maclas mecánicas. En dicha región, la deformación fue gobernada por deslizamiento de dislocaciones. En la región II, de  $50 < T < 200$  °C, se detectó, mediante difracción de rayos X y microscopía, transformación martensítica  $\gamma \rightarrow \alpha$ . Esta transición de fases durante la deformación resultó en un incremento de la elongación, como también un aumento en la resistencia, en comparación con los valores obtenidos en la región I. El descenso en la temperatura significa un aumento en la tasa de transformación de fases inducida por deformación. Es por este motivo, que para temperaturas por debajo de los 50 °C (región III) el proceso de transformación se completa en etapas tempranas de deformación, implicando una reducción en la elongación con un aumento de la resistencia a la tracción  $R_m$ .



**Figura 2.18:** Tensión de fluencia  $R_{p0,2}$ , resistencia a la tracción  $R_m$ , elongación uniforme  $\epsilon_{un}$  y elongación a rotura  $\epsilon_f$  en función de la temperatura del ensayo de tracción para la aleación Fe-20Mn-3Si-3Al [16].

### 2.4.3. Velocidad de deformación

Un factor muy importante a la hora de analizar los efectos del aumento de la velocidad, o tasa, de deformación en los aceros, es el incremento de temperatura que genera sobre el material deformado, debido al calentamiento adiabático. Este cambio en la temperatura, tal como se detalló en la Sección 2.4.2, genera un cambio en el valor de SFE de la austenita, teniendo consecuencias en los mecanismos de deformación activos.

Los efectos intrínsecos del aumento de la velocidad de deformación en aceros con austenita estable pueden observarse en el trabajo de Lichtenfeld, que estudia un acero inoxidable austenítico AISI 309, que provee un buen material modelo para dicho estudio [44]. En ese trabajo concluye que la tensión de fluencia del material aumenta de 291 MPa a 541 MPa, cuando la velocidad de deformación se incrementa de  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a  $400 \text{ s}^{-1}$ , al igual que la resistencia última  $R_m$ , que sube de 693 MPa a 791 MPa. La elongación uniforme,  $A_g$ , decrece de 48 % a 31 %, para el rango de velocidad en donde prevalecen las condiciones isotérmicas, mientras que aumenta para velocidades mayores a  $\dot{\epsilon} = 0,125 \text{ s}^{-1}$ , donde la deformación ocurre adiabáticamente.

Benzing estudió el efecto de la velocidad de deformación en un acero TRIP/TWIP de composición Fe-25Mn-3Si-3Al [38]. A través de un estudio con cámaras térmicas de alta velocidad, se determinó el incremento de la temperatura de probetas deformadas a tracción, y posteriormente se utilizó un modelo termodinámico para predecir la variación de la SFE con la temperatura. En el trabajo se concluyó que la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  se incrementó cerca de un 64 % para el rango de velocidad entre  $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y  $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ . Esta sensibilidad positiva se atribuyó a un incremento en la tensión de flujo necesaria para que las dislocaciones atravesen las barreras de corto alcance, dependientes de la temperatura, al aumentar la velocidad de deformación. Por otro lado, se registro un aumento en la tensión de rotura  $R_m$ , resultando en un aumento del producto de  $R_m \times A$  al aumentar la tasa de deformación. Sin embargo no se distinguió un claro efecto de la velocidad en la plasticidad. El aumento de la SFE calculada, va desde  $21 \text{ mJ m}^{-2}$  para temperatura ambiente ( $23 \text{ }^\circ\text{C}$ ) hasta un máximo de  $34 \text{ mJ m}^{-2}$  para  $83 \text{ }^\circ\text{C}$ , correspondiente al ensayo de  $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ . Para todos los ensayos se registraron, en la microestructura resultante luego de la deformación, tanto maclas de mecánicas como

martensita  $\varepsilon$ .

Similarmente, Curtze y Kuokkala estudiaron el comportamiento de tres aceros TWIP, con distintas composiciones del sistema Fe-Mn-Al, al someterlos a ensayos de tracción distintas velocidades [15]. La sensibilidad a la velocidad de deformación de todos los aceros resultó ser débil en el rango de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} - 750 \text{ s}^{-1}$ , mientras que para  $\dot{\varepsilon} = 1000 \text{ s}^{-1}$  todos los ensayos mostraron un aumento en sus resistencia máxima. A altas velocidades de deformación, todas las muestras revelaron una clara reducción en sus valores de elongación. Esto fue atribuido a un sustancial incremento en la SFE debido al calentamiento adiabático, causando que el mecanismo de deformación por deslizamiento de dislocaciones desplace al maclado, resultando en una disminución del efecto TWIP.

Contrariamente, Wu *et al.* registró un claro aumento tanto en la elongación a rotura  $A$ , como en la deformación uniforme  $A_g$ , sin efectos en la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  ni en la resistencia máxima  $Rm$ , al aumentar la velocidad de deformación desde  $\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$  hasta  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , para un acero un superaustenítico de composición Fe-20Cr-18Ni-0,5Mn-6Mo [65]. En este trabajo se le atribuyeron estos efectos al incremento de la temperatura de la probeta, por el calentamiento adiabático en la deformación, que favorece la movilidad atómica, y por lo tanto la formación de martensita  $\varepsilon$ , resultando en un efecto TRIP.

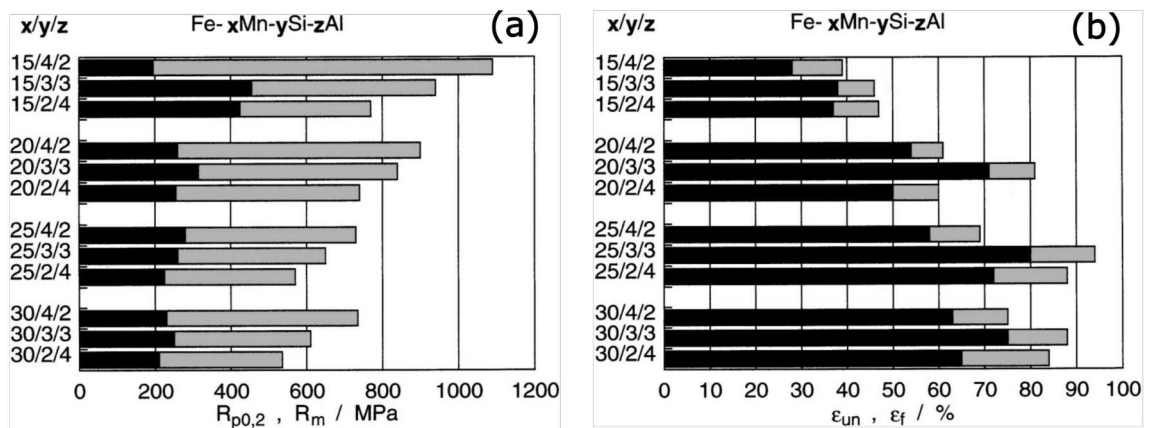
Debido a la dificultad de medir el incremento de temperatura adiabático en probetas ensayadas a tracción a alta velocidad (consideradas mayores a  $0,125 \text{ s}^{-1}$  según Lichtenfeld *et al.* [44], o mayores a  $10^0 \text{ s}^{-1}$  según otros autores [66, 67]), la magnitud de dicho aumento puede ser calculada mediante la Ecuación integral 2.6 [68, 15]:

$$\Delta T = \left( \frac{\beta}{\rho C_P} \right) \int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_2} \sigma \partial \varepsilon \quad (2.6)$$

donde  $\Delta T$  es el aumento de temperatura,  $\beta$  en la fracción de energía mecánica convertida a energía calórica,  $\rho$  es la densidad del acero en  $[\text{g cm}^{-3}]$ ,  $C_P$  es la capacidad calorífica del material en  $[\text{cal (g } ^\circ\text{C)}^{-1}]$ ,  $\sigma$  es la tensión y  $\partial \varepsilon$  es el intervalo de deformación.

## 2.5. Propiedades mecánicas y endurecimiento por deformación

Un gran conjunto de aceros TRIP/TWIP del sistema Fe-Mn-Si-Al fueron investigados por Grässel y divididos en cuatro grupos según contenidos Mn, siendo 15, 20, 25 y 30 % los porcentajes en peso de cada grupo [16]. Tanto el Si como el Al variaron entre 2 y 4 %. La Figura 2.19 (a) muestra que al aumentar el contenido de Mn, la resistencia máxima  $R_m$  decrece de aproximadamente  $930 \pm 160$  a  $630 \pm 100$  MPa, mientras que la elongación a rotura aumenta de  $43 \pm 4$  a  $80 \pm 10$  %, como se observa en la Figura 2.19 (b).



**Figura 2.19:** Propiedades mecánicas, de tensión (a) y elongación (b), para diversos aceros de alto manganeso con adiciones de silicio y aluminio, ensayados a temperatura ambiente a  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ . Tensión de fluencia  $R_{p0.2}$  y elongación uniforme  $\epsilon_{un}$  (en barras negras), resistencia máxima  $R_m$  y elongación a rotura  $\epsilon_f$  (en barras grises), en (a) y en (b) respectivamente [16].

Las placas de martensita y/o las maclas mecánicas, formadas en los aceros TRIP/TWIP al ser sometidos a deformación, actúan como obstáculos planos, reduciendo el camino libre de deslizamiento de las dislocaciones. De esta forma, las dislocaciones se apilan en las interfases entre estos defectos y la matriz austenítica, causando alta concentración de tensiones que impide el progreso de nuevas dislocaciones. Estas tensiones internas contribuyen fuertemente a la tensión de flujo de estos aceros (hasta un 50 % de la tensión de flujo total para la aleación Fe-22Mn-0.6C %) [69]. A su vez, los deslizamientos de corte asociados a la martensita y a las maclas pueden considerarse contribuciones secundarias a la gran elongación longitudinal total que poseen. De esta forma, estos defectos planares contribu-

yen fuertemente a la elongación debido al endurecimiento por deformación que provocan en el material, consecuentemente retardando la estricción localizada y permitiendo una gran deformación uniforme,  $A_g$  [30, 70].

El endurecimiento por deformación de un material sometido a un ensayo de tracción puede ser cuantificado a partir de la ecuación empírica de Hollomon:

$$\sigma = K\varepsilon^n \quad (2.7)$$

donde  $\sigma$  representa la tensión aplicada al material,  $\varepsilon$  es la elongación,  $K$  es la constante de endurecimiento del material y  $n$  es el exponente del endurecimiento por deformación. El valor de  $n$  puede ser calculado a partir de la Ecuación 2.7, de la siguiente manera [18]:

$$n = \frac{d(\ln \sigma_T)}{d(\ln \varepsilon_T)} \quad (2.8)$$

siendo  $\sigma_T$  la tensión verdadera y  $\varepsilon_T$  la deformación verdadera. Analizar el valor del exponente  $n$  en función de la deformación,  $\varepsilon_T$ , es de fundamental importancia a la hora de caracterizar los aceros TRIP/TWIP dado que refleja de manera indirecta las intensidades de la transformación martensítica y el maclado inducidos por deformación. Adicionalmente, en la bibliografía, se presentan curvas que representan la tasa de endurecimiento por deformación ( $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ ), también en función de la deformación.

Mcgrath *et al.* estudió un acero con efecto TRIP, de composición Fe-15,3Mn-2,4Al-2.8Si [17]. La curva tensión ingenieril vs. deformación ingenieril se puede ver en la Figura 2.20, reportando una resistencia máxima  $R_m$  de 1165MPa, y una elongación uniforme,  $A_g$ , de 33%. La variación del exponente de endurecimiento,  $n$ , en función de la deformación ingenieril, se muestra en la Figura 2.21 (a). El exponente alcanza un máximo de 1,4, para una deformación de 15%. La tasa de endurecimiento por deformación, calculada como  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ , se muestra en la Figura 2.21 (b), en función de la deformación ingenieril. Tras alcanzar un mínimo al 5% de deformación, aumenta hasta alcanzar su máximo de 8065 MPa, también al 15% de deformación, tal como el máximo  $n$ . El gran endurecimiento mostrado por ambas curvas es atribuido a la gran proporción de martensita formada durante la deformación plástica.

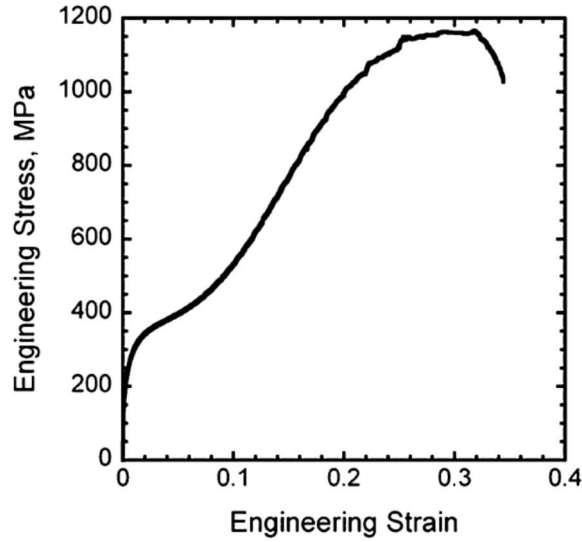


Figura 2.20: Curva tensión-deformación representativa del acero TRIP Fe-15,3Mn-2,4A-2.8Si [17].

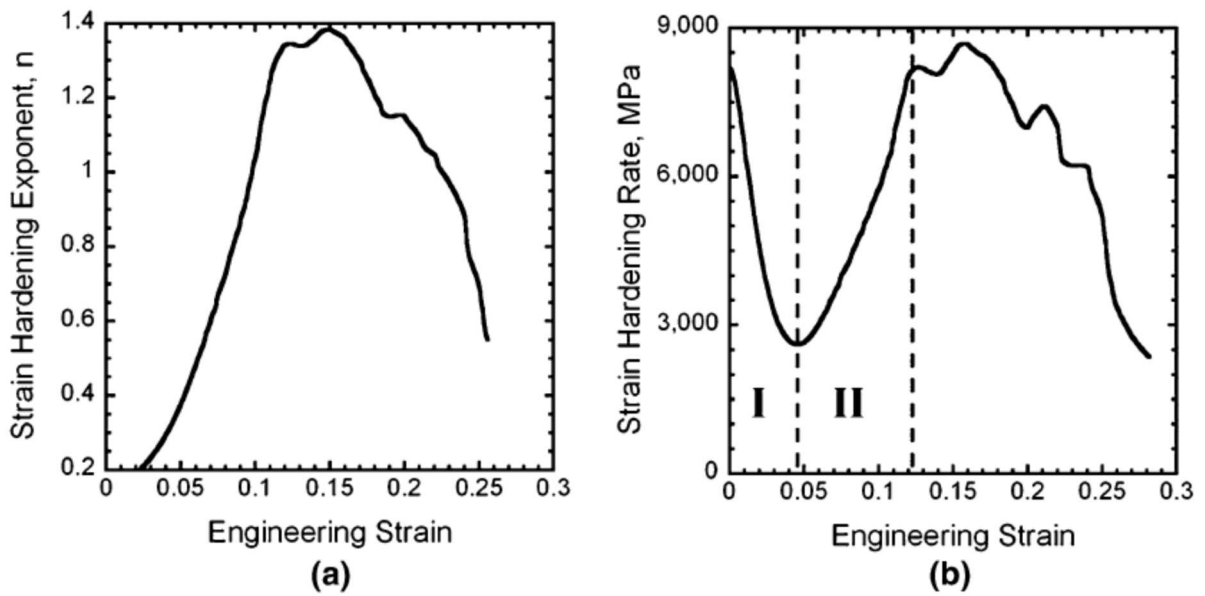
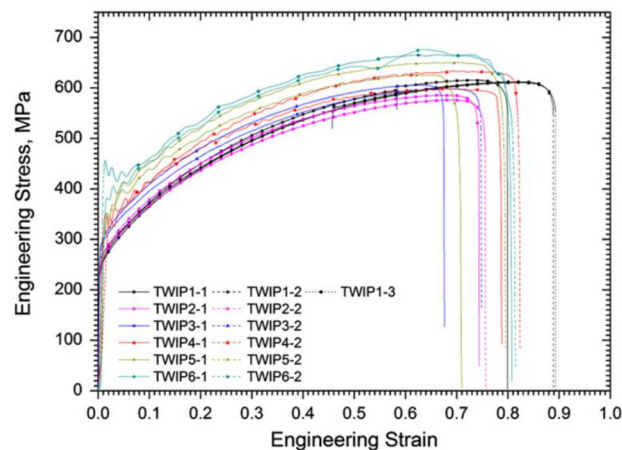
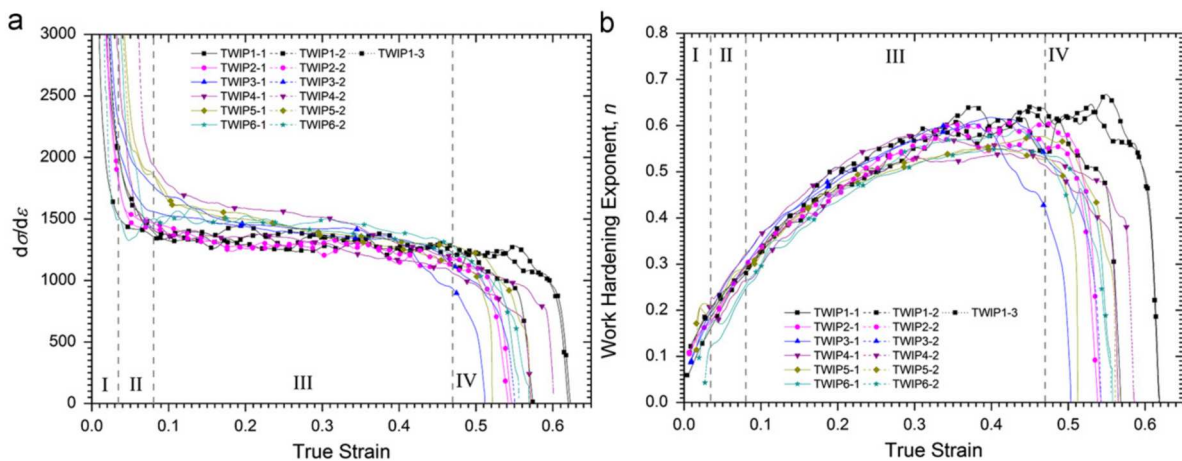


Figura 2.21: (a) Exponente de endurecimiento,  $n$ , y (b) tasa de endurecimiento por deformación,  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ , en función de la deformación ingenieril [17].

Por su parte, Xu estudió el comportamiento dinámico a tracción de un acero TWIP Fe-23,7Mn-2,3Si-2,7Al, en el rango de velocidades de deformación entre 0,001 a 400 s<sup>-1</sup>, reportando las curvas resultantes de tensión-deformación ingenieril (Figura 2.22) y las de sus exponentes y tasas de endurecimiento por deformación en función de la deformación verdadera  $\varepsilon_T$  (Figuras 2.23 (a) y (b)) [18].



**Figura 2.22:** Curva tensión-deformación ingenieril un acero TWIP Fe-23,7Mn-2,3Si-2,7Al, ensayado a tracción a distintas velocidades en el rango de 0,001 a 400 s<sup>-1</sup> [18].



**Figura 2.23:** (a)  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$  y (b)  $n$ , en relación a la deformación verdadera, para velocidades de deformación en el rango de 0,001 a 400 s<sup>-1</sup> [18].

En la Figura 2.22 se observan las curvas de los ensayos de tracción desde el TWIP1

hasta el TWIP6, en orden de velocidad de deformación creciente, siendo el TWIP1 correspondiente una deformación de  $0,001 \text{ s}^{-1}$ , aumentando hasta el TWIP6, correspondiente a la velocidad de  $400 \text{ s}^{-1}$ . Este acero muestra una gran elongación a rotura combinada con una moderada resistencia máxima. Esta resistencia máxima,  $R_m$ , decrece al aumentar la velocidad de deformación desde la deformación cuasiestática hasta  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , mientras que para mayores velocidades, la tensión comienza a aumentar con la velocidad. Pudiéndose concluir que la aleación estudiada posee una sensibilidad negativa a la velocidad a bajas tasas de deformación, y una sensibilidad positiva en condiciones de mayores velocidades de deformación. Las deformaciones, tanto uniformes como a rotura, presentan un comportamiento más complejo con la velocidad. Las tasas endurecimiento por deformación,  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ , para las distintas velocidades, pueden ser analizadas en la Figura 2.23 (a). Se observa que las pendientes de las curvas se mantienen prácticamente constantes para el rango de deformaciones verdaderas de entre 0,1 y 0,5; con valores de aproximadamente 1500 MPa. Acorde aumenta el valor de  $\dot{\varepsilon}$ ,  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$  aumenta también y su *plateau* se vuelve más corto. En la Fig. 2.23 (b) se grafican los valores de  $n$  vs. la tensión verdadera  $\sigma_T$ . Se ve que con el aumento de la velocidad de deformación, el valor de  $n$  tiende a disminuir; los valores máximos están en el rango de  $0,55 - 0,65$ .



## Capítulo 3

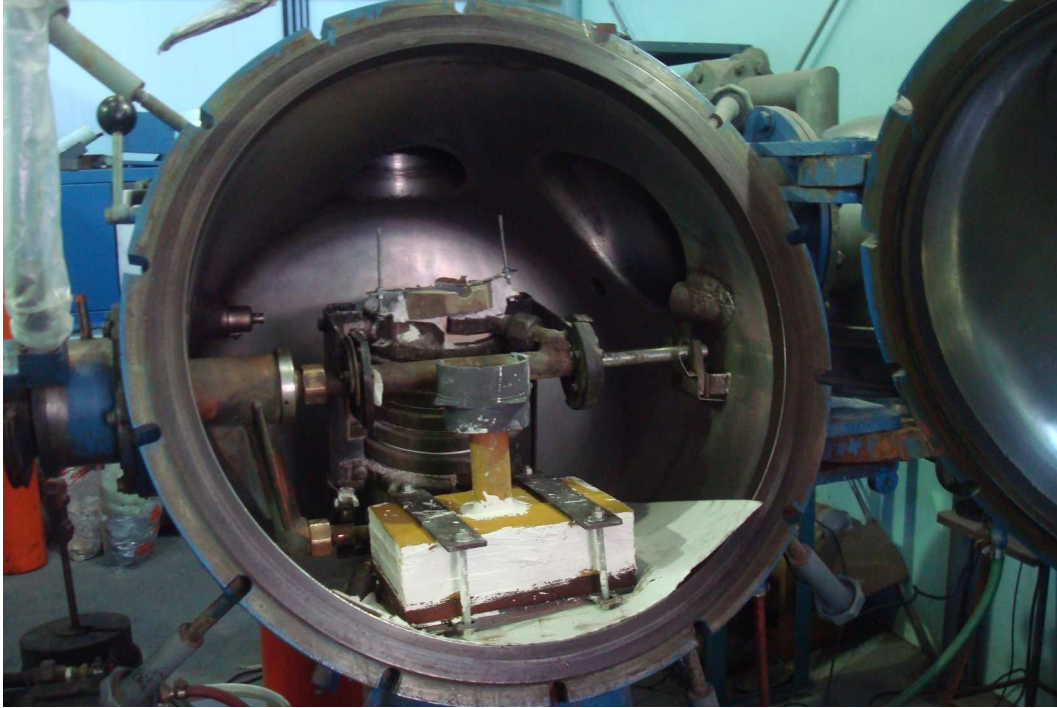
# Procedimiento Experimental

### 3.1. Producción de aleaciones

En este trabajo de investigación se desarrollaron dos aleaciones de composiciones nominales: **Fe-15Mn-3Si** (denominada *Generación 1, G1*) y **Fe-18Mn-2Si-2Al** (*Generación 2, G2*).

#### 3.1.1. Aceros Generación 1

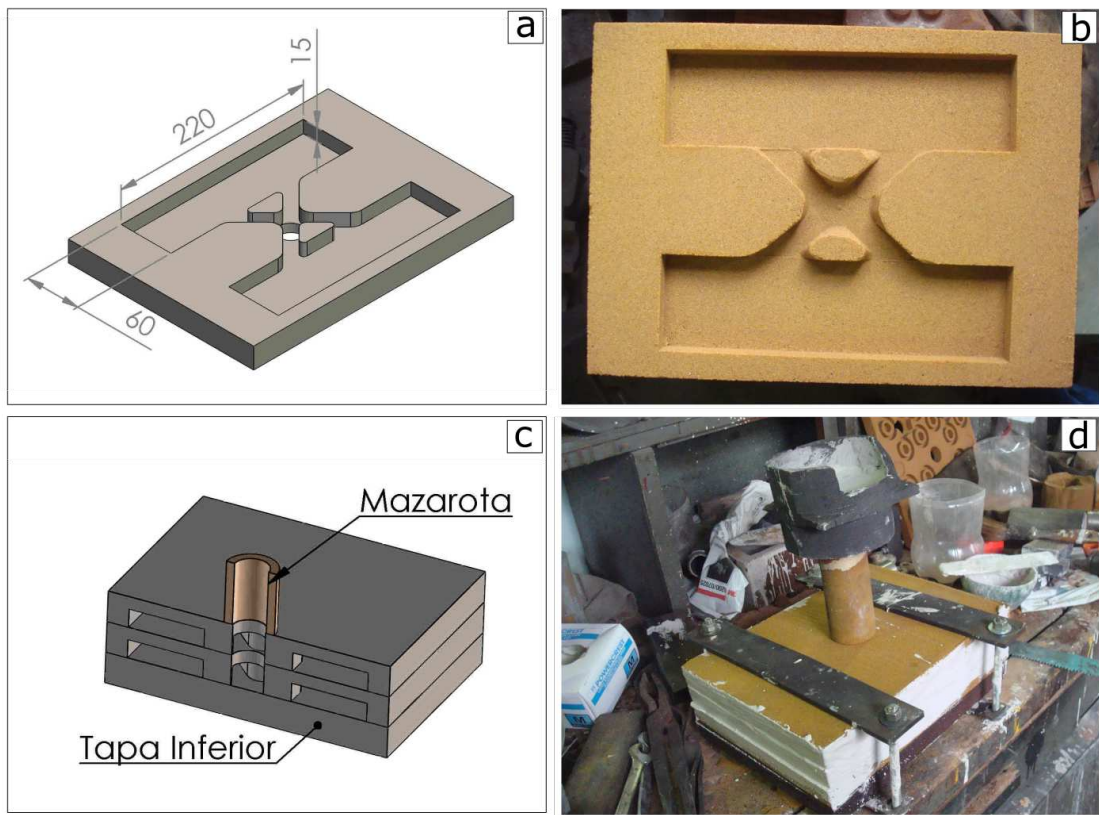
En una primera instancia se realizaron dos coladas en el Laboratorio de Aleaciones Especiales del Centro Atómico Constituyentes (CNEA), para obtener la aleación Fe-15Mn-3Si. Se utilizó un horno de inducción ALD VIM-6, con una frecuencia de 4 kHz y con cámara de moldeo protegida con atmósfera de argón. Como materia prima se utilizó silicio metálico y escamas de manganeso de calidades comerciales, mientras que el hierro se obtuvo a partir de trozos de alambón de acero AISI 1005, con un contenido de carbono de 0,04%. La materia prima se fundió en un crisol de alúmina, con un volumen calculado para colar de 8 kg de Fe. En la Figura 3.1 se observan el crisol junto a la lingotera de arena en el interior de la cámara del horno. Los moldes utilizados para armar la lingotera fueron elaborados en arena de moldeo, con un diseño interior que consiste en un canal de colada y dos lingotes de  $220 \times 60 \times 15$  mm, como se observa en las Figuras 3.2 (a) y (b). La lingotera se obtuvo apilando dos moldes individuales sobre una base de arena, y sobre estos se fijó una mazarota, tal como muestran las Figuras 3.2 (c) y (d).



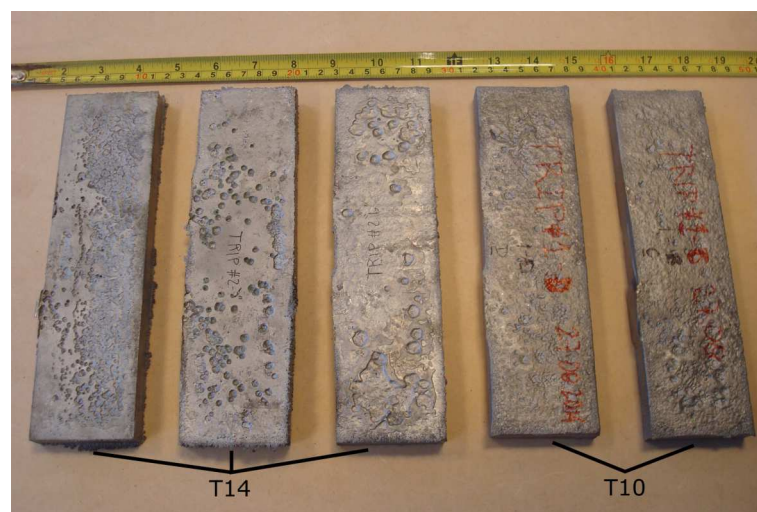
**Figura 3.1:** Cámara del horno de inducción. En su interior se encuentran el crisol cargado de materia prima y la lingotera de arena

Las coladas se realizaron llevando al horno a una potencia máxima de 36 kW, en un lapso de tiempo de entre 40 y 50 minutos. De las dos coladas realizadas se obtuvieron cinco lingotes de aproximadamente 1,4 kg cada uno (Figura 3.3). Los dos lingotes de la primer colada se denominaron **G1-10** y los tres de la segunda colada **G1-14**, ambas denominaciones relativas a sus contenidos de carbono, como expresa la Tabla 3.1. Las mediciones de composición química mostradas en la Tabla 3.1 se realizaron en dos zonas distintas de cada lingote mediante espectrometría de emisión óptica por descarga luminiscente.

Una tercer colada, de la misma aleación Fe-15Mn-3Si, se realizó en la Universidad de Concepción (Chile) utilizando un horno de inducción con una fuente de similares características a la utilizada para obtener las aleaciones **G1-10** y **G1-14**. El crisol de alúmina para 10 kg se cargó con materia prima de idéntica calidad a la previamente descrita. El material fundido se coló en un molde tipo *sifón* fabricado en acero 1045 y recubierto con pintura refractaria de Zirconio. De esta colada, denominada **G1-05**, se obtuvieron dos lingotes de dimensiones  $195 \times 95 \times 18$  mm y de 2,6 kg cada uno. Los mismos presentaron una mejor terminación superficial, en comparación con los **G1-10** y



**Figura 3.2:** (a) y (b) Diseño interior del molde utilizado, (c) y (d) lingotera, a partir de los moldes apilados, con mazarota



**Figura 3.3:** Cinco lingotes obtenidos de acero Fe-15Mn-3Si (Generación 1). Se indican sus denominaciones G1-10 y G1-14, en función de su contenido de C.

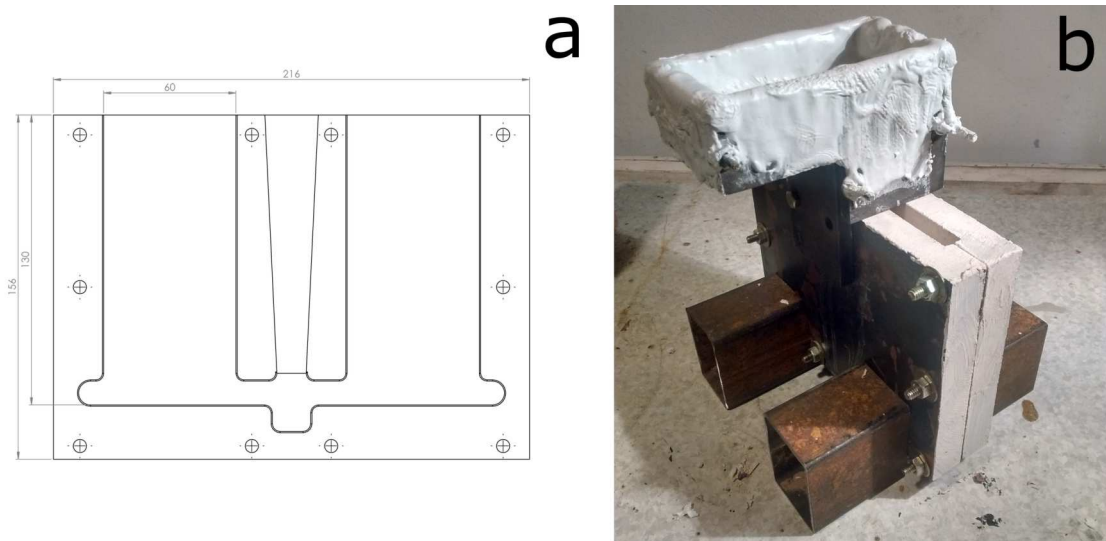
**G1-14**, y mantuvieron su contenido de carbono cercano al del alambrón utilizado como materia prima, tal como indica la Tabla 3.1.

Aleación/Elemento	Mn [%]	Si [%]	C [%]	Fe [%]
<b>G1-14</b>	15,44	3,12	0,142	bal.
	15,38	3,17	0,145	bal.
<b>G1-10</b>	15,53	3,08	0,103	bal.
	15,56	3,06	0,101	bal.
<b>G1-05</b>	14,78	2,95	0,053	bal.
	14,84	3,02	0,053	bal.

**Tabla 3.1:** Composición química de los lingotes de aleación de Generación 1, determinada por espectrometría de emisión óptica por descarga luminiscente.

### 3.1.2. Aceros Generación 2

La Generación 2 de aceros, consistió en una colada para obtener una aleación de composición Fe-18Mn-2Si-2Al. Se realizó en el horno de inducción del Laboratorio de Aleaciones Especiales del Centro Atómico Constituyentes (CNEA), pero esta vez la colada se efectuó al aire. La materia prima utilizada consistió en trozos de un lingote de aleación **G1-05**, con adiciones de aluminio metálico de alta pureza y escamas de manganeso de calidad comercial. Se utilizó un molde metálico, diseñado y fabricado en el taller del IFIR, recubierto por pintura refractaria de Zirconio. El molde consistió en dos tapas idénticas individuales de acero AISI 1045, según el diseño de la Figura 3.4 (a), que se unían entre sí mediante bulones y tuercas. Se fabricó también, en el mismo material, un embudo. El conjunto del molde más embudo, ya recubierto interiormente con pinturas refractarias, se muestra en la Figura 3.4 (b). De esta colada se obtuvieron dos lingotes de la aleación denominada **G2**, como se puede ver en la Figura 3.5. La composición química resultante, a partir de análisis de espectrometría de emisión óptica de distintas zonas del lingote, se indica en la Tabla 3.2.



**Figura 3.4:** (a) Plano de una de las mitades del molde, (b) molde metálico y embudo, pintados interiormente con pintura refractaria, listo para la colada.

Aleación/Elemento	Mn [%]	Si [%]	Al [%]	C [%]	Fe [%]
<b>G2</b>	17,85	2,05	1,9	0,05	bal.
	18,82	2,06	1,87	0,05	bal.

**Tabla 3.2:** Composición química, obtenida a través de análisis de emisión de espectroscopía óptica, de los lingotes de la Generación 2.

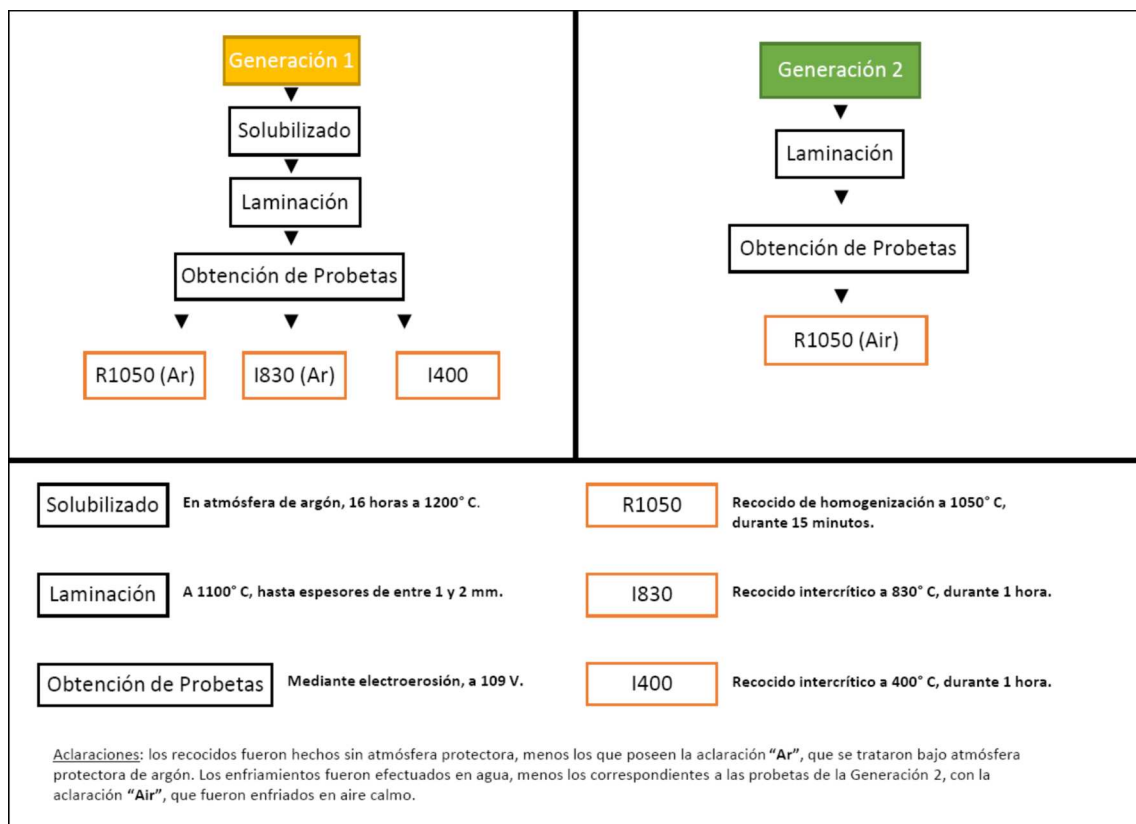
## 3.2. Procesamiento termomecánico

En el gráfico de la Fig. 3.6 se detallan los procesos termomecánicos a los que cada material fue sometido, con sus denominaciones correspondientes. Los tratamientos térmicos y calentamientos para laminado de chapas se realizaron en un horno de mufla con una temperatura máxima de 1100 °C (sin atmósfera protectora), mientras que para los tratamientos que se realizaron bajo atmósfera protectora de argón se utilizó un horno tubular Heraeus ROK A 6/60, equipado con un controlador de temperatura PID Novus N480D (tratamientos indicados en la Fig. 3.6 con la aclaración “Ar”). Según estas denominaciones, una muestra indicada como G1-05-R1050(Ar) estaría refiriéndose a una chapa de la Generación 1 con contenido de carbono de 0,05 %, que se fue sometida a un recocido de homogenización a 1050 °C durante 15 minutos, y seguidamente de un temple



**Figura 3.5:** *Lingotes obtenidos de acero Fe-18Mn-2Si-2Al (Generación 2), utilizando un molde metálico. Entre los lingotes se observa el material solidificado en el canal de colada y el embudo.*

al agua. Todos los procesos de laminados de lingotes y chapas fueron realizados con una laminadora de laboratorio de 4 HP de potencia y 16,5 r.p.m., perteneciente al taller del Instituto de Física Rosario. El método de obtención de probetas se describe en la Sección 3.2.1.



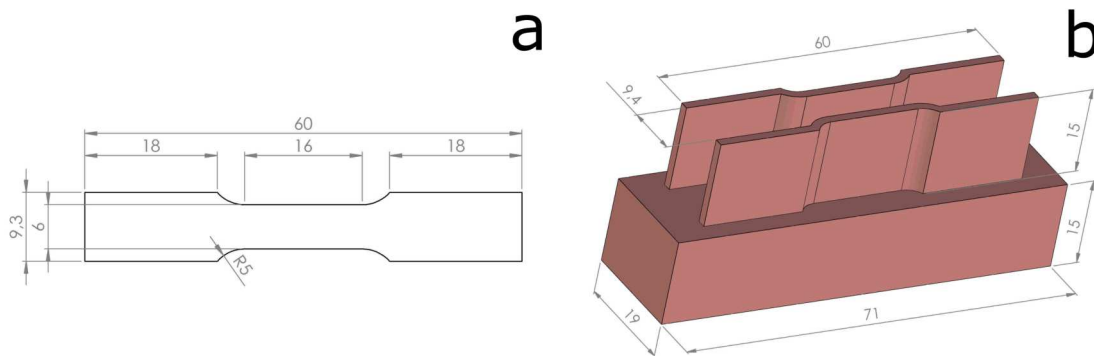
**Figura 3.6:** Diagrama de los procesos termomecánicos de las probetas obtenidas.

Se realizaron también otros procesos termomecánicos a las probetas de la aleación **G1**, tales como recocido de homogenización a 1100 °C durante 1 h, electropulido a la superficie, laminado en frío previo a los recocidos, etc. Ninguno de estos resultados se incluye en el presente trabajo debido a que no evidenciaron cambios perceptibles durante la caracterización mecánica y microestructural de las muestras.

### 3.2.1. Obtención de probetas

### 3.2.2. Probetas para ensayo de tracción

El modelo de probetas utilizadas se diseñó de acuerdo a las normas ASTM E8M y se muestra en la Figura 3.7 (a). Los espesores de probetas variaron entre 1 y 2 mm, dependiendo del espesor original de las chapas laminadas. El maquinado de las mismas fue por electroerosión por penetración (EDM), utilizando un equipo ACTSPARK SP1 con control CNC, perteneciente al Instituto de Física. La diferencia de potencial fue de 109 V en todos los casos. El diseño del electrodo de cobre fabricado para obtener las probetas se muestra en la Figura 3.7 (b). Algunas probetas fueron maquinadas mediante electroerosión por hilo (WEDM). Los resultados experimentales arrojados por estas muestras no fueron incluidos en este trabajo debido a las distorsiones, geométricas y dimensionales, que poseían como consecuencia de la relajación de tensiones durante el corte de las chapas.



**Figura 3.7:** (a) Probeta según normas ASTM E8M, y (b) diseño de electrodo de cobre para maquinado por electroerosión

### 3.2.3. Probetas para ensayo de impacto

Las probetas para ensayo mecánico de impacto, o Charpy, se maquinaron de acuerdo a las normas ASTM E023–02 (solo se realizaron estos ensayos en la aleación G2). Los especímenes fueron del tipo “subsize”, con un largo de 55 mm, un ancho de 10 mm, y un espesor de 2,5 mm, respetando las tolerancias que indica la norma. La entalla se maquinó según las denominadas “tipo A”. Tras el maquinado mecánico, todas las probetas fueron

recocidas a 1050 °C durante 15 minutos y enfriadas al aire calmo.

### 3.3. Ensayos mecánicos de probetas

#### 3.3.1. Ensayos de tracción

A fin de determinar las propiedades mecánicas de las aleaciones elaboradas se realizaron, durante el desarrollo de este trabajo, múltiples ensayos de tracción uniaxial. Los ensayos se realizaron a tres velocidades de travesaño diferentes, 0,45 mm/min, 120 mm/min y 8000 mm/min, que corresponden a velocidades de deformación iniciales de  $4,7 \times 10^{-4}$ ,  $1,3 \times 10^{-1}$  y  $8,3 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente, para las probetas utilizadas. También se realizaron ensayos a diversas temperaturas. Para esto, se utilizaron dos equipos de tracción uniaxial, en función de la velocidad de ensayo. Los ensayos a velocidad de travesaño de 0,45 mm/min y 120 mm/min se efectuaron 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. Los ensayos a 8000 mm/min se llevaron a cabo en una máquina servo-hidráulica MTS-810, con una carga máxima de 100 kN, perteneciente al Laboratorio de Ensayos Mecánicos del Departamento de Caracterización de Materiales del Centro Atómico Bariloche (CAB).

Con el fin de estudiar la respuesta tensión-deformación a distintas temperaturas, se equipó a la máquina Instron 3382 con una cámara térmica, con control de temperatura (rango entre  $-80$  y  $250$  °C), como se observa en la Fig. 3.8. Para este experimento, todos los especímenes ensayados fueron deformados a una velocidad de 0,45 mm/min, hasta la rotura.

#### 3.3.2. Correlación digital de imagen (DIC)

Debido a la imposibilidad de utilizar extensómetro para la medición de las deformaciones en los ensayos de tracción, por incompatibilidades dimensionales con las probetas, se tomaron los datos provenientes del desplazamiento del travesaño de la máquina de ensayo. Para esto se calcularon factores corrección de los valores arrojados, en función de la velocidad de deformación, que fueron aplicados solo a los ensayos de las probetas



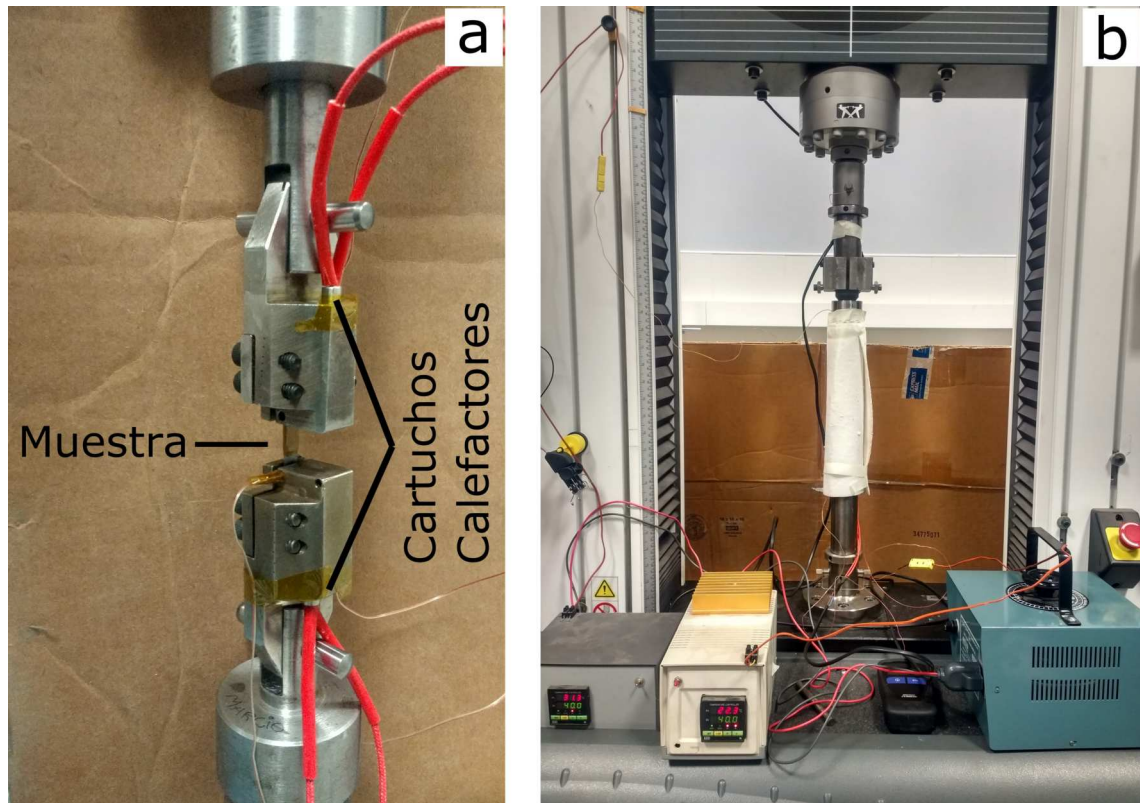
**Figura 3.8:** Instron 3382, con cámara térmica para control de temperatura entre  $-80$  y  $250^{\circ}\text{C}$

de la aleación **G2**. En el Apéndice A se detalla la justificación y el procedimiento que fue llevado a cabo, mediante análisis por Correlación Digital de Imagen, para obtener dichos factores. Todos los resultados de deformación provenientes de especímenes **G2** se presentan en esta Tesis con las correcciones aplicadas.

### 3.3.3. Determinación de temperatura $M_s^{\sigma}$

Para la determinación de la temperatura  $M_s^{\sigma}$  se diseñaron dos cabezales especiales para sujetar probetas en la Instron 3382. En los mismos se alojaron resistencias calefactoras, alimentadas por un transformador variable y controladas individualmente por controladores del tipo PID. Los datos de entrada de los controladores provenían de termocuplas tipo K, soldadas a las probetas con el fin de estabilizar las temperaturas de las mismas. Los ensayos para la determinación de la temperatura  $M_s^{\sigma}$  se realizaron hasta el punto de fluencia  $R_{p0,2}$ , a una velocidad de  $0,45$  mm/min y a temperaturas entre  $-30$  y  $100^{\circ}\text{C}$ .

La adquisición de datos *in-situ* se llevó a cabo mediante un multímetro digital, equipado también con termocuplas tipo K. En la Fig. 3.9 se muestra el dispositivo de sujeción utilizado.



**Figura 3.9:** (a) Cabezales con cartuchos calefactores. (b) Set-up del sistema de medición y control de temperatura (el dispositivo de sujeción se observa aislado con fibra de alúmina).

### 3.3.4. Ensayo de impacto

Para la determinación de la temperatura de transición dúctil-frágil se realizaron una serie de ensayos de impacto, mediante el método de Charpy, de acuerdo a las normas ASTM E023-02. Se utilizó un máquina de ensayo Wolpert-Amsler tipo PW 30/15 (ver Fig. 3.10), perteneciente al Laboratorio de Ensayos Mecánicos de la Dirección General de Asistencia Técnica (DAT) de la Pcia. de Santa Fe. Se utilizaron pesas correspondientes a una energía inicial del martillo de 150 J. Las temperaturas de ensayos fueron: -196, -108, -94, -76, -61, -60, -45 y 20 °C. Estas temperaturas se eligieron a medida que se efectuaban los ensayos con el objetivo de delimitar las regiones de diferente comportamiento.



**Figura 3.10:** *Máquina de ensayo de Charpy, del Laboratorio de Ensayos Mecánicos (DAT).*

## 3.4. Caracterización microestructural

En esta sección se describen las técnicas utilizadas para la caracterización microestructural de las aleaciones **G1** y **G2**.

### 3.4.1. Microscopía óptica

Las fotografías de microscopía óptica fueron tomadas en un microscopio metalográfico Olympus PME3, equipado con una cámara de 3 MP, perteneciente al IFIR. Las muestras se cortaron mediante electroerosión por penetración (EDM) o utilizando una cortadora metalográfica de precisión Buehler ISOMET, según conveniencia. Las muestras cortadas de pequeñas dimensiones fueron incluidas en pastillas de resina fenólica (bakelita). Todos los especímenes observados fueron preparados siguiendo procedimientos estándar de desbaste y pulido hasta pasta de diamante de  $1\ \mu\text{m}$ . Posteriormente, para la revelación de sus microestructuras, las muestras fueron sometidas a pulido electroquímico, utilizando un equipo Struers Polipower, y/o ataques químicos, según el caso. Los reactivos y los

electrolitos utilizados se detallan en la Tabla 3.3. También se establecen los parámetros de corriente y temperatura de los electropulidos.

Denominación	Descripción
<b>EP1</b>	80 % ácido acético / 20 % ácido perclórico (2 A y $0 < T < 10$ °C)
<b>EP2</b>	90 % etanol / 10 % ácido perclórico (2 A y $0 < T < 10$ °C)
<b>R1</b>	Nital 2 %: 2 ml HNO <sub>3</sub> y 98 ml etanol. %
<b>R2</b>	Metabisulfito de sodio 10 %: 10 g Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> en 100 ml de H <sub>2</sub> O

**Tabla 3.3:** Listado de reactivos y electrolitos utilizados para la preparación de muestras.

Las muestras para MO de probetas **G1** traccionadas se extrajeron de regiones cercanas a la zona de rotura de las mismas. El pulido de éstas se realizó según los estándares de preparación, y luego se atacaron con reactivo **R1** durante 60 segundos, seguido de un coloreado con reactivo **R2** por 8 segundos. Para el caso de las aleaciones **G2**, las muestras sin deformaciones se prepararon mediante un ataque con reactivo **R1**, durante 30 segundos, mientras que los especímenes deformados fueron previamente electropulidos, utilizando los parámetros **EP1**. La micrografías utilizadas para medir tamaño de grano austenítico de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al, del estado sin deformación, se obtuvieron de muestras primeramente electropulidas con parámetros **EP1**, posteriormente atacadas con reactivo **R1** y finalmente con **R2**. 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.

### 3.4.2. Difracción de rayos X

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 Cu- $K\alpha_1/K\alpha_2$  y operado a 40 kV y 30 mA. El paso fue de 0,02 °, con un tiempo por paso de 2 s.
2. PANalytical Empyrean, con ánodo de Cu- $K\alpha_1/K\alpha_2$  y operado a 40 kV y 40 mA. El paso fue de 0,013 °, con un tiempo por paso de 108,12 s.

Los barridos se realizaron entre  $35 \leq 2\theta \leq 105^\circ$ . Las muestras observadas se sometieron a un electropulido en condición **EP1** (según Tabla 3.3), a fin de eliminar capas superficiales de óxido o posibles martensitas inducidas mecánicamente durante el pulido. Para las muestras que no hayan sido analizadas con las condiciones aquí descritas, se especificarán los parámetros utilizados.

La caracterización y cuantificación de fases de los difractogramas obtenidos mediante rayos X se realizó mediante un refinamiento de Rietveld [71, 72], utilizando el software *Maud (Materials Analysis using Diffraction)*, basado en Java, versión 2.79

### 3.4.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Los barridos realizados para obtener fractografías de muestras ensayadas mecánicamente y los análisis mediante espectroscopía de rayos X por energía dispersiva (EDS), se llevaron a cabo utilizando un microscopio LEITZ AMR 1000, equipado con un detector OXFORD X-Max<sup>N</sup> Silicon Drift. Las muestras se extrajeron mediante una cortadora metalográfica, y los especímenes para análisis mediante EDS se prepararon mediante pulido mecánico.

Para el análisis microestructural de fases se utilizó un microscopio FEG-SEM Quanta 200, equipado con un sensor CCD EDAX DigiView, para difracción de electrones retrodifundidos (EBSD). Para el procesamiento de los resultados se utilizó el software OIM V 5.3, también de la marca EDAX. Las imágenes obtenidas con EBSD corresponden a un paso de 50 nm. Las muestras se pulieron mecánicamente hasta  $1 \mu\text{m}$ , y luego adicionalmente pulidas en suspensión de sílica coloidal (partículas de  $0,05 \mu\text{m}$  de diámetro), mediante vibradora, antes de ser analizadas.

### 3.4.4. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

La caracterización microestructural mediante TEM se llevó a cabo utilizando un microscopio JEOL JEM-2100, operado a 200 kV. Las muestras fueron cortadas de muestras ensayadas a tracción y de chapas recocidas, que fueron previamente pulidas mecánicamente. El electropulido de las discos obtenidos para TEM se realizó utilizando un equipo TENUPO 5 con doble-jet, configurado a 20,5 V. Como electrolito se utilizó una solución

de 90 % etanol / 10 % ácido perclórico, a una temperatura de -11 °C.

## 3.5. Caracterización termodinámica

### 3.5.1. Dilatometría

Para la medición de dilatometría se utilizó un transformador LVDT y se evaluó el rango de temperaturas comprendido entre -120 y 200 °C, con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de aproximadamente 0,15 °C s<sup>-1</sup>. Para el control de temperaturas se empleó un controlador NOVUS N1200, con termocuplas tipo K fijadas a las muestras mediante soldadura de punto. Las muestras se obtuvieron de chapas laminadas de aleación G2. De las mismas se cortaron prismas de dimensiones 6 × 4 × 10,5 mm, con una cortadora metalográfica de precisión Buehler ISOMET. Se les realizó un recocido de homogenización a 1050 °C durante 10 minutos, y fueron enfriadas al aire calmo.

### 3.5.2. Resistividad

Las mediciones de resistividad se llevaron a cabo utilizando un amplificador Lock-in modelo Sr-510 Stanford Reseach. La corriente en los contactos exteriores fue aplicada a través de un circuito aislado del ruido, el cual constaba de un generador de señal operando a 1 kHz y una resistencia de 1 kΩ, de modo de aplicar una corriente de aproximadamente 10 mA. La temperatura fue medida por medio de una termocupla tipo K conectada a una punta fría y a un nanovoltímetro Agilent 34420A. Se midieron la resistencias en un rango de temperatura de entre -170 y 350 °C, con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de aproximadamente 0,08 °C s<sup>-1</sup>. Las muestras analizadas mediante resistividad se obtuvieron de chapas recocidas a 1050 °C durante 15 minutos, y enfriadas en agua. De las mismas se cortaron láminas rectangulares de 2 × 0,5 cm, con una cortadora metalográfica de precisión Buehler ISOMET. Se rebajaron hasta un espesor de 0,5 mm, mediante desbaste mecánico y posterior electropulido en condición **EP1**.



# Capítulo 4

## Resultados

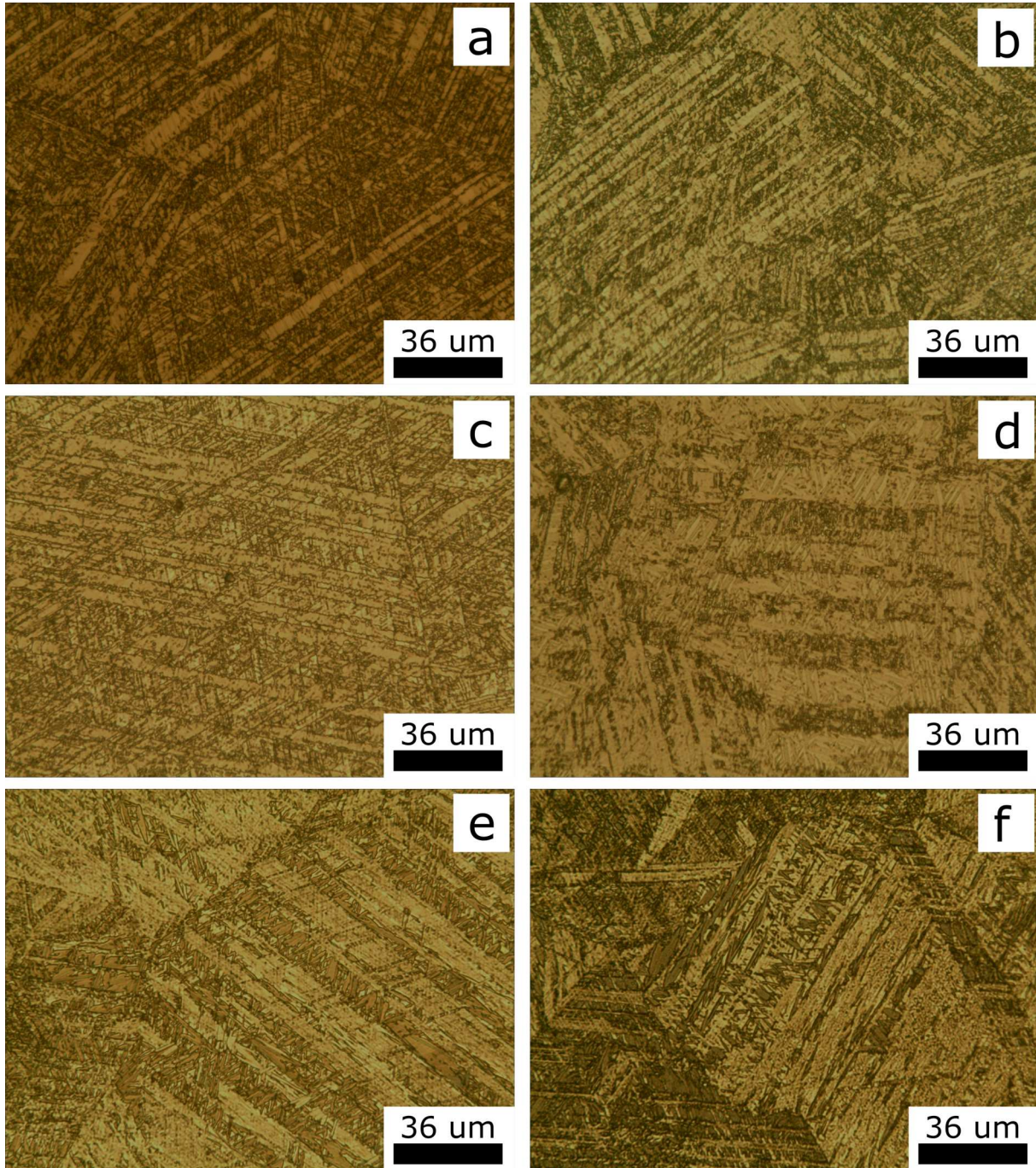
### 4.1. Aceros Generación 1

En esta sección se muestran los resultados obtenidos en la caracterización mecánica, microestructural y termodinámica de las muestras de aleación **G1**. Se realizaron ensayos combinando muestras con los tres contenidos de carbono, indicadas en tabla 3.1 como **G1-14**, **G1-10** y **G1-05**, con las rutas **R1050**, **I830** e **I400**, según la Figura 3.6. De los mismos sólo se incluirán los más significativos, y se omitirá el resto por no aportar datos relevantes a la discusión.

#### 4.1.1. Microscopía Óptica

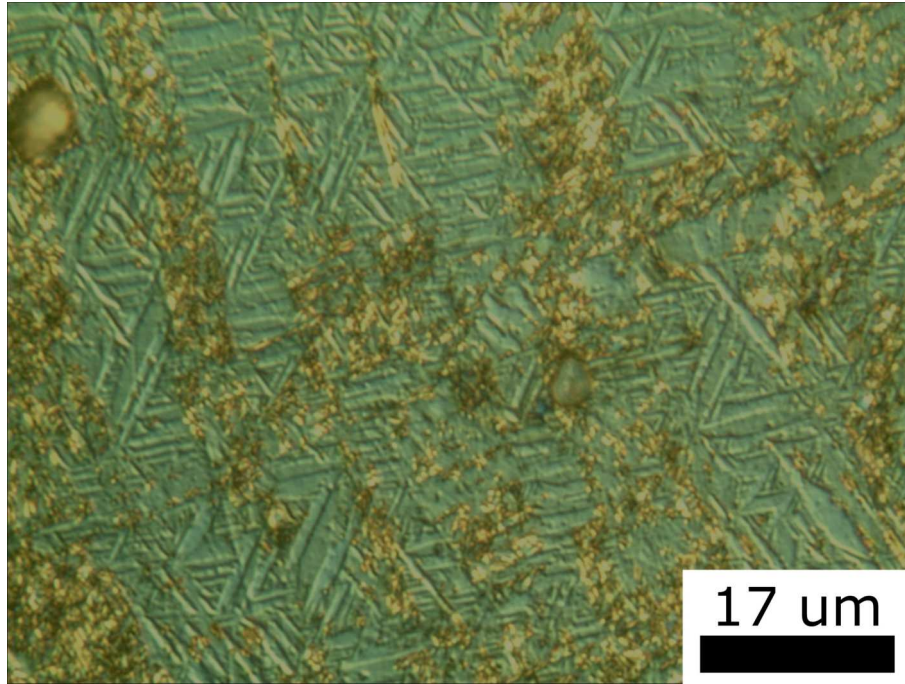
Se realizaron micrografías ópticas de las chapas: **G1-05-R1050(Ar)**, **G1-05-I830(Ar)** y **G1-10-I400**, antes y después de ser ensayadas a tracción uniaxial hasta la rotura a una velocidad de 0,45 mm/min. Las Figs. 4.1 (a) y (b) muestran las microestructuras de las muestras **G1-05-R1050(Ar)**, antes y después de la tracción, respectivamente. De la misma forma, las Figs 4.1 (c) y (d) muestran los especímenes de **G1-05-I830(Ar)**, y las (e) y (f) de **G1-10-I400**. En todos los casos se observan placas de martensitas  $M-\varepsilon$ , en cuyo interior se hallan las  $M-\alpha'$ , de morfología lenticular en sus distintas variantes. A simple vista, no se aprecian diferencias significativas en la fracción en volumen de las fases presentes entre las distintas micrografías.

Un detalle de las placas de martensitas puede verse en la micrografía de la Figura 4.2,



**Figura 4.1:** Microscopías ópticas ( $500\times$ ) de *G1-05-R1050(Ar)*, *G1-05-I830(Ar)* y *G1-10-I400* antes del ensayo de tracción (a, c y e, respectivamente) y después de deformadas a rotura (b, d y f). Las microestructuras observadas presentan similares morfologías.

adquirida utilizando luz polarizada y con  $1000\times$  de aumento. Las martensitas puede verse de color celeste, mientras que el color beige corresponde a la austenita.

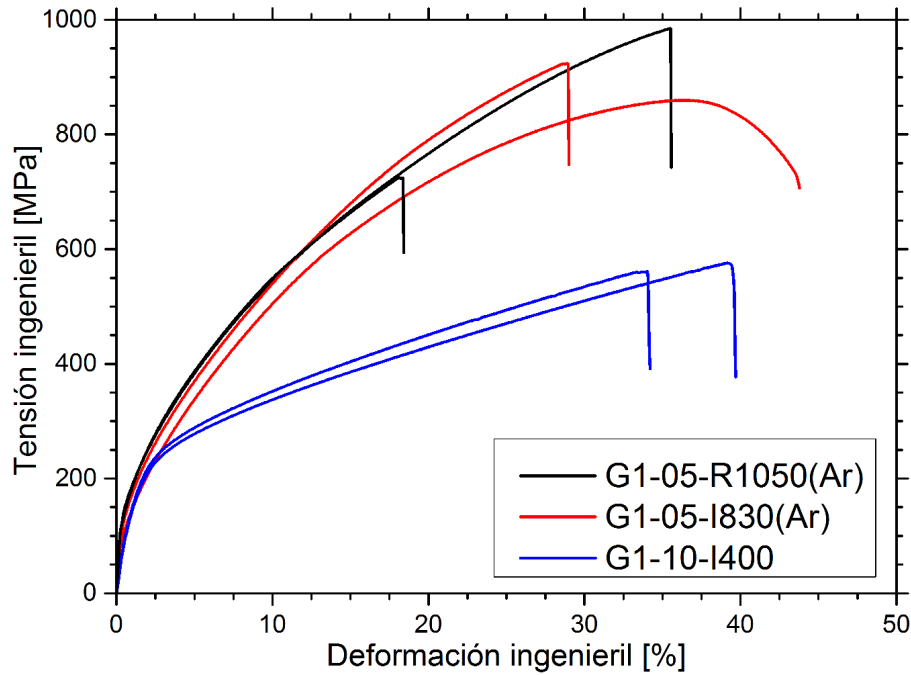


**Figura 4.2:** Microscopía óptica de  $1000\times$ , obtenida con luz polarizada, de **G1-05-I830(Ar)** después del ensayo a rotura. En celeste se marcan las martensitas y en beige la austenita.

#### 4.1.2. Propiedades mecánicas

En la Figura 4.3 se muestran las curvas ingenieriles de tensión-deformación obtenidas mediante ensayos de tracción uniaxial, a velocidad cuasi-estática de  $0,45 \text{ mm/min}$ , que corresponde a una velocidad de deformación inicial de  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  para la geometría de probeta ensayada. Los ensayos corresponden a las mismas tres chapas mostradas en la Sección 4.1.1: **G1-05-R1050(Ar)**, **G1-05-I830(Ar)** y **G1-10-I400**.

Todas las curvas, excepto una correspondiente a una muestra de **G1-05-I830(Ar)**, no presentan “necking” o estricción localizada (la curva que presenta esta deformación localizada fue la única que mostró dicho comportamiento anómalo en todos los ensayos realizados sobre la aleación **G1**, durante el desarrollo experimental de esta Tesis). Tanto los especímenes recocidos a  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  como los intercríticos a  $830 \text{ }^\circ\text{C}$ , muestran un elevado endurecimiento por deformación, mientras que los recocidos a  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  poseen un



**Figura 4.3:** Curvas de tensión-deformación ingenieriles de especímenes de **G1** ensayados a tracción a  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , hasta la rotura.

endurecimiento no tan marcado. Las propiedades mecánicas se detallan en la Tabla 4.1.

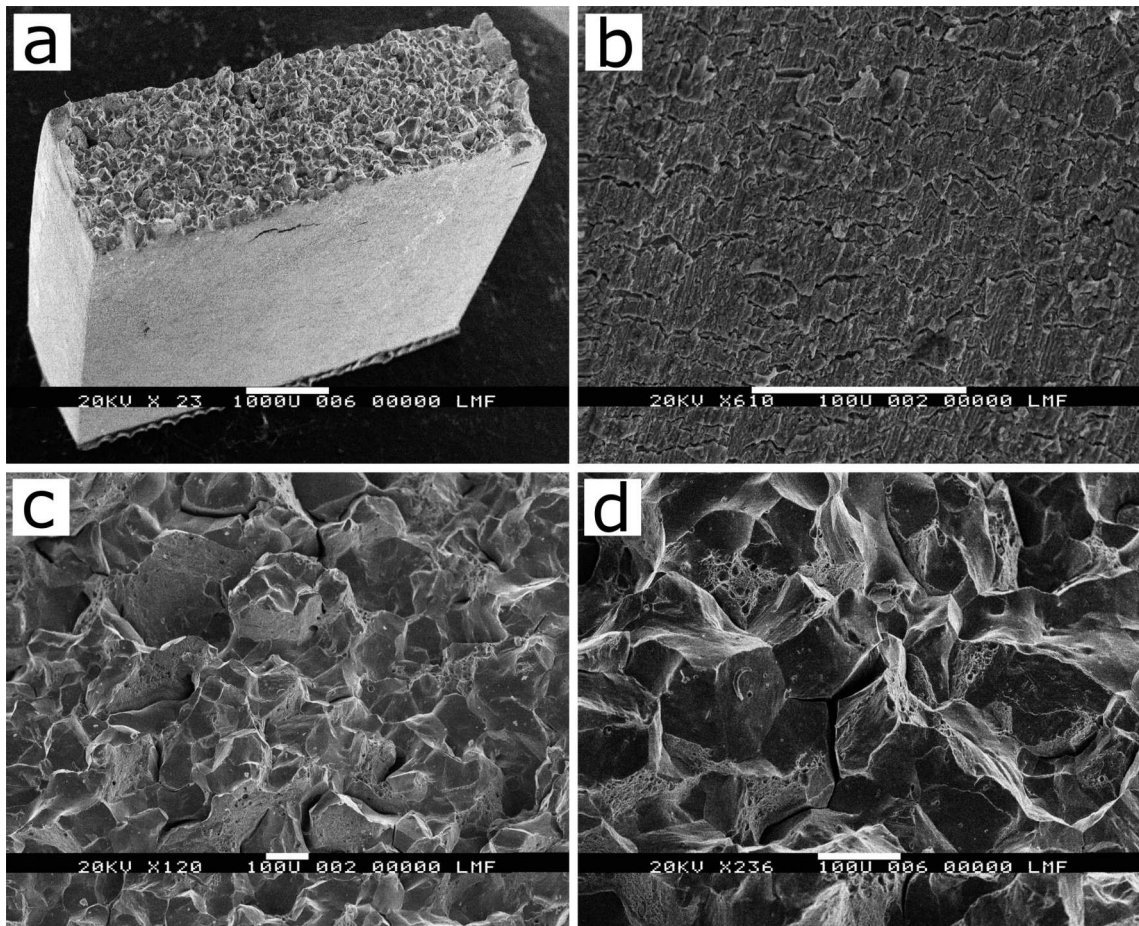
Muestra	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_g$ [%]	$A$ [%]
<b>G1-05-R1050(Ar) - 1</b>	149	984	33	33
<b>G1-05-R1050(Ar) - 2</b>	140	724	17	17
<b>G1-05-I830(Ar) - 1</b>	105	860	35	42
<b>G1-05-I830(Ar) - 2</b>	131	923	27	27
<b>G1-10-I400 - 1</b>	134	576	36	36
<b>G1-10-I400 - 2</b>	139	561	31	31

**Tabla 4.1:** Propiedades mecánicas de aceros de la **Generación 1**, sometidos a diferentes tratamientos térmicos y ensayados a  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

### 4.1.3. Fractografías

Las fractografías de las probetas de tracción ensayadas a rotura, descritas en la Sección 4.1.2, fueron obtenidas mediante SEM. Todas las muestras analizadas mostraron similitud

en las apariencias de sus fracturas, por lo que en esta sección solo se presenta el resultado obtenido con las probetas de **G1-05-R1050(Ar)**. En la Fig. 4.4 (a) se puede ver la superficie de fractura intergranular, que podrían estar asociadas a debilidades en bordes de grano. No se observan signos de estricción localizada, pero sobre la superficie frontal se ven algunas fisuras. El detalle de la Fig. 4.4 (b) muestra la superficie frontal con un aumento de  $610\times$ , en donde se aprecia una gran cantidad de fisuras. En las Figs. 4.4 (c) y (d) se observan detalles de la superficie con morfologías facetadas típicas de fracturas intergranulares. Se pueden ver también algunas grietas formadas entre granos y muy pequeñas áreas con microcavidades o *dimples*.



**Figura 4.4:** Fractografías de probetas **G1-05-R1050(Ar)** ensayadas a tracción a  $4,7 \times 10^{-4} s^{-1}$ , hasta la rotura.

#### 4.1.4. Difracción de rayos X

En la Figura 4.5 se ven los difractogramas de rayos X (DRX) de **G1-05-R1050(Ar)**, **G1-05-I830(Ar)** y **G1-10-I400**, antes y después de ser ensayadas a tracción hasta la rotura. En todos los casos la microestructura de partida, antes del ensayo, se compone de las fases  $\gamma_{fcc}$ ,  $\varepsilon_{hcp}$  y  $\alpha'_{bcc}$ . En los casos de **G1-05-R1050(Ar)** y **G1-05-I830(Ar)** (Figuras 4.5 (a) y (b), respectivamente) se observa una desaparición de las reflexiones correspondiente a la fase austenita  $\gamma_{fcc}$ .

Se realizó un refinamiento de Rietveld para dos muestras de **G1-10**, cuyas temperaturas de homogenización fueron 1050 y 1100 °C, con posterior temple en agua, a fin de indagar sobre la temperatura del campo austenítico en el homogenizado. La proporción de fases presentes se muestra en la Tabla 4.2. Puede verse que el mayor porcentaje de austenita retenida se da para la homogenización a 1050 °C, con un 47% en fracción de volumen, siendo un 10% mayor que el tratado a 1100 °C.

Muestra	A- $\gamma_{fcc}$ [%]	M- $\varepsilon_{hcp}$ [%]	M- $\alpha'_{bcc}$ [%]
<b>G1-10-R1050(Ar) - 0% def</b>	47	44	9
<b>G1-10-R1100(Ar) - 0% def</b>	37	47	16

**Tabla 4.2:** Fracciones volumétricas de fases, calculadas mediante refinamiento de Rietveld, para especímenes de aceros **G1-10**, homogenizados a 1050 y 1100 °C, y templados en agua. El error en la medición es de  $\pm 5\%$ .

Eligiendo 1050 °C como temperatura de homogenización de la austenita, se obtuvieron los difractogramas de tres muestras **G1-05-R1050(Ar)**, **G1-10-R1050(Ar)** y **G1-14-R1050(Ar)**, antes y después de someterlas a ensayos de tracción uniaxial a una velocidad cuasi-estática de deformación de  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Con intención de determinar el rol del carbono en la estabilidad de la austenita  $\gamma_{fcc}$ , y analizar el grado de transformación de la misma ante esfuerzos de deformación, se realizó un refinamiento de Rietveld de los patrones de DRX obtenidos. Los resultados se muestran en la Tabla 4.3, junto con la deformación máxima alcanzada en cada ensayo.

En ninguno de los casos expuestos en la Tabla 4.3 se observa un porcentaje de austenita inicial mayor al 50%, siendo 48% y 47% los porcentajes más altos de esta fase, para los

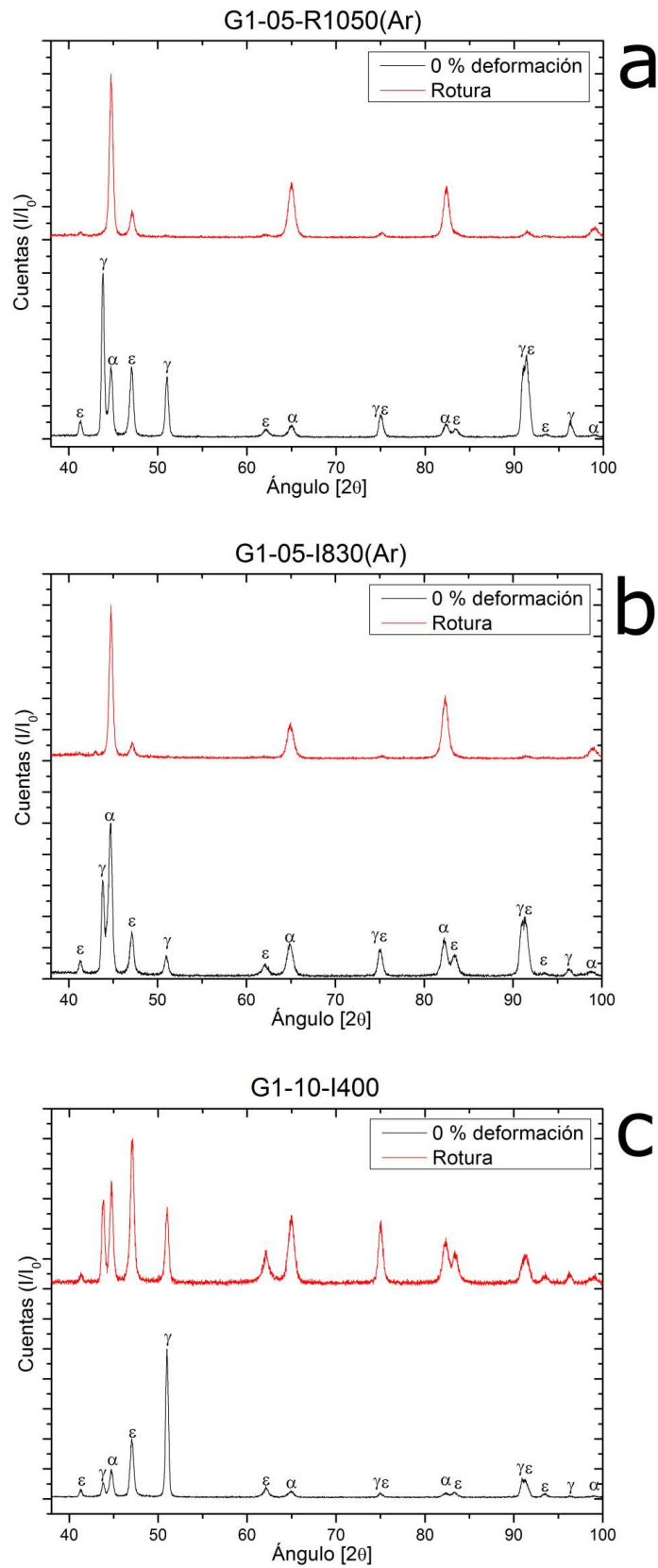


Figura 4.5: DRX de (a) *G1-05-R1050(Ar)*, (b) *G1-05-I830(Ar)* y (c) *G1-10-I400*, antes y después de ser ensayados a tracción hasta la rotura a 0,45 mm/min.

Muestra	A- $\gamma_{fcc}$ [%]	M- $\varepsilon_{hcp}$ [%]	M- $\alpha'_{bcc}$ [%]	A [%]
<b>G1-05-R1050(Ar) - 0 % def</b>	48	32	19	35
<b>G1-05-R1050(Ar) - rotura</b>	< 1	10	90	
<b>G1-10-R1050(Ar) - 0 % def</b>	47	44	9	15
<b>G1-10-R1050(Ar) - rotura</b>	26	55	19	
<b>G1-14-R1050(Ar) - 0 % def</b>	28	30	42	11
<b>G1-14-R1050(Ar) - rotura</b>	18	27	55	

**Tabla 4.3:** Fracciones volumétricas de fases, obtenidas mediante refinamiento de Rietveld. Se evaluaron especímenes de aceros Fe-15Mn-3Si, antes y después de ser ensayados a tracción a  $4,7 \times 10^{-4} s^{-1}$ . El error en la medición de volúmenes es de  $\pm 5\%$ .

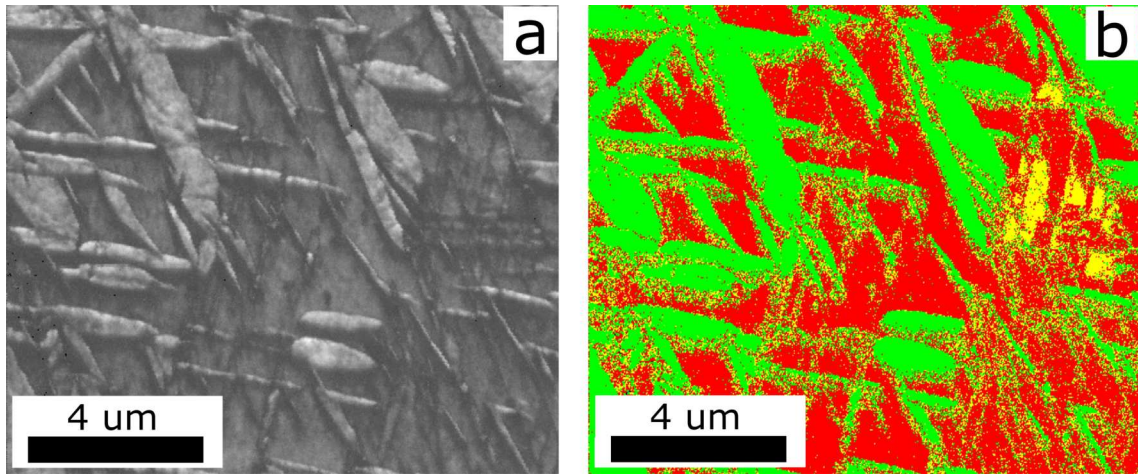
casos de **G1-05-R1050(Ar)** y **G1-10-R1050(Ar)**, respectivamente. La proporción de austenita correspondiente a la muestra **G1-14-R1050(Ar)** es de 28%. Excepto en el caso de **G1-05-R1050(Ar)**, que transforma casi en su totalidad, los otros dos aceros no alcanzan el 50% de transformación durante la deformación.

#### 4.1.5. EBSD

Un análisis mediante microscopía electrónica de barrido fue efectuado a una muestra de **G1-10-R1050(Ar)** deformada a tracción a 0,45 mm/min hasta un 10%. La Figura 4.6 (a) muestra la micrografía obtenida mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD), mientras que la Figura (b) muestra sus fases coloreadas. En estas figuras se puede observar la presencia de gran cantidad de martensita lenticular  $\alpha'$  sobre placas de martensita  $\varepsilon$ , así como también pequeñas porciones residuales de austenita  $\gamma$ . Este alto grado de transformación de la austenita a martensitas durante el enfriamiento y la deformación se condice con los refinamientos presentados en la Tabla 4.3.

#### 4.1.6. Determinación de las temperaturas de transformación

La resistividad en función de la temperatura fue medida para las aleaciones **G1-05**, **G1-10** y **G1-14**. Las curvas resultantes se muestran en la Figura 4.7. Las temperaturas de transformación martensítica  $M_s$  se determinaron mediante el método de la tangente



**Figura 4.6:** Micrografía EBSD de una muestra **G1-10-R1050(Ar)** deformada a tracción a 0,45 mm/min hasta un 10%. La imagen (a) muestra la micrografía obtenidas mediante EBSD, y la imagen (b) muestra sus fases coloreadas: FCC amarillo, BCC verde y HCP rojo.

durante el enfriamiento, mientras que las temperaturas de Néel  $T_N$  se calcularon mediante el mismo método durante el calentamiento. En la Tabla 4.4 se listan las temperaturas calculadas.

Muestra	$M_s$ [ $^{\circ}C$ ]	$T_N$ [ $^{\circ}C$ ]
<b>G1-05</b>	151	9
<b>G1-10</b>	123	-2
<b>G1-14</b>	107	-28

**Tabla 4.4:** Temperaturas de transformación martensítica  $M_s$  y de Néel  $T_N$ , medidas mediante resistividad, para las aleaciones **G1-05**, **G1-10** y **G1-14**

## 4.2. Aceros Generación 2

Al igual que en la Sección 4.1, en esta sección se muestran los resultados obtenidos en la caracterización mecánica, microestructural y termodinámica de muestras de aleación **G2**. La ruta termomecánica para la obtención de las probetas puede verse en la Figura 3.6 y se denomina como **G2-R1050**.

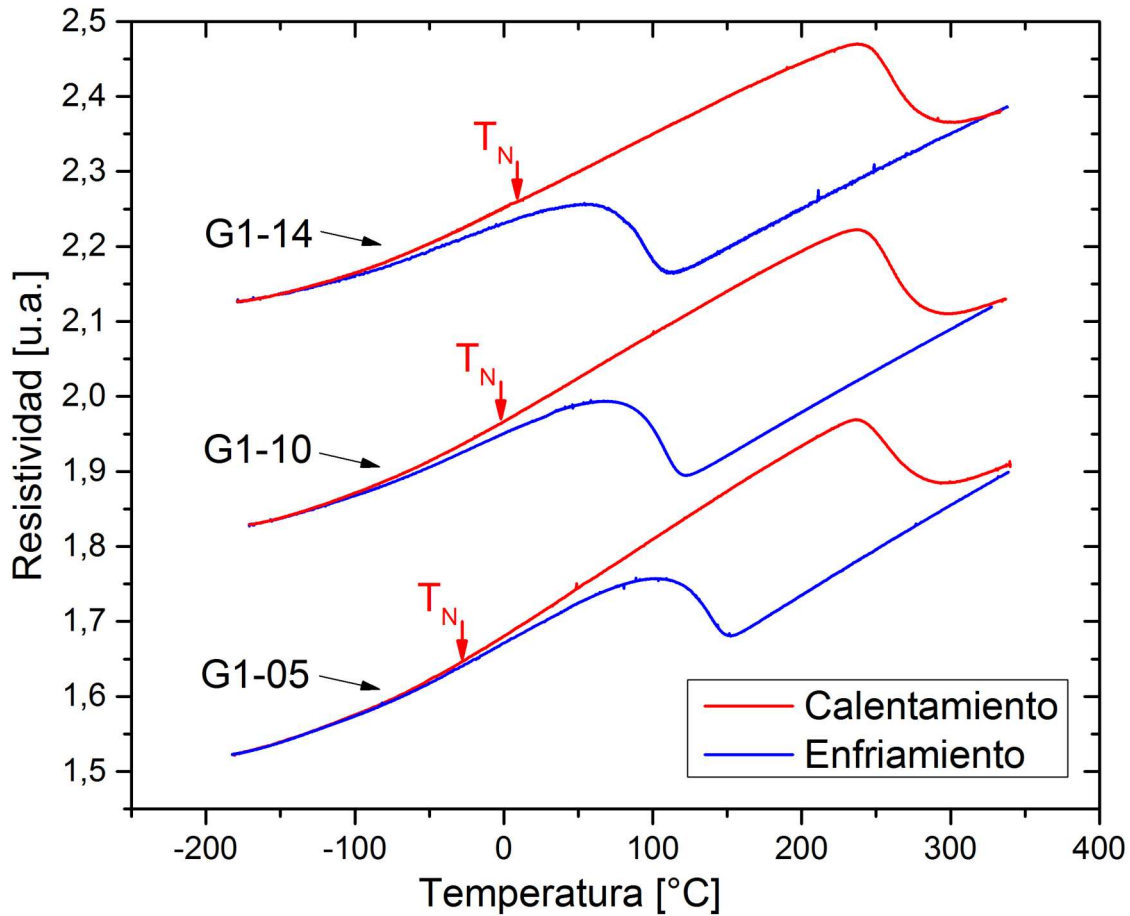
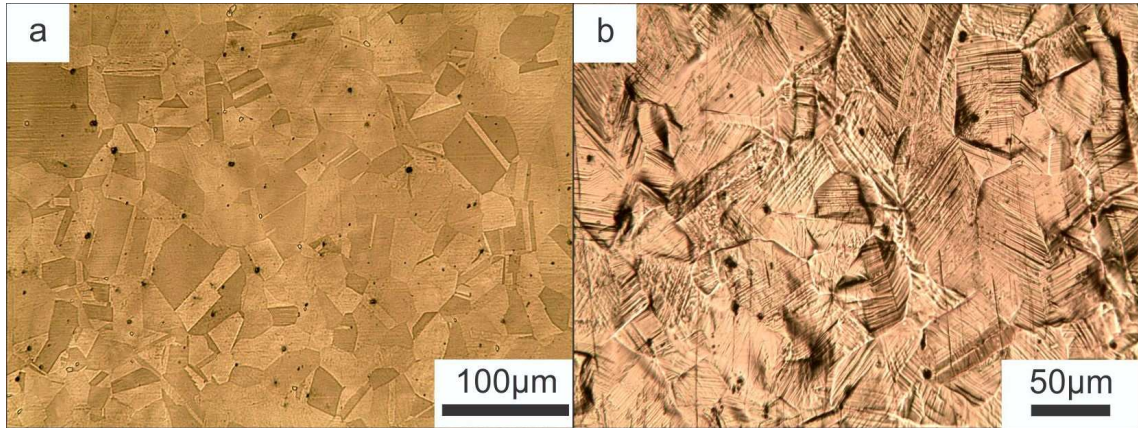


Figura 4.7: Curvas de resistividad de las aleaciones *G1-05*, *G1-10* y *G1-14*.

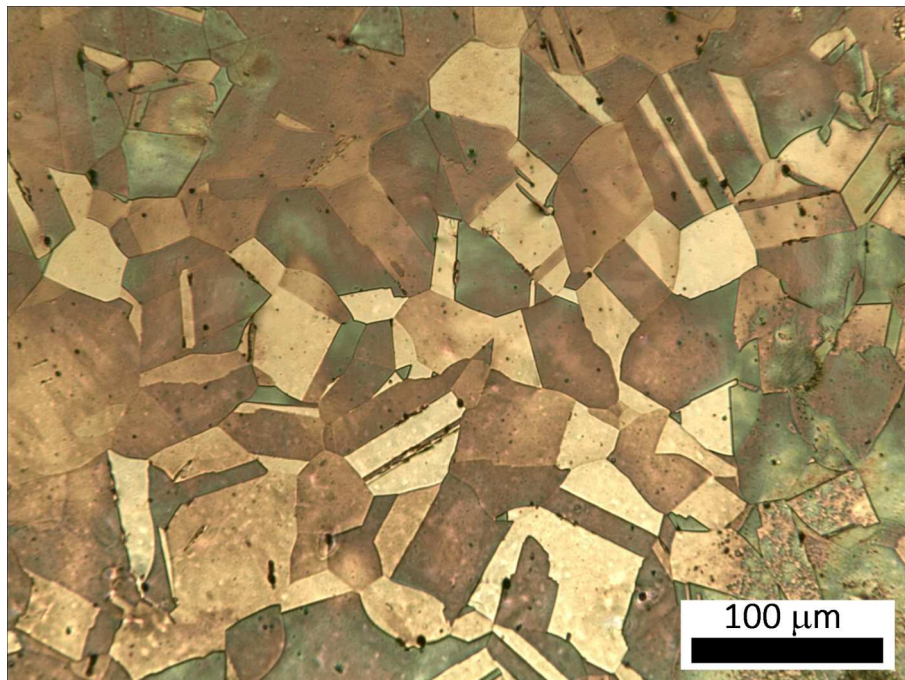
#### 4.2.1. Microscopía Óptica

Las micrografías ópticas de la Figura 4.8 corresponden a **G2-R1050**, para el estado sin deformación del material (a) y para una muestra deformada al 20 % en tracción uniaxial a 0,45 mm/min (b). La aleación enfriada al aire, en su estado sin deformación presenta una microestructura completamente austenítica, tal como muestra la Figura 4.8 (a), mientras que los granos deformados se muestra en la Fig. 4.8 (b), dónde puede apreciarse placas de martensitas orientadas en algunas direcciones preferenciales.

La micrografía de la Fig. 4.9 se obtuvo a fin de medir el tamaño de grano austenítico medio, del estado sin deformación. La fotografía se tomó mediante luz polarizada, y muestra los granos austeníticos coloreados. Imágenes similares fueron procesadas mediante software *ImageJ*, según descripción de la Sección 3.4.1, arrojando un tamaño medio de grano austenítico de  $51 \pm 5 \mu\text{m}$  (G-ASTM 5.5).



**Figura 4.8:** Micrografías ópticas de la aleación *G2-R1050*. (a) Condición sin deformación, mostrando granos austeníticos; (b) granos deformados tras 20 % de deformación uniaxial a velocidad cuasi-estática.



**Figura 4.9:** Micrografía óptica de la aleación *G2-R1050* en condición sin deformación, mostrando granos austeníticos coloreados tras ataque con reactivo *R2*

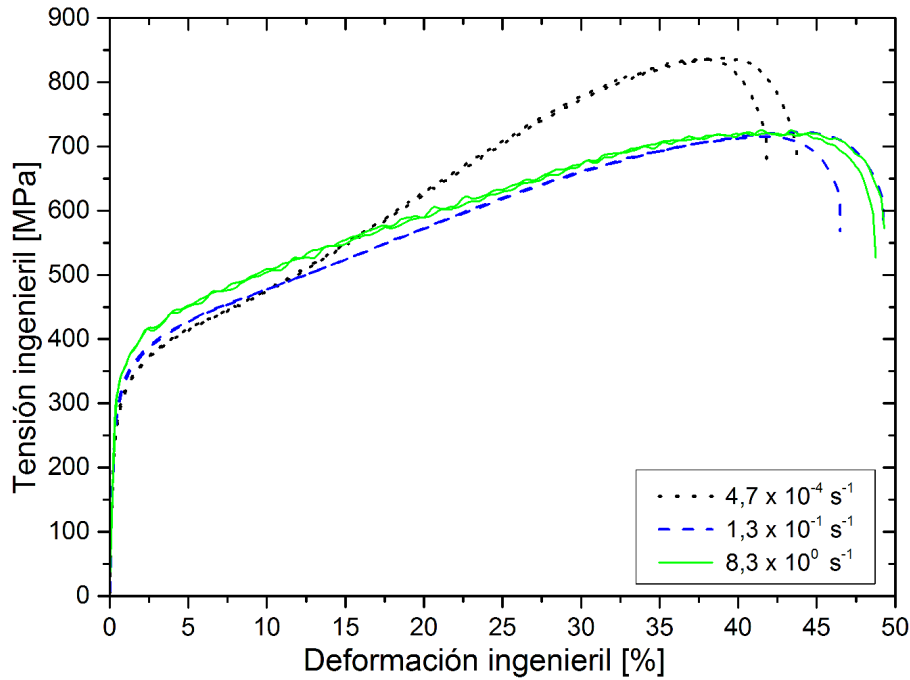
### 4.2.2. Propiedades mecánicas

La Figura 4.10 presenta las curvas de tensión-deformación ingenieril de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al, obtenidas en probetas ensayadas a tracción a tres velocidades iniciales:  $4,7 \times 10^{-4}$ ,  $1,3 \times 10^{-1}$  y  $8,3 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$  (de aquí en adelante también referenciadas como  $10^{-4}$ ,  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente). En la Tabla 4.5 se sintetizan las propiedades mecánicas obtenidas para cada velocidad de deformación. Puede verse que la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  crece levemente con la velocidad. El valor promedio de la tensión máxima  $R_m$  resultó de 837 MPa para la condición cuasi-estática, siendo 115 MPa mayor que las obtenidas para  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . Contrariamente, la deformación uniforme  $A_g$  de los especímenes ensayados a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  es en promedio 4% menor que los valores registrados en los ensayos a  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , que alcanzaron una deformación media del 42%. La elongación a rotura  $A$  también se ve reducida en un 6% para la condición cuasi-estática en comparación con las otras dos velocidades. La Tabla 4.5 también presenta el producto entre  $R_m \times A$ , que es representativo de la capacidad de absorción de energía (CAE). Este cálculo indica que la máxima CAE ocurre para el caso de la carga cuasi-estática, siendo 3,6% y 0,8% mayor que las obtenidas para las condiciones de  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente.

Velocidad de deformación [ $\text{s}^{-1}$ ]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_g$ [%]	$A$ [%]	$R_m \times A$ promedio [MPa %]
$4,7 \times 10^{-4}$ ( $10^{-4}$ )	269	836	37	41	35239
	266	838	38	43	
$1,3 \times 10^{-1}$ ( $10^{-1}$ )	293	723	43	49	33942
	288	715	41	46	
$8,3 \times 10^0$ ( $10^1$ )	325	725	43	49	34946
	327	722	40	48	

**Tabla 4.5:** Propiedades mecánicas de la aleación **G2** a diferentes velocidades de deformación.

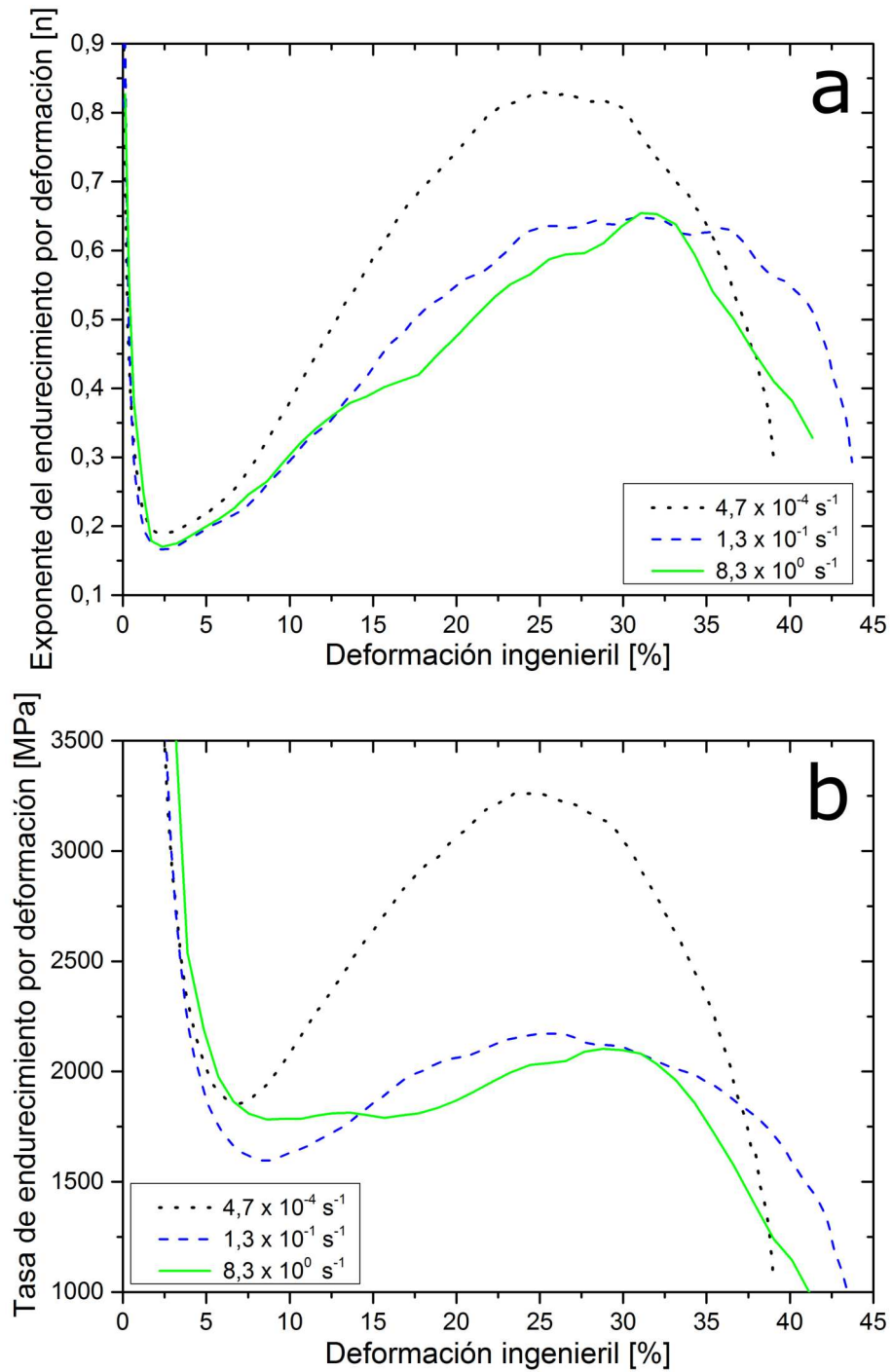
La evolución del exponente de endurecimiento por deformación  $n$  fue obtenido para cada velocidad de deformación a partir de la ecuación de Hollomon, presentada en la Sección 2.5. La Fig. 4.11(a) presenta las curvas del exponente  $n$  en función de la deformación ingenieril, con un suavizado por el método de la media móvil. Los especímenes



**Figura 4.10:** Curvas de tensión-deformación ingenieril, para especímenes ensayados a  $10^{-4}$ ,  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , hasta la rotura, para la aleación **G2**.

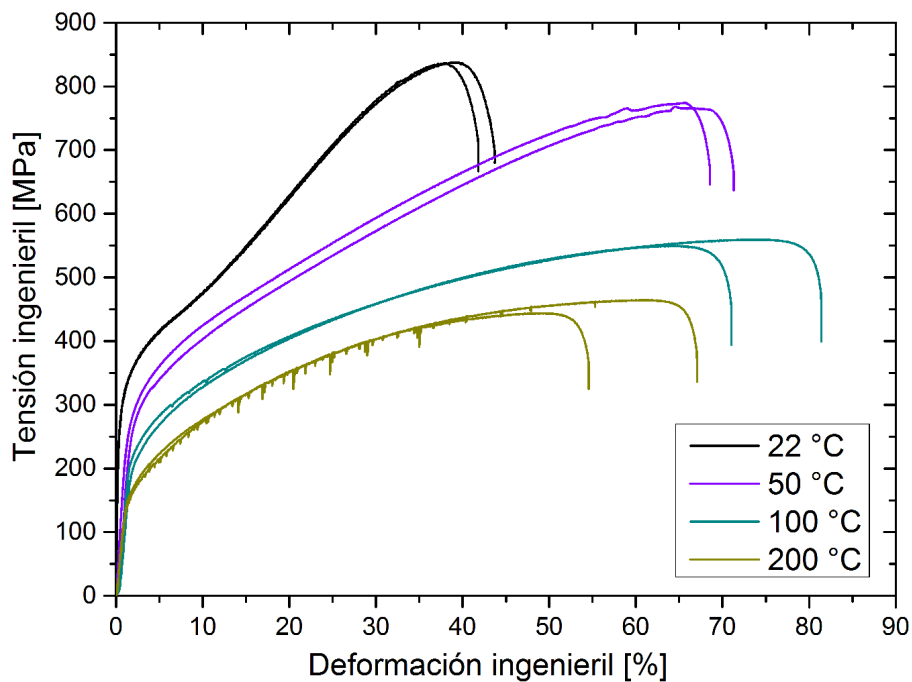
deformados a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  alcanzan un  $n$  máximo de 0,83 para una etapa de deformación intermedia de 25 %. Al incrementar la velocidad a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , hay una reducción en el valor máximo que el exponente alcanza, siendo de 0,63 para 25 % de deformación ingenieril y permaneciendo casi constante hasta 36 %. En las probetas deformadas a  $10^1 \text{ s}^{-1}$  el máximo valor de  $n$  alcanzado es todavía menor,  $n = 0,65$ , y se mantiene hasta deformaciones cercanas al 32 %. Un efecto similar con la velocidad de deformación puede observarse en la Fig. 4.11(b), que presenta las curvas de la tasa de endurecimiento por deformación,  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ , en función de la deformación ingenieril, suavizadas mediante el método de la media móvil. Puede verse que la curva correspondiente a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  decrece a un mínimo local, a 7 % de deformación, y subsecuentemente aumenta a su máximo a 24 %, donde comienza su decrecimiento. El primer mínimo para el ensayo a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  se da a 9 % de deformación ingenieril, y alcanza la tasa de deformación más alta a 26 %. La curva de  $10^1 \text{ s}^{-1}$  permanece casi constante desde 9 % hasta 18 % de deformación, antes de que comience a aumentar hasta su máximo, alcanzado a una deformación de 30 %.

La Figura 4.12 muestra la respuesta mecánica a la tracción uniaxial, a una velocidad



**Figura 4.11:** Seguimiento cualitativo del efecto TRIP, a tres velocidades iniciales de deformación. (a) Exponente de endurecimiento por deformación  $n$ ; (b) tasa de endurecimiento por deformación  $d\sigma_T/d\varepsilon_T$ .

inicial de deformación cuasi-estática ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) y a diferentes temperaturas (22, 50, 100 y 200 °C). Las propiedades mecánicas promedio obtenidas se sintetizan en la Tabla 4.6. Puede observarse un descenso tanto en la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  como en la resistencia máxima  $R_m$  con el incremento de la temperatura de ensayo. Las deformaciones uniformes  $A_g$  y a rotura  $A$ , aumentan con la temperatura, desde 22 °C a 100 °C, pero ambas disminuyen para el ensayo realizado a 200 °C.



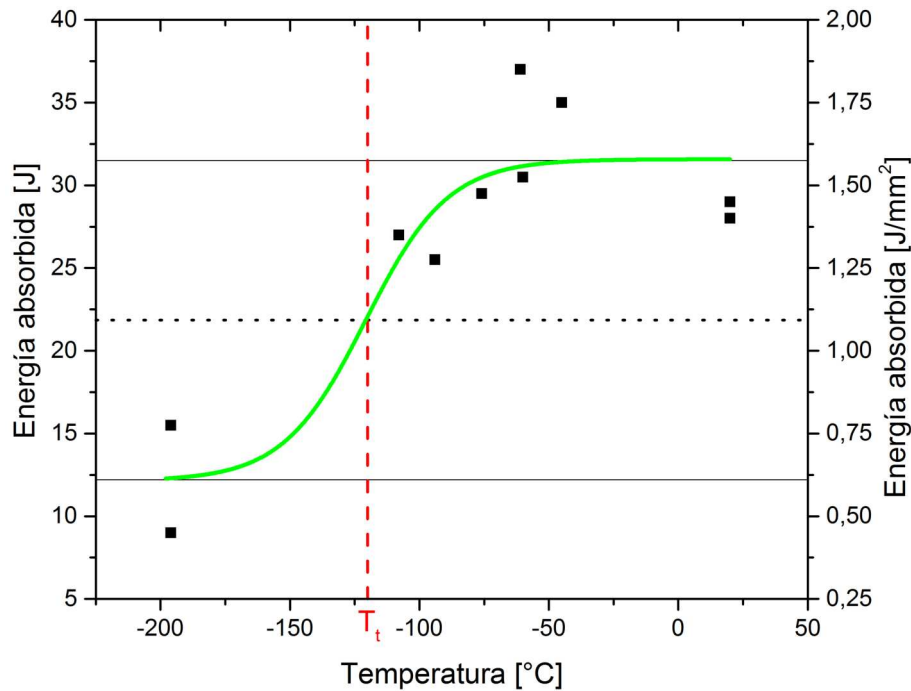
**Figura 4.12:** Curvas de tensión-deformación ingenieril, para especímenes **G2** ensayados hasta la rotura a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , para las temperaturas: 22, 50, 100 y 200 °C.

Temperatura [°C]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_g$ [%]	$A$ [%]
<b>22</b>	266	835	36	40
<b>50</b>	230	772	64	67
<b>100</b>	192	555	68	74
<b>200</b>	121	453	54	60

**Tabla 4.6:** Propiedades mecánicas de aceros de la **Generación 2**, ensayados tracción a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

La energía absorbida al impacto fue medida a través de ensayos de Charpy, con una energía inicial de martillo de 150 J y para las temperaturas: -196, -108, -94, -76, -61, -60,

-45 y 20 °C. La Figura 4.13 muestra las energías absorbidas para cada temperatura y una curva ajustada a través de una función sigmoide. De la curva se desprende, promediando los máximos y los mínimos de energía absorbida, que la temperatura de transición dúctil-frágil se encuentra en torno a  $T_t = -120$  °C.

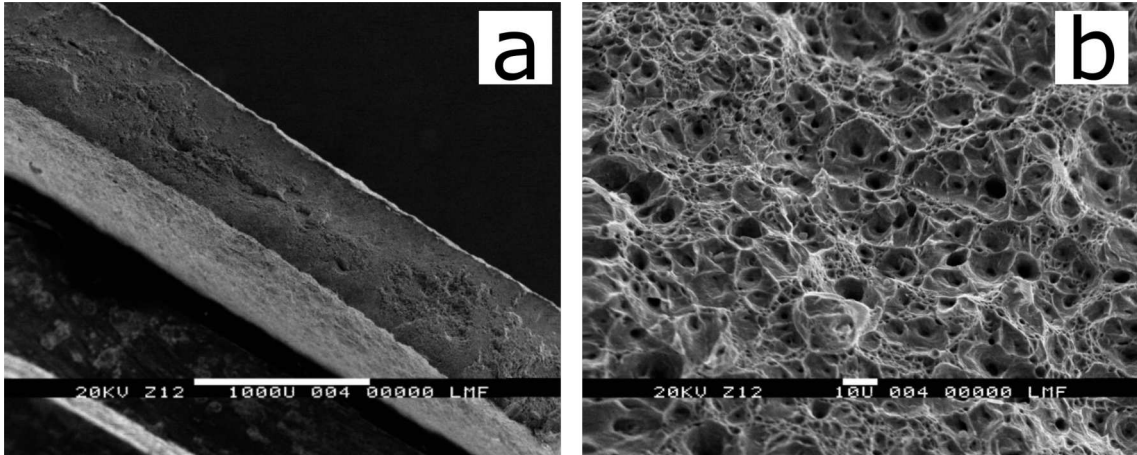


**Figura 4.13:** Curva energía absorbida en función de la temperatura, obtenida mediante ensayos de Charpy.  $T_t$  indica la temperatura de transición dúctil-frágil.

### 4.2.3. Fractografías

En la Figura 4.14 se pueden observar dos fractografías obtenidas mediante SEM de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al, ensayada a tracción a una velocidad inicial de  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , hasta la rotura. La Fig. 4.14 (a) muestra el aspecto general de la fractura, con una zona fibrosa central y un borde dúctil, típico de aceros dúctiles ensayados en probetas delgadas. Un detalle de la zona dúctil del borde se presenta en la Fig. 4.14 (b), donde puede verse una superficie repleta de microcavidades.

Las fractografías de las muestras ensayadas a impacto (Charpy) se presentan en la Fig. 4.15. La fractura correspondiente al ensayo realizado a 20 °C, Figs. 4.15 (a) y (b), presenta características dúctiles, con bordes a 45 °, gran ensanchamiento en la zona de

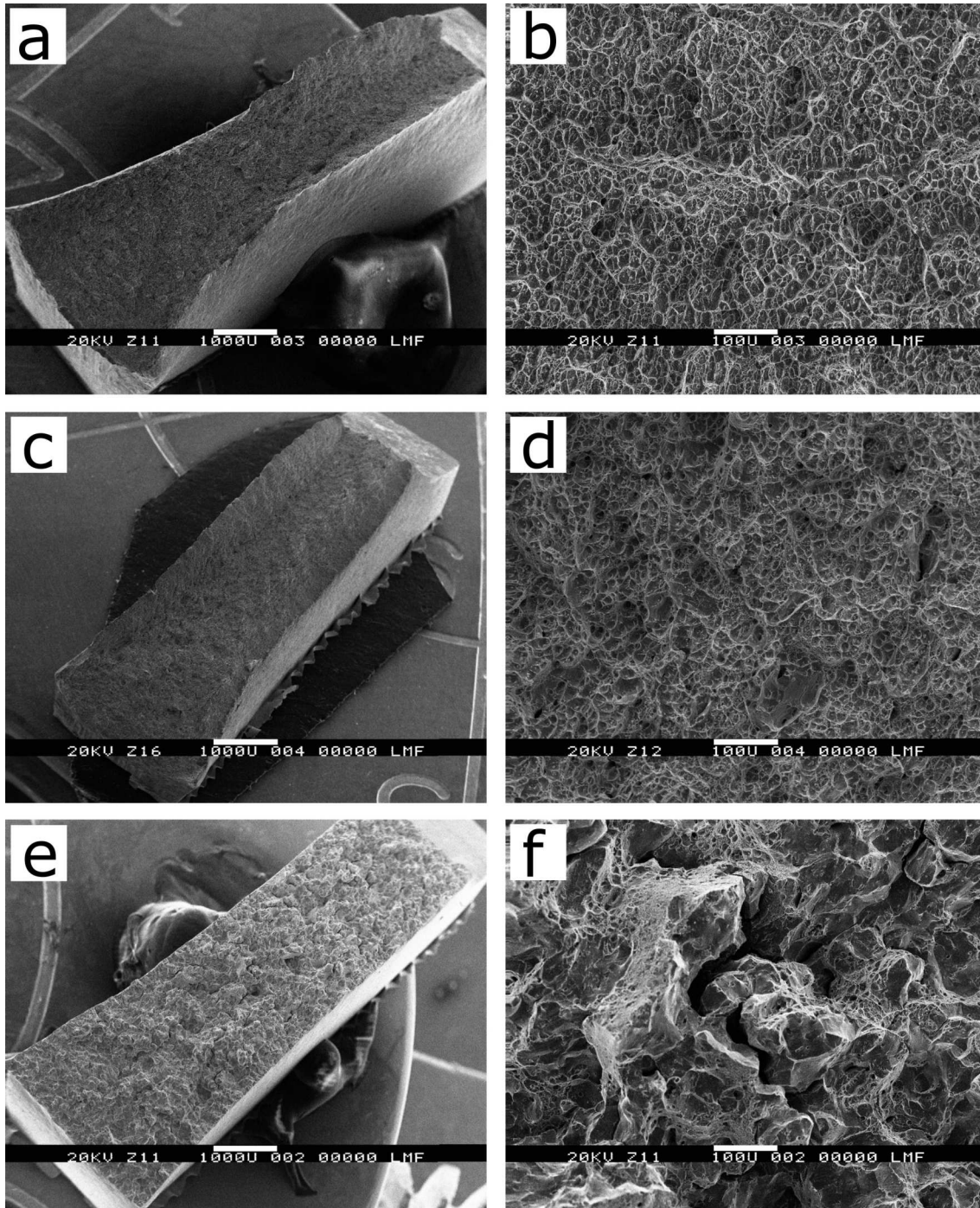


**Figura 4.14:** Fractografías de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al ensayada a tracción, a velocidad inicial de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , hasta la rotura

impacto y microcavidades equiaxiales cubriendo toda la superficie. Las Figs. 4.15 (c) y (d), correspondientes al ensayo realizado a  $-94 \text{ }^\circ\text{C}$ , muestran un modo de fractura con *dimples*. La superficie de fractura de la probeta de  $-196 \text{ }^\circ\text{C}$  se observa en las Figuras 4.15 (e) y (f). En la misma se ve una rotura frágil intergranular y fisuras intergranulares distribuidas por toda la superficie.

#### 4.2.4. Difracción de rayos X

La Fig. 4.16 (a) muestra las curvas de tensión-deformación ingenieril obtenidas por ciclos de carga y descarga de tracción uniaxial. Luego de cada descarga, los especímenes fueron analizados mediante DRX y devueltos a la máquina de tracción. Las mediciones de DRX se muestran en la Figura 4.16 (b). Como primer resultado, la difracción correspondiente a la condición de partida (material recocido, con 0% de deformación), confirma el estado completamente austenítico de la aleación antes del ensayo, en concordancia con las observación de MO (ver Figs. 4.8 (a) y 4.9). Según la Figura 4.16 (b), la  $M-\varepsilon_{hcp}$  es la primera en formarse como resultado de la deformación mecánicas aplicada, y luego de aproximadamente 10% de deformación ingenieril, las reflexiones de  $M-\alpha'_{bcc}$  de vuelven notorias. Un refinamiento de Rietveld de los patrones de DRX fue llevado a cabo con el propósito de estimar la proporción de cada fase presente, así como también de obtener información acerca de los mecanismos de deformación presentes, como se puede ver en la



**Figura 4.15:** Fractografías de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al ensayada a impacto (Charpy). (a-b) a 20 °C; (c-d) a -94 °C; y (e-f) a -196 °C.

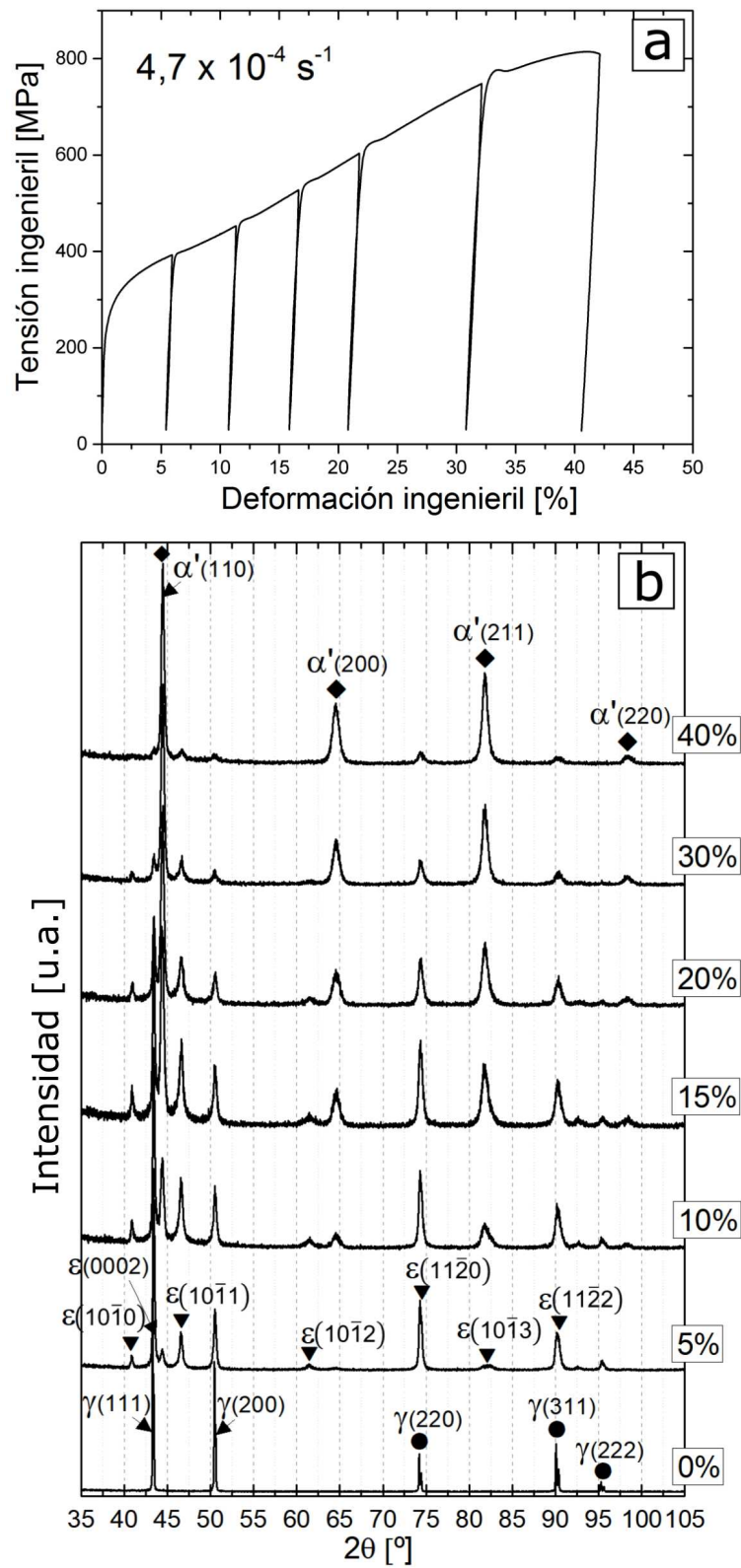
Fig. 4.17. Una alta tasa de transformación de la austenita a martensita  $\varepsilon_{hcp}$  se observa en las primeras etapas de deformación. La fracción volumétrica de fase hcp alcanza su máximo a 11 % de deformación ingenieril, entrando en un proceso de decaimiento a mayores deformaciones. Por otro lado, la fracción volúmetrica de  $M-\alpha'_{bcc}$  se incrementa sostenidamente durante todo el proceso de tracción uniaxial. A alrededor de 13 % de deformación ingenieril las fases austenítica y ambas martensíticas coexisten, con una fracción en volumen de aproximadamente 33 %. Finalmente, tras el último ciclo de tracción se alcanza una deformación acumulada del 40 %, componiéndose la microestructura del material de 88 % de  $M-\alpha'_{bcc}$ , 6 % de  $M-\varepsilon_{hcp}$  y un remanente no transformado de 6 % de  $A-\gamma_{fcc}$ .

Mientras que la Figura 4.11 da una impresión que cuán rápido ocurre la transformación inducida por deformación en los ensayos de tracción a diferentes velocidades, la Tabla 4.7 indica directamente las fracciones volumétricas de fases presentes en las probetas luego de la rotura. Como puede verse, la fracción de austenita aumenta con la velocidad de deformación, desde un 7 %, para la condición cuasi-estática ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), hasta un 47 %, para la velocidad de  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . La fracción de martensita  $\alpha'_{bcc}$  decrece desde 88 % hasta 44 % en el mismo rango de velocidades de deformación.

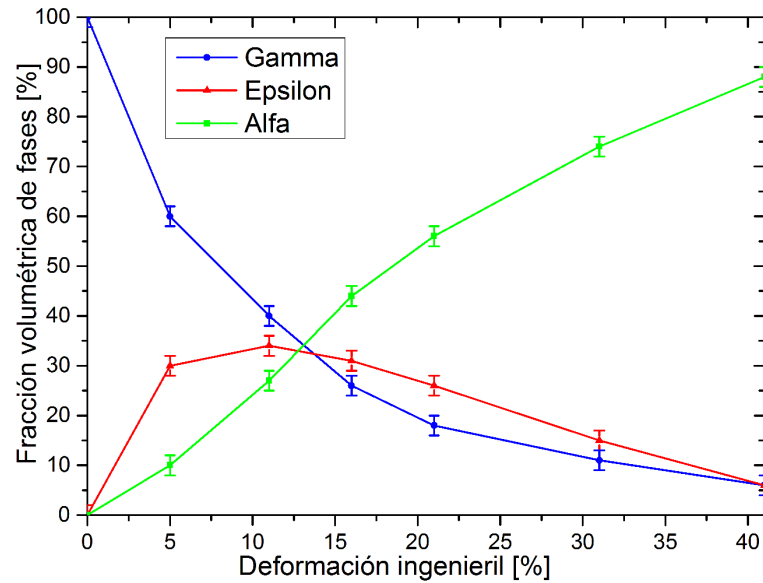
Velocidad [ $\text{s}^{-1}$ ]	A- $\gamma_{fcc}$ [% $\pm$ 2]	M- $\varepsilon_{hcp}$ [% $\pm$ 2]	M- $\alpha'_{bcc}$ [% $\pm$ 2]
$4,7 \times 10^{-4}$	7	5	88
$1,3 \times 10^{-1}$	31	8	61
$8,3 \times 10^0$	47	9	44

**Tabla 4.7:** Fracción volumétrica de fases presentes luego de la rotura, calculadas mediante refinamiento de Rietveld.

Los difractogramas de rayos X correspondiente a las muestras deformadas a tracción uniaxial hasta la rotura, a velocidad cuasi-estática ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) y a las temperaturas de 50, 100 y 200 °C (cuyas curvas tensión-deformación fueron presentadas en la Figura 4.12) se muestran en la Fig. 4.18. Las fracciones volumétricas de fases presentes en la probeta deformada a 50 °C, calculadas mediante método Rietveld, se presentan en la Tabla 4.8. Puede verse que la muestra ensayada a 50 °C transformó aproximadamente el 82 % de la austenita inicial en martensitas, quedando un remanente de 18 % no transformada.



**Figura 4.16:** Ensayo de tracción cíclico de carga y descarga de la misma muestra Fe-18Mn-2Si-2Al para determinación de la evolución microestructural en el régimen cuasi-estático. (a) Curvas de tensión-deformación ingenieril para  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; (b) patrones de DRX medidos inmediatamente después de cada ensayo.



**Figura 4.17:** Fracciones volumétricas de fases, calculadas por refinamiento de Rietveld del espectro de difracción de rayos X mostrado en la Fig. 4.16 (b).

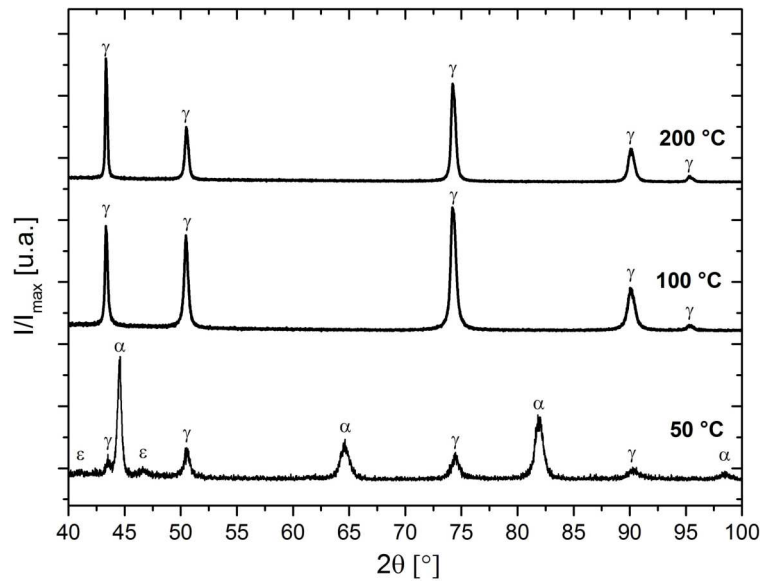
La proporción final de martensita  $\alpha'$  resultó 79,2%, mientras que la de  $\varepsilon$  fue 2,8%. En comparación con el ensayo cuasi-estático a temperatura ambiente (22 °C), presentado en la Tabla 4.7, que poseía un remanente de 7% de austenita, la muestra ensayada a 50 °C evidenció una menor transformación. Para los casos de los ensayos a 100 y 200 °C, no se detectó transformación de la austenita en los refinamientos, siendo la microestructura resultante compuesta por austenita 100%.

Muestra	A- $\gamma_{fcc}$ [%]	M- $\varepsilon_{hcp}$ [%]	M- $\alpha'_{bcc}$ [%]
Fe-18Mn-2Si-Al a 50 °C	18,0	2,8	79,2

**Tabla 4.8:** Cuantificación de fases de un espécimen G2, ensayado a  $10^{-4} s^{-1}$  hasta la rotura a 50 °C. El error en la medición es de  $\pm 2\%$ .

#### 4.2.5. EBSD - TEM

Análisis de microscopía electrónica de barrido y transmisión se llevaron a cabo con intención de obtener una detallada caracterización microestructural. Las micrografías EBSD de las muestras deformadas a rotura en tracción uniaxial a  $10^{-4}$ ,  $10^{-1}$  y  $10^1 s^{-1}$  se muestran en las Figs. 4.19(a), (b) y (c), respectivamente. En las mismas se observan placas de

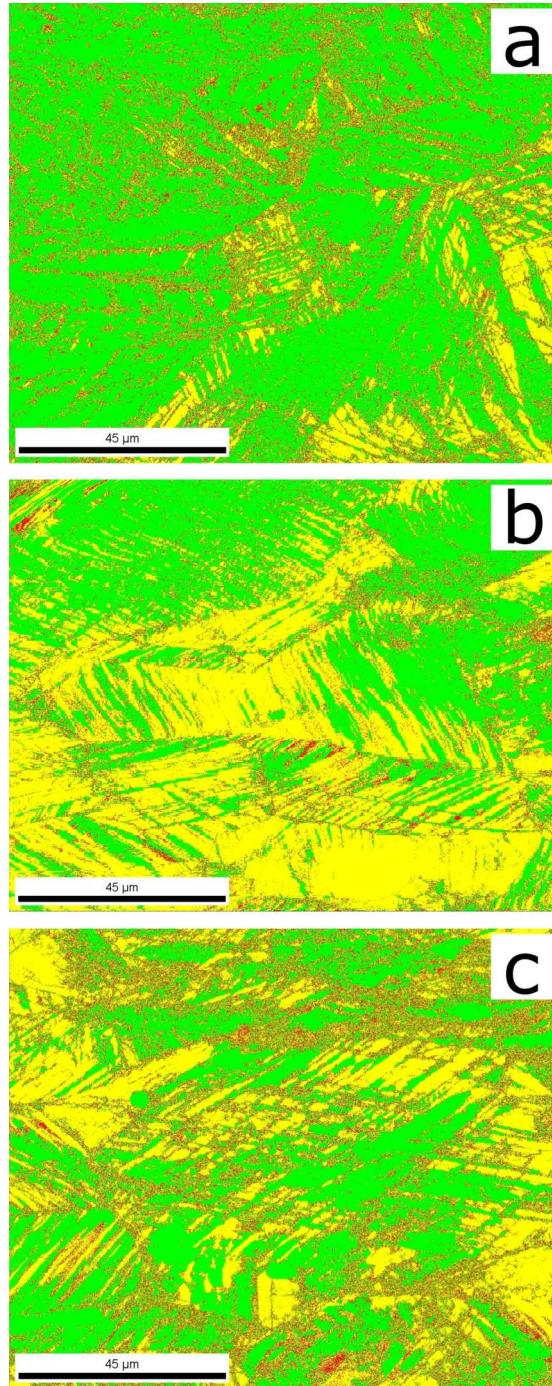


**Figura 4.18:** Patrones de DRX de las muestras **G2** ensayadas a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  hasta la rotura a las temperaturas de 50, 100 y 200 °C.

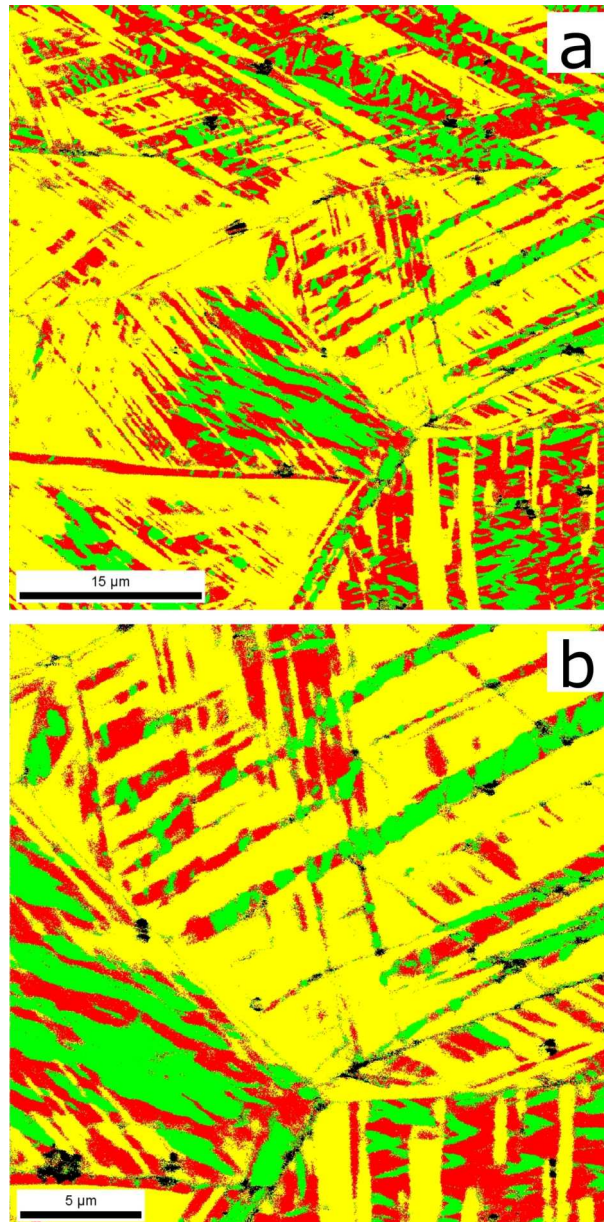
martensita- $\alpha'$  (verde), rodeadas por pequeñas regiones remanentes de martensita- $\varepsilon$  (rojo), sobre granos de austenita- $\gamma$ . La proporción de austenita transformada a martensita es mucho mayor para el caso correspondiente a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , que para las otras dos velocidades de deformación. En las micrografías referentes a las condiciones de  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , se pueden identificar los bordes de grano de la austenita madre, y en su interior las placas de martensita orientadas en ángulos determinados según sus posibles variantes. Debido a la baja magnificación y resolución del barrido EBSD, no pueden apreciarse con exactitud las morfologías características de las martensitas desarrolladas durante la deformación.

Un mejor detalle de la morfología de las fases  $\alpha'$  y  $\varepsilon$  puede observarse en las Figs. 4.20(a) y (b), que muestran dos micrografías EBSD de una probeta deformada hasta el 11 % de deformación ingenieril a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Se observa una matriz austenítica con placas de martensita- $\varepsilon$ , y martensita- $\alpha$  de morfología lenticular dentro de las placas de  $\varepsilon$ .

Se obtuvieron, a través de TEM, imágenes y patrones de difracción (DP) del material en condición recocido sin deformación (condición de partida) y de probetas ensayadas a las tres velocidades utilizadas en esta tesis. La microestructura de la condición de partida comprende una matriz completamente austenítica, en correspondencia con los análisis de MO y DRX (Secciones 4.2.1 y 4.2.4). En las Figs. 4.21 (a) y (b), se observa en imagen de



**Figura 4.19:** Mapeo de fases presentes, obtenidos mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD), en probetas ensayadas a rotura a:  $10^{-4} s^{-1}$  (a);  $10^{-1} s^{-1}$  (b); y  $10^1 s^{-1}$  (c). Austenita- $\gamma$  - amarillo, martensita- $\varepsilon$  - rojo y martensita- $\alpha'$  - verde.

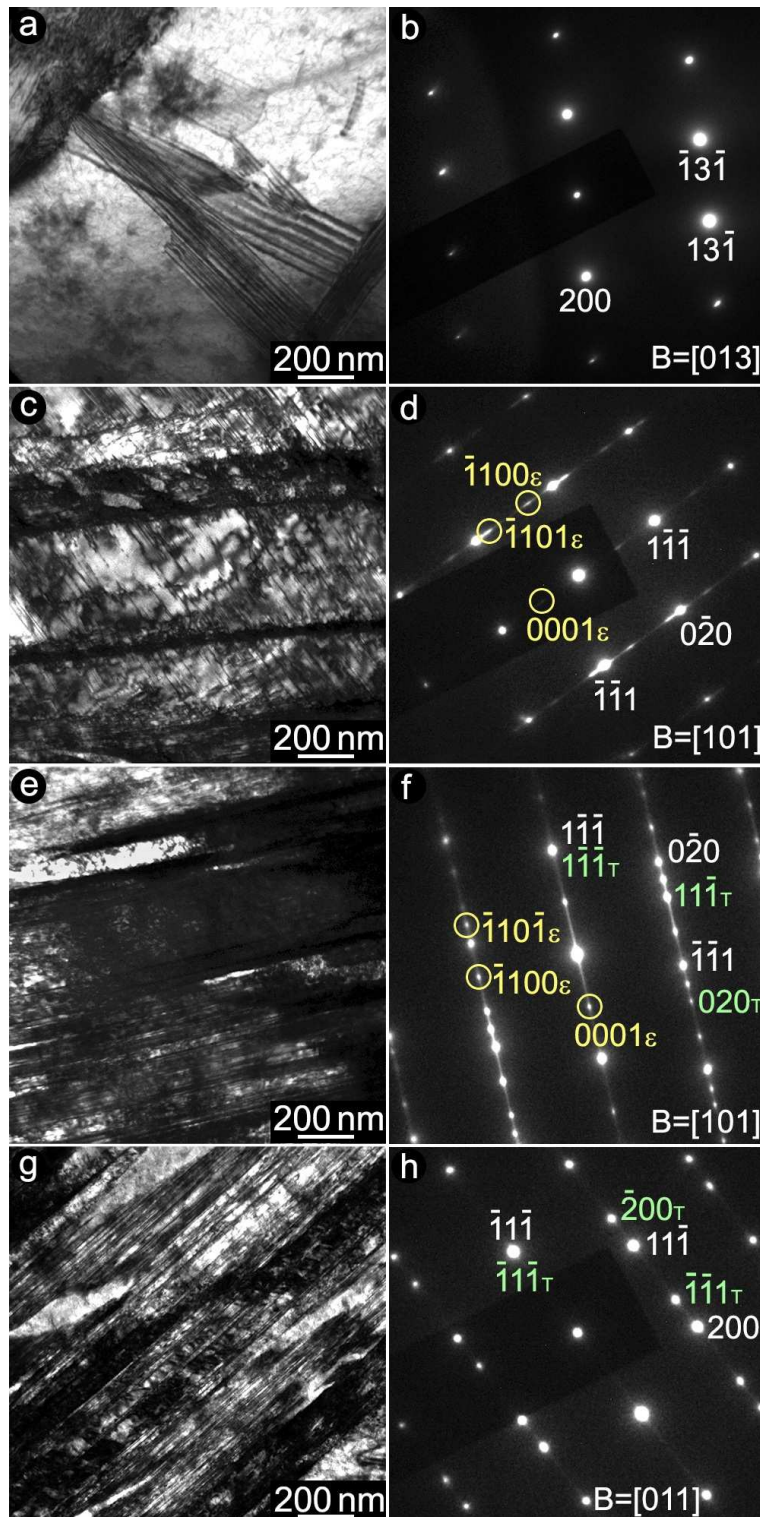


**Figura 4.20:** Mapeo EBSD de fases presentes en probeta ensayada al 11 % de deformación ingenieril en condición cuasi-estática. Austenita- $\gamma_{fcc}$  - amarillo, martensita- $\epsilon_{hcp}$  - rojo y martensita- $\alpha'_{bcc}$  - verde.

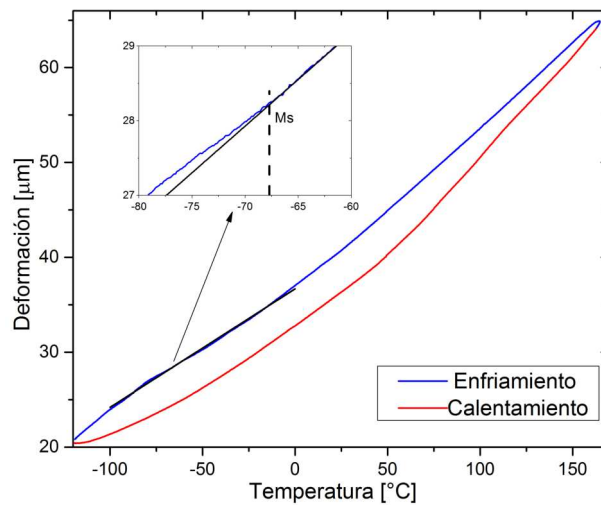
campo claro la matriz austenítica, con un grano con  $[013]_{\gamma}$  en eje de zona, y la ocurrencia de algunas fallas de apilamiento. Respecto a los especímenes ensayados, todos poseen como característica común largas regiones de martensita- $\alpha'$  (la fracción volumétrica de esta fase fue calculada mediante refinamiento de Rietveld del espectro de DRX y presentada en la Tabla 4.7). Estas áreas, donde M- $\alpha'_{bcc}$  es observada, se caracterizan por una alta densidad de dislocaciones. En las muestras ensayadas a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , coexisten las fases A- $\gamma_{fcc}$  y M- $\varepsilon_{hcp}$ , como se muestran en las Figuras 4.21 (c) y (d). Los especímenes ensayados a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  se presentan en las Figuras 4.21 (e) y (f), y muestran una matriz austenítica con finas bandas. En sus DP asociados, los puntos de difracción de la martensita- $\varepsilon$  se hallan junto a otros puntos extra, indicando la ocurrencia de maclado. Para la velocidad de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , la microestructura está también compuesta por muy finas bandas, pero no fue encontrado rastro de martensita- $\varepsilon$  en las muestras examinadas. Los patrones de difracción asociados fueron indexados como austenita maclada, como se observa en las Figs. 4.21 (g) y (h).

#### 4.2.6. Determinación de las temperaturas de transformación

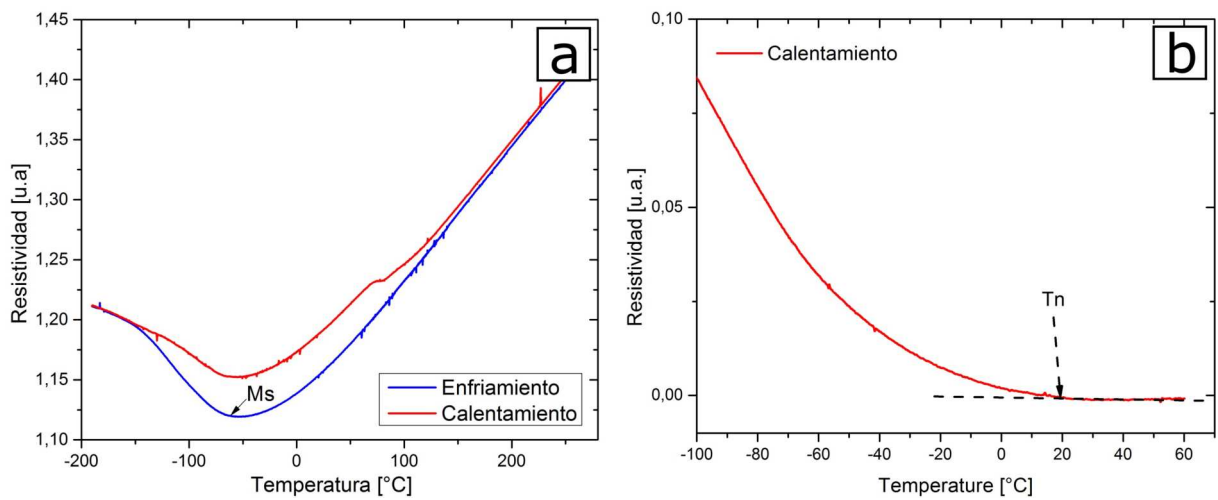
Se llevaron a cabo ensayos de dilatometría y resistividad para determinar las temperaturas de transformación martensítica  $M_s$  y de Néel  $T_N$ , de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al. La curva de la Fig. 4.22 muestra la deformación de una muestra en función de la temperatura. En el detalle insertado se indica la temperatura  $M_s = -68 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , obtenida mediante el método de la tangente durante el enfriamiento. La curva de resistividad en función de la temperatura se muestra en la Fig. 4.23(a). La temperatura de transformación martensítica  $M_s$  se determinó también mediante el método de la tangente durante el enfriamiento, resultando en un valor de  $-70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . En la Fig. 4.23(b) se muestra un detalle de la curva en el calentamiento a la que se le restó una función de recta tangente para magnificar el punto en el que la pendiente cambia su signo. El valor de la temperatura de Néel indicado resultó  $T_N = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . En la Tabla 4.9 se presentan las temperaturas  $M_s$  y  $T_N$  para la aleación **G2**, promediando los valores de  $M_s$  determinados por cada método.



**Figura 4.21:** Microestructura representativa desarrollada en granos austeníticos: (a-b) condición de partida,  $[013]_{\gamma}$  en eje de zona; (c-d) espécimen ensayado a  $10^{-4} s^{-1}$ , con  $[101]_{\gamma}//[11\bar{2}0]_{\epsilon}$  en eje de zona; (e-f) condición  $10^{-1} s^{-1}$ , con  $[101]_{\gamma}//[11\bar{2}0]_{\epsilon}$ ; y (g-h) muestra deformada a  $10^{-1} s^{-1}$ ,  $[011]_{\gamma}$  en eje de zona.



**Figura 4.22:** Curva dilatométrica obtenida para la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al. En el detalle se indica la  $M_s$ .



**Figura 4.23:** (a) Curva de resistividad en función de la temperatura, con la  $M_s$  obtenida durante el enfriamiento; (b) fragmento de la curva en el calentamiento indicando la  $T_N$ .

Muestra	$M_s$ [°C]	$T_N$ [°C]
<b>G2</b>	-69	20

**Tabla 4.9:** Temperaturas de transformación martensítica ( $M_s$ ) y de Néel ( $T_N$ ) para la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al.



# Capítulo 5

## Discusión

En el capítulo anterior se presentaron los resultados obtenidos en los experimentos llevados a cabo en esta Tesis sobre ambas aleaciones elaboradas (**G1** y **G2**). En este capítulo se realiza una discusión acerca de estos resultados, comparándolos con los hallados en la literatura existente, con el objetivo de explicar los mecanismos que gobiernan sus comportamientos mecánicos.

### 5.1. Generación 1

Durante la primer etapa del desarrollo de esta Tesis se formuló una composición química de aleación basada en los trabajos de Grässel y Frommeyer sobre desarrollo de aceros TRIP/TWIP con alto contenido de manganeso [16, 32]. Tomando como referencia las aleaciones con composiciones nominales Fe-15Mn-3Si-3Al y Fe-15Mn-4Si-2Al, presentadas en dichos trabajos, y teniendo en cuenta los efectos que generan el silicio y el aluminio en el valor de la energía de falla de apilamiento de la austenita (como se explicó en los Capítulos 2.2.5 y 2.4.1), se decidió obtener lingotes con composición nominal Fe-15Mn-3Si. La intención al realizar este ajuste de composición fue bajar la SFE y promover un marcado efecto TRIP, minimizando la ocurrencia de maclas, durante la deformación. De esta forma, las tres aleaciones **G1-05**, **G1-10** y **G1-14** fueron obtenidas, y sus características se discuten a continuación.

### 5.1.1. Fases presentes

En el análisis de la microestructura de partida, luego del temple y sin deformación, de las muestras de Fe-15Mn-3Si-xC (con  $x = 0,05; 0,10$  y  $0,14\%$ ) obtenidas a partir de las rutas **R1050**, **I830** e **I400** (ver Figura 3.6), se identificaron las fases austenita  $\gamma$ , martensita  $\alpha'$  y  $\varepsilon$ . La presencia de estas fases se observa en las imágenes de microscopía óptica de las Figuras 4.1 y 4.2, y puede confirmarse con los difractogramas de rayos X de la Figura 4.5, para la condición  $0\%$  de deformación. Las morfologías de estas microestructuras son similares entre sí, y se asemejan a los resultados presentados por Lu *et al.* para una aleación TRIP/TWIP de composición nominal Fe-18Mn-3Si-1,8Al, en la que coexisten las fases  $\gamma$ ,  $\alpha'$  y  $\varepsilon$ , de origen térmico [73]. En estas microestructuras, las placas de M- $\varepsilon$ , formadas sobre la matriz austenítica, contienen en su interior a la M- $\alpha'$  lenticular. Dafé *et al.* investigó el efecto de la velocidad de enfriamiento en la formación de martensitas en un acero Fe-17Mn-3Al-2Si-1Ni-0,06C, reportando también muy similares características morfológicas en las fases presentes para la condición templada al agua desde los  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  [74]. Las imágenes EBSD de la Figura 4.6 muestran, con mayor detalle y definición, la microestructura en una muestra **G1-05-R1050(Ar)** deformada un  $10\%$  a tracción uniaxial. Se distingue la martensita M- $\alpha'$  crecida sobre la fase M- $\varepsilon$ , y una pequeña región de austenita A- $\gamma$  no transformada. Esta microestructura no muestra diferencias morfológicas notables respecto de las martensitas inducidas mecánicamente, reportadas también en el artículo de Lu *et al.*, para un Fe-18Mn-3Si-1,8Al [73].

Las proporciones volumétricas de fases en la aleación Fe-15Mn-3Si-0,1C se calcularon, mediante refinamiento de Rietveld, para dos temperaturas de homogenización ( $1050$  y  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ ), con posterior temple en agua. La Tabla 4.2 indica que el mayor volumen de austenita retenida tras el temple se da para la muestra homogenizada a  $1050\text{ }^\circ\text{C}$ , con  $47\%$  de A- $\gamma$ ,  $44\%$  de M- $\varepsilon$  y  $9\%$  de M- $\alpha'$ . La muestra tratada a  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ , retuvo un  $37\%$  de austenita, mientras que el volumen restante se compuso de  $47\%$  de M- $\varepsilon$  y  $16\%$  de M- $\alpha'$ . Con  $1050\text{ }^\circ\text{C}$  como temperatura de homogenización escogida, se analizaron *vía* DRX las muestras **G1-05-R1050(Ar)**, **G1-10-R1050(Ar)** y **G1-14-R1050(Ar)**, con contenidos de carbono de  $0,05; 0,10$  y  $0,14\%$  respectivamente. La Tabla 4.3 muestra sus proporciones de fases en volumen, antes y después de someterlas a ensayos de tracción uniaxial a una

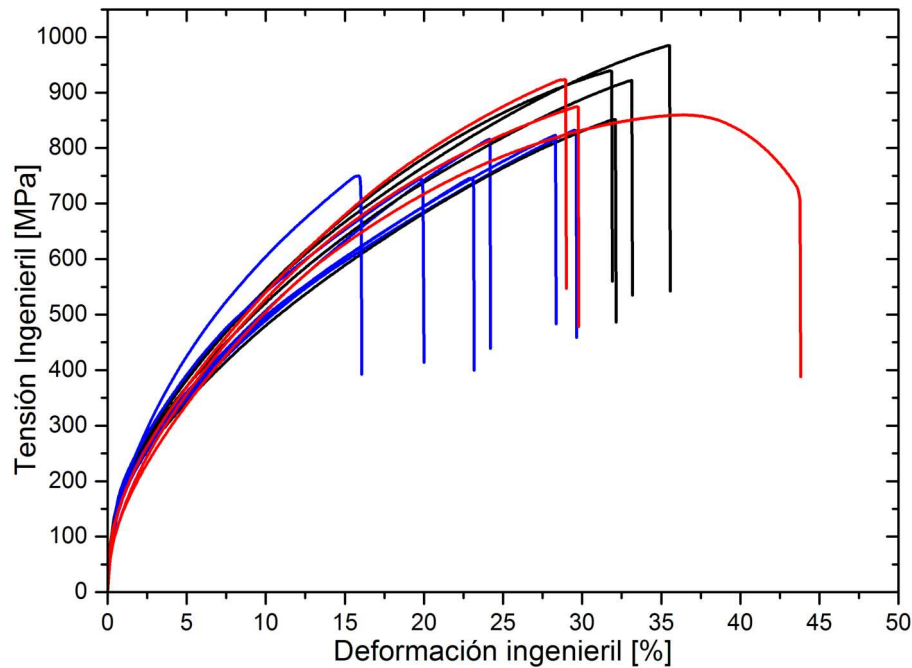
velocidad de  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . También se muestra la deformación ingenieril de rotura  $A$  alcanzada por cada probeta. Durante el ensayo, la muestra con 0,05 % de carbono transformó casi la totalidad del volumen de austenita retenida que poseía inicialmente (48 %), deformándose un 35 %. Tras la deformación la microestructura quedó conformada por menos del 1 % de  $A-\gamma$ , 10 % de  $M-\varepsilon$  y 90 % de  $M-\alpha'$ . El volumen de austenita de la muestra con 0,10 % de carbono decreció de 47 a 26 %, deformándose un 15 %, tras el ensayo. Mientras que la probeta de 0,14 % de C, pasó de poseer 28 % de austenita retenida a 18 %, alcanzando una máxima deformación de 11 %. Estas fracciones volumétricas son consistentes con las reportadas en la literatura para muestras de semejante composición, antes y después de ser deformadas. La microestructura de partida de un acero Fe-17,2Mn-0,13C, sin silicio, enfriado al aire luego de un solubilizado a 1150 °C fue calculada mediante refinamiento de DRX por Seol *et al.*, obteniendo un 48 % de austenita y un 52 % de martensita  $\varepsilon$ . Tras ensayar las muestras, a tracción uniaxial hasta la rotura, la austenita decreció a 34 % y la martensita  $\varepsilon$  a 48,5 %, en compensación se generó un 17,5 % de  $M-\alpha'$  [75]. Pisarik *et al.* midió *vía* DRX, para la aleación Fe-14,3Mn-2,97Si-0,89Al-0,16C, una máxima fracción en volumen de austenita retenida de 7 %, con 75 % de martensita HCP y 18 % de martensita BCC, para la condición sin deformación. Tras la deformación, toda la austenita retenida transformó en martensitas  $\varepsilon$  y  $\alpha'$  [76]. Por su parte, Frommeyer *et al.* evaluó las fracciones volúmetricas de fases coexistentes en una acero Fe-15Mn-3Si-3Al homogenizado a 1000 °C y templado en agua, antes y después de ser ensayado a tracción hasta la rotura. La austenita decrece desde 48 % hasta 12 %, aproximadamente, transformándose en martensitas  $\varepsilon$  y  $\alpha$  [32]. De esta manera, puede afirmarse que tanto las fracciones volumétricas de fases obtenidas en condición de partida para la aleación Fe-15Mn-3Si homogenizada a 1050 °C, como también su grado de transformación de la austenita retenida durante la deformación (Efecto TRIP), se encuentran en concordancia con la literatura presentada.

### 5.1.2. Propiedades mecánicas

A pesar de que la microestructura se asemeja con resultados publicados en la literatura específica, tanto en morfología como en proporciones de fases, el comportamiento

mecánico de la aleación **G1** es muy desfavorable. Esto puede verificarse al analizar las curvas tensión-deformación de los ensayos de tracción uniaxial efectuados sobre muestras de aleación **G1-05**, a  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , como se muestra en la Figura 5.1. Las curvas de color azul corresponden a probetas obtenidas mediante electroerosión por hilo (WEDM), posteriormente rectificadas en sus caras frontales, fresadas en los laterales y pulidas. Tras estos procesos de mecanizado, fueron homogenizadas a  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  y templadas en agua. Se observa gran dispersión, tanto en las tensiones de rotura, como en las deformaciones finales. Las curvas de color negro corresponden a las probetas producidas siguiendo la ruta **G1-05-R1050(Ar)**. Sus propiedades mecánicas no muestran tanta dispersión, pero presentan una rotura sin deformación localizada, típica de materiales frágiles (ver Fig. 4.4). Las curvas de color rojo, correspondientes a muestras **G1-05-I830**, presentaron un similar comportamiento, siendo sólo una de ellas la que mostró una alta plasticidad anómala, desarrollando estricción localizada previa a la rotura. Como puede verse en la Figura 5.1 y analizando otros ensayos de tracción, cuyos resultados no fueron incluidos en la presente Tesis, las probetas de la **Generación 1** presentan una gran sensibilidad a la geometría y a la terminación superficial al ser deformadas a tracción uniaxial. Además de esta gran heterogeneidad en el comportamiento mecánico, al observar las curvas tensión-deformación de las Figuras 4.3 y 5.1, y las propiedades mecánicas de la Tabla 4.1, todos los ensayos (excepto uno) presentaron una fractura prematura. Los resultados de la Tabla 4.1 también muestran una muy baja tensión de fluencia ( $\approx 130 \text{ MPa}$  en promedio). Las resistencias a la tracción  $R_m$  oscilan entre  $561 - 984 \text{ MPa}$  y las elongaciones a rotura  $A$  entre  $17 - 42 \%$ . Un comportamiento mecánico acorde fue publicado por Seol *et al.* para un acero Fe-17,2Mn-0,13C. Esta aleación alcanzó una resistencia a la tracción  $R_m$  cercana a los  $710 \text{ MPa}$ , con una rotura frágil y prematura a aproximadamente  $25 \%$  de deformación ingenieril, transformando un  $14 \%$  de la austenita [75].

El comportamiento frágil de las aleaciones **G1** se confirma al analizar la proporción relativa de cada *tipo de fractura* observada en las fractografías de la Fig. 4.4. La mayor parte de la superficie muestra signos característicos de una fractura intergranular, con muy pequeñas zonas de fractura transgranular cubiertas de *dimples*. También se observan una superficie de rotura perpendicular a la tensión y fisuras intergranulares, tanto en la



**Figura 5.1:** Curvas tensión-deformación de probetas **G1-05**, obtenidas mediante diversos métodos, y sometidas a distintas rutas termomecánicas.

zona fracturada como en los laterales de la probeta. Takaki *et al.* estudió la mecánica de fractura frágil en aleaciones ternarias Fe-Mn-Si, y atribuyó dicho comportamiento a la concentración de tensiones en los entrecruzamientos de placas de M- $\epsilon$  [77]. Un similar comportamiento, con fractura prematura y una muy baja elongación uniforme, es presentado por Koyama *et al.* para un acero Fe-17Mn-0.3C. En dicho trabajo atribuyen la rotura prematura a la iniciación de fisuras en las interfaces entre las placas de M- $\epsilon$  con maclas de recocido, que luego se propagan y conectan a través de los bordes de grano [78].

Otro factor particular que puede distinguirse en las muestras **G1** es la proporcionalidad que se observa entre la deformación a rotura y el porcentaje de transformación de la austenita retenida tras el temple, como se mostró en la Tabla 4.3. Para la probeta **G1-05-R1050(Ar)**, una transformación de la austenita de aproximadamente 48 % (en volumen total) resultó en una deformación final de 35 %. La muestra **G1-10-R1050(Ar)** transformó un 21 %, deformándose un 15 %. Mientras que un 10 % de transformación austenítica implicó un 11 % de deformación a rotura, para el caso de la chapa **G1-14-R1050(Ar)**. Sin embargo, no hay suficientes resultados experimentales en esta Tesis para afirmar que el contenido de carbono en la austenita, en estos rangos de composición, va

en detrimento de la ductilidad.

A partir de los resultados de los experimentos presentados en el Cap. 4.1 y discutidos en la presente Sección, podría concluirse que la aleación Fe-15Mn-3Si carece de interés tecnológico principalmente a causa de su alta fragilidad y su gran dispersión en los valores de tensión y deformación a rotura, debido al fenómeno de *fractura prematura*. En este sentido, el desempeño de las aleaciones de la **Generación 1** no cumplió con los objetivos buscados en esta Tesis, en la que se pretende aportar conocimiento para el desarrollo de aceros que combinen alta resistencia y ductilidad, con gran capacidad de absorber energía de impacto. Ante esto, se decidió reformular la composición del material de estudio.

### 5.1.3. Reformulación de la aleación

Para la reformulación de la aleación a estudiar se tuvieron en cuenta principalmente los efectos que tiene la composición química en la temperatura  $M_s$  y la SFE. La Tabla 4.4 presenta las temperaturas de transformación  $M_s$  en función del **carbono**, para las muestras **G1**. Se puede observar que el aumento en el contenido de carbono disminuye la  $M_s$ , siendo 151, 123 y 107 °C, las temperaturas para los aceros con 0,05, 0,10 y 0,14 % de C, respectivamente. Este mismo efecto del carbono en la  $M_s$  es reportado por Yang *et al.* y Pisarik *et al.* En sus trabajos calculan (*vía* CALPHAD) y validan experimentalmente las temperaturas  $M_s$  en función de la composición para aceros con alto contenido de manganeso [76, 79]. Si se tiene en cuenta que todas las temperaturas  $M_s$  de las muestras **G1** están por encima de la temperatura ambiente, motivo por el que desarrollan una copiosa fracción de martensitas térmicas en la microestructura de partida, y que la fragilización con fracturas prematuras puede atribuirse a las intersecciones entre martensitas  $\varepsilon$  [77, 78], resulta evidente que sus propiedades mecánicas sean muy desfavorables. A pesar de que la temperatura  $M_s^\sigma$  no fue medida para la **Generación 1**, la fragilidad podría verse disminuida al trabajar en un rango de temperaturas cercano a la misma. En este sentido, Koyama calcula para un acero Fe-17Mn-0.3C una  $M_s$  de -1 °C y una  $M_s^\sigma$  de 100 °C, y reporta que el cambio de comportamiento al ser ensayado a tracción uniaxial, pasando de una fractura frágil y prematura a una rotura dúctil, se da a una temperatura cercana a la  $M_s^\sigma$ . Para dicha condición, el mecanismo de deformación deja de ser controlado

principalmente por transformación, dando lugar también al deslizamiento de dislocaciones [78].

El efecto del **Si** en la temperatura  $M_s$  es más complejo. Ishida estudió aleaciones Fe-17Mn-xSi mediante dilatometría, y reportó un descenso de solo 2 °C en la  $M_s$  al aumentar el contenido de Si entre 1 y 3% [55]. Contrariamente, en su estudio experimental en aleaciones Fe-Mn-Si, Cotes *et al.* sugirió que incrementos en el contenido de Si hasta 5% aumentan la  $M_s$ , mientras que contenidos mayores la disminuyen [80]. En el mismo sentido, adiciones de 3% de Si a una aleación Fe-16Mn, aumentaron 27 grados la  $M_s$ , llevándola de 137 a 164 °C [79]. Sin embargo, recientes cálculos *ab initio*, sugieren que el Si disminuye la temperatura de Néel  $T_N$ , afectando la estabilidad de la fase  $\gamma/\varepsilon$  [81]. Koyama *et al.* corroboró esta hipótesis experimentalmente para una aleación con memoria de forma Fe-Mn-Si-C [82]. La reacción de transición de orden paramagnético a antiferromagnético durante el enfriamiento, a temperatura  $T_N$ , aumenta la estabilidad de la fase FCC, e introduce una fuerte desviación negativa en la temperatura  $M_s$  en función de la composición, para altos contenido de Mn (ver Figura 2.14) [14]. Al observar la Tabla 4.4, todas las temperaturas  $T_N$  se encuentran por debajo de la  $M_s$  y de la temperatura ambiente, lo que ocasiona una disminución en la estabilidad termodinámica de la austenita retenida. El efecto del Si en la energía de falla de apilamiento es un poco más claro, disminuyendo la misma al aumentar su contenido, promoviendo la transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  [56, 16]. A su vez, la disminución de la SFE refina el tamaño de las placas de martensita  $\varepsilon$ , generando un mayor entrecruzamiento. Esto dificulta el deslizamiento cruzado de las dislocaciones parciales, aumentando la concentración de tensiones e incrementando la fragilidad de la aleación [77].

En resumen, dado que las temperaturas de transformación  $M_s$  de las aleaciones **G1** estudiadas se encuentran muy por encima de la temperatura ambiente, se esperará una gran cantidad de martensita  $\varepsilon$  presente en la microestructura. A su vez, la baja energía de falla de apilamiento ocasionada principalmente por el contenido de Si promueve la generación de M- $\varepsilon$  en finas placas, dificultando el deslizamiento cruzado de dislocaciones en la austenita retenida. Adicionalmente, debido a que la temperatura de Néel  $T_N$  se encuentra por debajo de la temperatura ambiente, la estabilidad de la austenita retenida

decrece aun más. Todos estos factores contribuyen al comportamiento frágil, con roturas prematuras durante la deformación uniaxial, de esta familia de aceros.

## 5.2. Generación 2

La reformulación de la composición química de la aleación **G1** se realizó teniendo en cuenta los efectos termodinámicos que cada elemento provoca. Una reducción en el **Si** resulta beneficiosa en la estabilización de la austenita [56, 77, 16], subiendo también la temperatura de Néel  $T_N$  [81, 82]. Adiciones de **Al** contribuyen también a la estabilización de la fase FCC, al inhibir la precipitación de la cementita y favorecer la solución sólida del carbono en la matriz austenítica [57, 83, 84]. La temperatura  $M_S$  se ve disminuida al incrementar el aluminio [61, 54]. El **Mn** también disminuye la  $M_S$ , pero sube marcadamente la temperatura de Néel  $T_N$  [54, 85]. Respecto a la energía de falla de apilamiento, tanto una disminución del **Si**, como incrementos en los contenidos de **Al** y **Mn**, aumentan su valor, suprimiendo la doble transformación martensítica  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  inducida por deformación [31, 53, 35, 5]. En este contexto fue desarrollada la **Generación 2** de aleación, cuya composición nominal fue Fe-18Mn-2Si-2Al.

### 5.2.1. Microestructura

El acero de alto manganeso Fe-18Mn-2Si-2Al estudiando en esta Tesis está caracterizado por una microestructura completamente austenítica, como fue confirmado por las microscopías ópticas de la figuras 4.8(a) y 4.9, y por el difractograma de rayos X de la figura 4.16(b), para la condición sin deformación. Las estimaciones de  $M_s$  y  $T_N$ , de la Figura 4.23 y la Tabla 4.9, muestran que el cambio en composición respecto a las aleaciones **G1** favorece el ordenamiento antiferromagnético a mayor temperatura, disminuyendo intensamente el valor de  $M_s$  [86]. Este efecto estabiliza la austenita, resultando en una microestructura inicial puramente austenítica que difiere de la mayoría de los aceros TRIP de alto manganeso desarrollados en el sistema Fe-Mn-Si-Al. Las composiciones de referencia Fe-15Mn-3Si-3Al y Fe-20Mn-3Si-3Al, producidas por Frommeyer *et al.*, presentan una microestructura de partida mixta [32]. En estas aleaciones, la fracción en volumen de

austenita luego del temple en agua fue de aproximadamente 50 y 80 %, respectivamente, balanceado por la presencia de M- $\varepsilon$  y/o M- $\alpha'$ . McGrath *et al.* reportó un volumen inicial de 27 % de  $\gamma$  para la composición Fe-15,3Mn-2,8Si-2,4Al-0,07C [17], mientras que Ding *et al.* informó un 60 % de austenita, 35 % de martensita  $\alpha'$ , y un resto de martensita  $\varepsilon$  [51]. Estas composiciones coinciden en su contenido de Si de 3 %, mientras que el porcentaje medido para nuestra aleación fue de 2,1 %, como se muestra en la tabla 3.2. El silicio baja la estabilidad de la fase  $\gamma$  y promueve la transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  durante el enfriamiento y la deformación, por que lo puede esperarse que una reducción de un 1 % en su contenido resulte beneficioso para la estabilidad de la austenita [16, 56].

La evolución de la microestructura con la deformación cuasi-estática puede ser evaluada mediante el análisis en etapas de los difractogramas de RX (Figuras 4.16 y 4.17) y la observación de la micrografía óptica de la Fig. 4.8(b). Estos resultados confirman la ocurrencia del efecto TRIP durante la deformación. Particularmente, la evolución de la deformación plástica puede ser descrita mediante el doble mecanismo  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  [17, 51, 74, 87]. Las placas de M- $\varepsilon$  se forman a partir de fallas a apilamiento en la austenita durante la etapa inicial de la deformación, explicando el incremento repentino en su volumen para esta aleación [73]. Al incrementar la deformación plástica, las placas de HCP actúan como sitios de nucleación y crecimiento de la martensita  $\alpha'$ . Consecuentemente, se produce un consumo de la fase  $\varepsilon$  a medida que el volumen de  $\alpha'$  se incrementa. El mecanismo descrito es verificado por las micrografías EBSD de la Fig. 4.20. De esta forma, la posibilidad de una transformación directa de la austenita a martensita  $\alpha'$  parece ser poco probable para esta aleación.

El efecto de la velocidad de deformación en la intensidad del efecto TRIP puede verse en la Tabla 4.7, que muestra las fracciones volumétricas de fases resultantes tras la rotura para cada condición. Al incrementarse la velocidad, el grado de transformación de la austenita disminuye, sugiriendo una inhibición del efecto TRIP. Esto se confirma al analizar la micrografías de la Fig. 4.19: las regiones de austenita no transformada representan mayores áreas en las muestras ensayadas a  $10^{-1}$  y  $10^1$  s $^{-1}$ , en comparación con la traccionada a  $10^{-4}$  s $^{-1}$ . En el caso de la temperatura, el efecto en la microestructura es similar, disminuyendo el mecanismo TRIP a medida que se incrementa de 22 a 200 °C,

al ser deformadas hasta la rotura a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Esta tendencia puede verse al comparar los refinamientos de fases presentados en las Tablas 4.7 y 4.18, para ensayos a 22 y 50 °C, respectivamente. A temperatura ambiente el remanente de austenita no transformada es de 7% mientras que a 50 °C es de 18%. Para 100 y 200 °C no se detectó ningún grado de transformación.

### 5.2.2. Propiedades mecánicas

Al observar la información presentada en la Tabla 4.5, pueden deducirse ciertas tendencias en las propiedades mecánicas en función de la velocidad de deformación aplicada. Primero, la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  aumenta un 22% al incrementar la velocidad de  $10^{-4}$  a  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , en concordancia con resultados presentados por Grässel y Benzing *et al.* para un acero TWIP Fe-25Mn-3Si-3Al [16, 38]. Asumiendo la ausencia de transformación martensítica hasta la deformación de 0,2%, la respuesta positiva de la tensión  $R_{p0,2}$  puede relacionarse con el efecto de la velocidad de deformación en la tensión de fricción requerida para la propagación de dislocaciones en la red cristalina, como ocurre para los aceros austeníticos estables [88]. Contrariamente, la resistencia máxima  $R_m$  decrece desde 837 a 723 MPa en el rango de  $10^{-4}$  a  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . Para explicar este comportamiento, es importante tener en cuenta el proceso de endurecimiento que ocurre en el material durante el trabajo plástico. En este sentido, un incremento en la temperatura puede inhibir la transformación martensítica y la consecuente reducción en la fracción volumétrica de esta fase de alta dureza se vería reflejada en una disminución de la resistencia del material. La misma relación entre  $R_m$  y la velocidad de deformación es observada en los aceros austeníticos metaestables AISI 304 y 301LN [44]. Información precisa sobre el efecto de la velocidad de la deformación en la elongación uniforme  $A_g$  y elongación final  $A$  no puede encontrarse en la literatura. Para el caso de un acero inoxidable austenítico AISI 309, donde la deformación plástica ocurre solo por deslizamiento de dislocaciones y el efecto de la velocidad puede ser aislado, un incremento desde  $10^{-6}$  hasta  $10^1 \text{ s}^{-1}$  provoca una reducción en la deformación  $A_g$  [44]. Para el acero TWIP Fe-25Mn-3Si-3Al Grässel *et al.* reporta descensos en  $A_g$  y  $A$  al aumentar la velocidad de deformación en el intervalo entre  $10^{-4}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , mientras que Benzing *et al.* no distingue ningún efecto claro de la velocidad en la

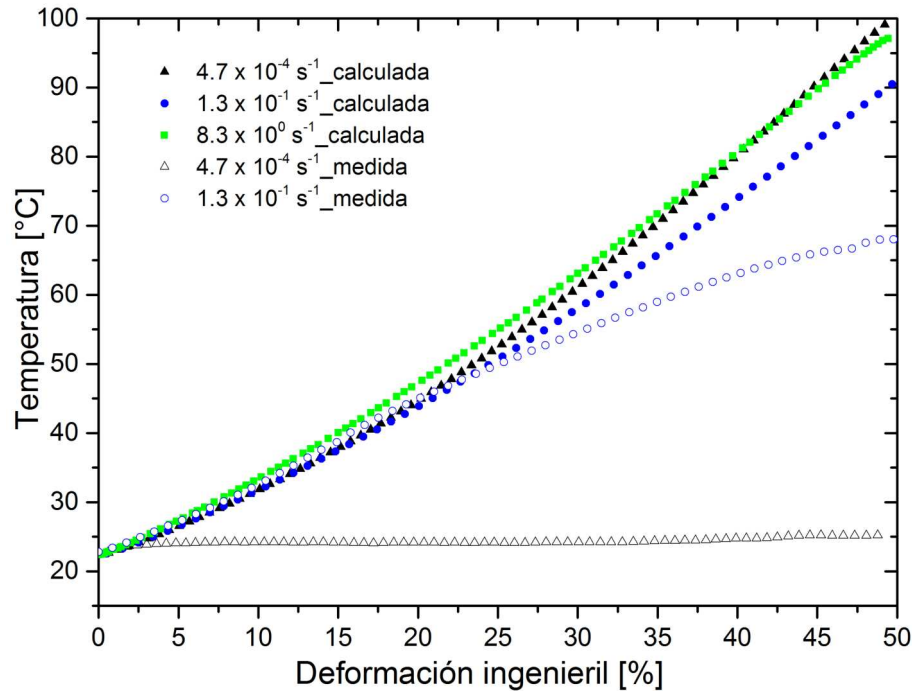
plasticidad [16, 38]. En contraste con estos resultados, el acero Fe-18Mn-2Si-2Al estudiado en este trabajo muestra un aumento de la plasticidad con la velocidad de deformación (ver Tabla 4.5). La capacidad de absorción de energía, también presentada en la Tabla 4.5 por el producto entre  $R_m \times A$ , indica que el material conserva su CAE entre 33942 y 35239 MPa %, para el rango de velocidades de deformación entre  $10^{-4}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . Estos resultados están en el rango de las CAE de aleaciones de similar composición reportadas en la bibliografía: los aceros TRIP Fe-15,3Mn-2,8Si-2,4Al y Fe-15Mn-2Si-4Al alcanzaron 38445 y 34310 MPa %, respectivamente, al ser deformados a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [32, 17]. Sin embargo, algo realmente destacable de la aleación G2 es que la CAE obtenida se muestra poco sensible a la velocidad de deformación, reduciéndose solo 3,6 % y 0,8 %, al subir la velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente. De forma contraria, una aleación Fe-20Mn-3Si-3Al, estudiada por Frommeyer *et al.*, bajó de 65600 a 33000 MPa %, al incrementarse la velocidad del ensayo de tracción de  $10^{-4}$  a  $10^0 \text{ s}^{-1}$  [32]. Para el caso de los ensayos a temperatura (Tabla 4.6), se observa una disminución tanto de la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  como de la resistencia máxima  $R_m$ , al ensayar las muestras a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  en el rango de 22 a 200 °C. Las deformaciones  $A_g$  y  $A$  aumentan en el rango desde temperatura ambiente hasta los 100 °C, y luego decrecen para el ensayo a 200 °C. Los efectos de la velocidad y la temperatura en las propiedades mecánicas, y su relación con los mecanismo de deformación presentes, se discuten en la Sección 5.2.3. La temperatura de transición dúctil-frágil, obtenida mediante ensayos de Charpy (Fig. 4.13) resultó en torno a los -120 °C. Este resultado se ubica en un punto intermedio entre la temperatura obtenida por Bal *et al.* para un acero TWIP Fe-15Mn-2,6Si-0,6C ( $\sim 0$  °C) y la obtenida por Grässel *et al.* para un TRIP Fe-20Mn-3Si-3Al ( $< -196$  °C). En el análisis de las fractografías de la Figura 4.14 se evidencia este cambio de comportamiento en el tipo de fractura, pasando de un comportamiento frágil para el ensayo efectuado a -196 °C, a uno dúctil con zonas de clivaje, para el ensayo a -94 °C. Los requerimientos establecidos por la Norma EN 10028-2:2009 - British Standard, referida a productos planos de acero para aplicaciones sometidas a presión, establecen que la disminución de la capacidad de absorber energía de impacto puede disminuir, como máximo, un 32 % al descender la temperatura del ensayo desde 20 a -20 °C. En este sentido, la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al

supera este requerimiento: la disminución de la energía absorbida en el rango de 20 a -20 °C es prácticamente despreciable. Más aún, al analizar la curva interpolada de la Fig. 4.13, la energía absorbida disminuye un 32 % al bajar la temperatura de 22 a -120 °C.

### 5.2.3. Efectos de la velocidad de deformación y la temperatura en los mecanismos de deformación activos

El cambio de las propiedades mecánicas sugiere que los mecanismos de plasticidad se ven afectados de alguna manera con el aumento de la velocidad de deformación. Estos efectos se vuelven notorios al observar las pendientes de las curvas de tracción de la Figura 4.10, siguiendo la evolución del coeficiente  $n$  de la Figura 4.11, y teniendo en cuenta las disimilares fracciones en volumen de fases en los especímenes luego de la rotura, mostradas en la Tabla 4.7. Una particularidad a destacar es el aumento de temperatura de las probetas durante los ensayos a tracción uniaxial, un efecto reportado previamente en trabajos publicados en la literatura [36, 38]. Por este motivo, la evolución de la temperatura fue determinada *in situ* para los especímenes ensayados a  $10^{-4}$  y  $10^{-1}$  s $^{-1}$ , y calculada según la Ecuación 2.6 para las condiciones de  $10^{-1}$  y  $10^1$  s $^{-1}$ . Los parámetros usados en la Ec. 2.6, que describe el incremento de la temperatura debido al calentamiento adiabático, fueron:  $\beta = 0,9$ ;  $\rho = 7,8$  g cm $^{-3}$  y  $C_P = 0,46$  kJ (kg K) $^{-1}$ . Los perfiles de temperatura obtenidos son presentados en la Figura 5.2, en función de la deformación ingenieril. Como puede verse, la aproximación del calentamiento adiabático sobrestima la temperatura medida para la condición de  $10^{-1}$  s $^{-1}$ . Por lo tanto, de aquí en adelante se utilizarán las temperaturas medidas para las muestras ensayadas a  $10^{-4}$  y  $10^{-1}$  s $^{-1}$ , mientras que se emplearán los valores calculados para el caso de  $10^1$  s $^{-1}$ .

Todos los ensayos se iniciaron una vez estabilizadas las temperaturas de las probetas con la temperatura ambiente, fijada a 22 °C, como se muestra en la Fig. 5.2. Mientras que el ensayo cuasi-estático se desarrolla prácticamente en condición isotérmica, los especímenes de  $10^{-1}$  y  $10^1$  s $^{-1}$  perciben un notorio incremento en su temperatura. Específicamente, las diferencias entre las temperaturas finales e iniciales resultan  $\Delta T_{(-4)} = 3$  °C,  $\Delta T_{(-1)} = 46$  °C, y  $\Delta T_{(1)} = 74$  °C, para las condiciones  $10^{-4}$ ,  $10^{-1}$  y  $10^1$ , respectivamente. Teniendo en cuenta estos incrementos de temperatura con la velocidad de deformación, la evolución de

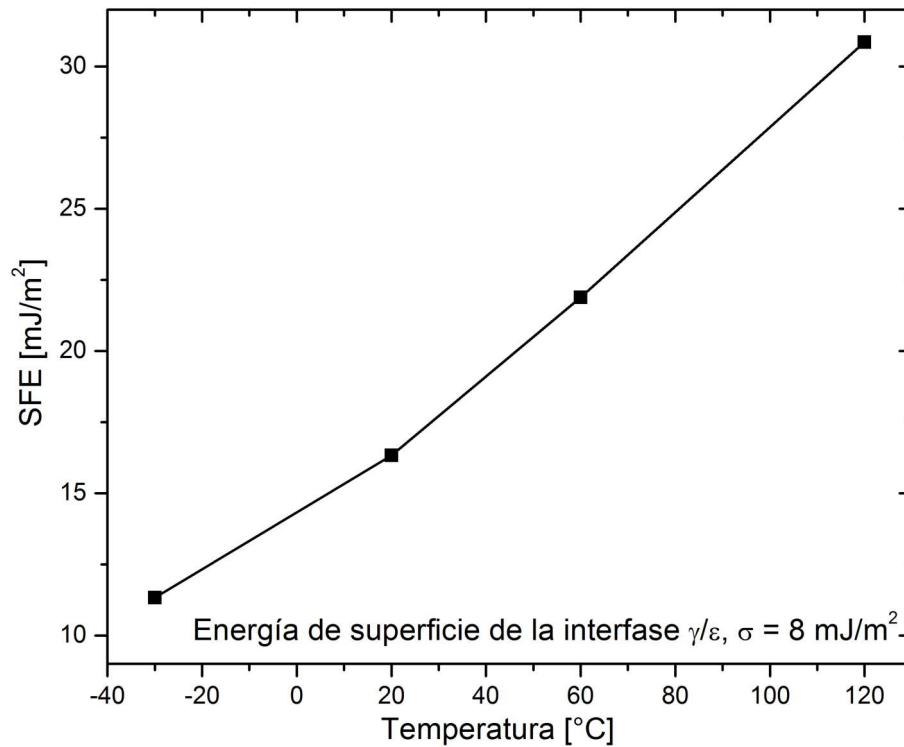


**Figura 5.2:** Evolución de la temperatura de probetas con la velocidad de deformación. Temperatura ambiente  $22^\circ\text{C}$ .

la SFE fue evaluada considerando que: de su valor depende el mecanismo de deformación activo en la aleación; y es sabido que el mismo aumenta con la temperatura [63, 5].

La energía de falla de apilamiento en función de la temperatura puede ser obtenida mediante el enfoque termodinámico propuesto por Olson y Cohen, cuya expresión se encuentra en Ec. 2.5. Generalmente se adoptan valores entre  $5$  y  $15 \text{ mJ m}^{-2}$  para la energía de superficie de la interfase  $\gamma/\varepsilon$  [53, 89, 90]. Para este caso, se adoptó un valor de  $8 \text{ mJ m}^{-2}$ , de acuerdo con el acero TWIP Fe-25Mn-1,6Al-0,24Si presentado por Curtze y Kuokkala, debido a similitudes composicionales [15]. La diferencia en energía libre de Gibbs entre las fases FCC y HCP fue calculada mediante un análisis CALPHAD para  $-30$ ,  $20$ ,  $60$ , y  $120^\circ\text{C}$ , utilizando la composición química presentada en la Tabla 3.2. Los valores de SFE son presentados en la Fig. 5.3. Relacionando las Figs. 5.2 y 5.3, resulta probable que los especímenes ensayados a  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$  experimenten un cambio en sus SFE durante la deformación, mientras que las muestras ensayadas en condición cuasi-estática mantengan el valor de su SFE prácticamente constante.

El endurecimiento por deformación en función de la velocidad de deformación puede



**Figura 5.3:** Valores de SFE calculados a partir de la Ec. 2.5.

estar asociado al mecanismo de deformación activo para cada condición. Estos mecanismos dependen especialmente del valor de la energía de falla de apilamiento de la fase madre austenítica y, al verse modificado, podrían llevar al material a evolucionar de una deformación con efecto TRIP puro, a un efecto mixto TRIP/TWIP [35]. Como fue mencionado al principio de la presente sección, el exponente de endurecimiento  $n$  es utilizado como un indicador de la intensidad del efecto TRIP. Particularmente, el máximo valor de endurecimiento por deformación es representado por el máximo valor de  $n$  ( $n_{max}$ ). Por este motivo, el instante en el que se desarrolla el  $n_{max}$  es utilizado como punto de comparación, en el rango de velocidades de deformación investigadas. Esta comparación se sintetiza en la Tabla 5.1, en la que los valores de SFE fueron obtenidos de la Figura 5.3. Tomando la primera fila de la Tabla 5.1 como ejemplo, el  $n_{max}$  de 0,83 ocurre al 25 % de deformación ingenieril, para la condición de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Este valor de deformación corresponde a una temperatura de 24 °C (ver Fig. 5.2), en la que el material posee un valor de SFE de 16,9  $\text{mJ m}^{-2}$ , según Fig. 5.3. El mismo razonamiento puede ser aplicado al resto de los casos. Así, la Tabla 5.1 indica que, para cada instante de máximo endurecimiento, la aleación

alcanza los valores de SFE 16,9; 20,5; y 23,4  $\text{mJ m}^{-2}$ , para las velocidades  $10^{-4}$ ,  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente.

Velocidad de deformación [ $\text{s}^{-1}$ ]	$n_{max}$	Deformación ingenieril [%]	T [ $^{\circ}\text{C}$ ]	SFE [ $\text{mJm}^{-2}$ ]
$4,7 \times 10^{-4}$ ( $10^{-4}$ )	0,83	25	24	16,9
$1,3 \times 10^{-1}$ ( $10^{-1}$ )	0,63	25	50	20,5
$8,3 \times 10^0$ ( $10^1$ )	0,65	32	70	23,4

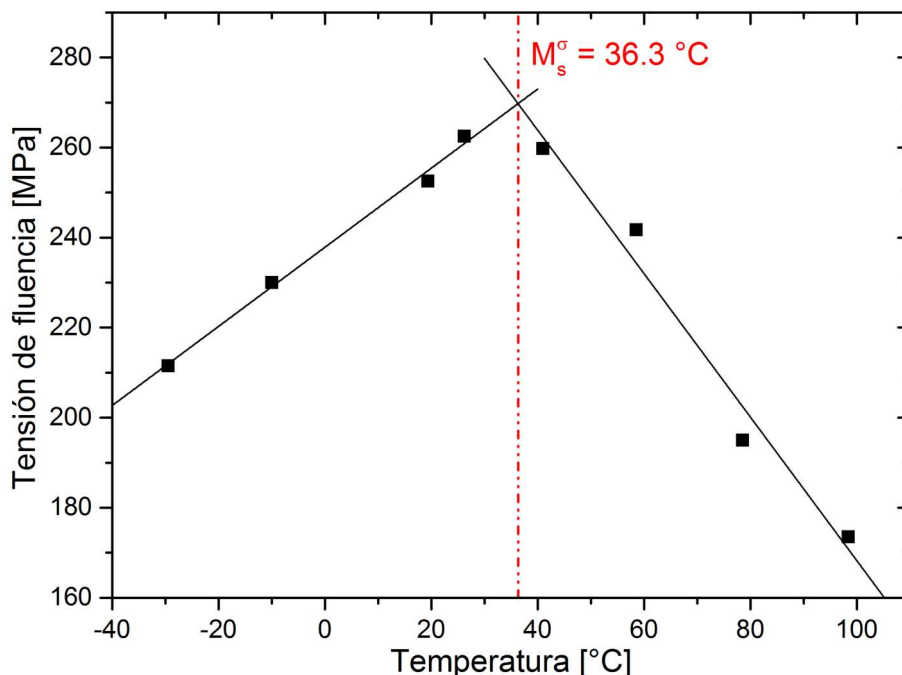
**Tabla 5.1:** Correlación entre la velocidad de deformación, la temperatura de los especímenes, y la SFE en el instante de máximo valor de endurecimiento por deformación ( $n_{max}$ ).

Tomando en consideración los valores de SFE para los instantes de máximo endurecimiento, se puede hacer una comparación entre los mecanismos de deformación activos en cada caso. El valor de 16,9  $\text{mJ m}^{-2}$ , encontrado para la condición de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , está relacionada con la activación de la transformación martensítica inducida por deformación, para este tipo de aceros [32, 17, 35, 5]. Por otra parte, una valor de SFE mayor a 18  $\text{mJ m}^{-2}$  es necesario para activar un efecto mixto TRIP/TWIP, con contribuciones sustanciales de cada mecanismo [91, 92]. Esto es precisamente lo que ocurre para los especímenes ensayados a  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , en las condiciones de máximo endurecimiento. De esta forma, con la activación del mecanismo TWIP, una menor pendiente en las curvas de tracción y una mayor elongación a rotura son previstas, junto con un inferior volumen desarrollado de martensita inducida por deformación [31, 16, 32, 92]. Estos efectos son observados en la Fig. 4.10 y la Tabla 4.5.

Las micrografías TEM mostradas en la Figura 4.21 proveen evidencia de la activación del fenómeno TWIP para las muestras ensayadas a  $10^{-1}$  y  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . Esto se encuentra en correspondencia con la relación entre velocidad de deformación, temperatura, SFE calculada, y el comportamiento mecánico exhibido en cada caso.

La decisiva influencia de la temperatura en el mecanismo de deformación activo, motivó la determinación de la temperatura  $M_s^{\sigma}$  de la aleación (ver Capítulo 3.3.3). De esta manera, la gráfica de la Figura 5.4 presenta los valores de la fluencia  $R_{p0,2}$  en función de la temperatura de cada ensayo, y la temperatura  $M_s^{\sigma} = 36,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$  se indica en el punto en

el que se intersecan las dos líneas sólidas ajustadas.



**Figura 5.4:** Determinación de la temperatura  $M_s^\sigma$ . Tensión de fluencia graficada en función de la temperatura, para especímenes **G2** ensayados en condición cuasi-estática,  $10^{-4} s^{-1}$ .

Como fue explicado anteriormente, en el Capítulo 2.1.2, por debajo de la temperatura  $M_s^\sigma$  la recta "tensión-temperatura" muestra una pendiente positiva, en correspondencia con la presencia de formación de martensita inducida mecánicamente. Por encima de  $M_s^\sigma$ , el cambio en la pendiente, de positiva a negativa, indica un cambio en el mecanismo de deformación gobernante de una doble transformación  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  a otro mecanismo controlado, en este caso, principalmente por maclado. El maclado es energéticamente favorecido con respecto al deslizamiento de dislocaciones apenas por encima de la temperatura  $M_s^\sigma$ , mientras que a mayores temperatura la movilidad de dislocaciones se vuelve predominante [15].

Este fenómeno puede comprobarse al comparar los grados de transformación por deformación entre un espécimen ensayado cuasi-estáticamente a 22 °C (ver Tabla 4.7) y otro ensayado a 50 °C (ver Tabla 4.6). Para la probeta traccionada a temperatura por debajo de  $M_s^\sigma$  la austenita no transformada tras la rotura resultó de 7%, mientras que la muestra ensayada por encima de  $M_s^\sigma$  terminó con un remanente de 18% de fase  $\gamma$ . Los ensayos realizados a 100 y 200 °C no evidenciaron ningún tipo de transformación.

En ese sentido, puede asumirse que esas temperaturas se encuentran por encima de la denominada temperatura  $M_d$  (ver Capítulo 2.1.2).

De acuerdo con la Fig. 5.3, a la temperatura  $M_s^\sigma$  de 36,6 °C, le corresponde una SFE de 18,6 mJ m<sup>-2</sup>. A ese nivel de energía de falla de apilamiento, el maclado toma control del mecanismo de deformación por sobre la transformación martensítica. Este hecho, remarca la importancia de la determinación de la temperatura  $M_s^\sigma$  de la aleación en estudio. Al conocer el valor de  $M_s^\sigma$  y calcular el valor del incremento adiabático de temperatura, a través de la Ec. 2.5, el compartamiento del material puede ser estimado sobre dicho rango de temperatura de trabajo. En el caso de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al estudiada en esta Tesis, cuya  $M_s^\sigma$  se encuentra cerca de la temperatura ambiente, se logran obtener mejoras de tensión-deformación al aprovecharse la transición entre los efectos TRIP-TWIP. Esta característica provoca que la capacidad de absorción energía (CAE) de la aleación se vea tenuemente afectada por la velocidad de deformación, con una máxima reducción de 3,6 % en el producto entre  $R_m \times A$ , tal como señala la Tabla 4.5.



## Capítulo 6

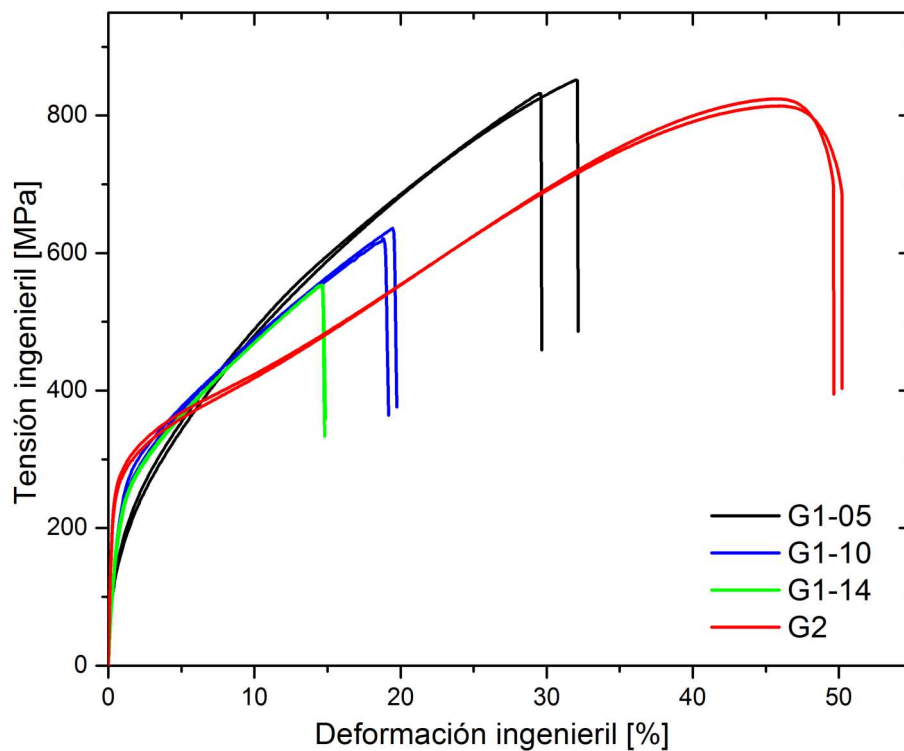
# Conclusiones y Perspectivas

La motivación principal de la Tesis estuvo basada en el desarrollo y estudio de nuevas aleaciones TRIP/TWIP que permitan reducir el peso de los automóviles, reduciendo sus emisiones de CO<sub>2</sub> manteniendo las prestaciones de seguridad. El trabajo realizado se basó en determinados tópicos esenciales que abarcaron el proceso de elaboración de aleaciones, su caracterización microestructural y mecánica, y el análisis de los mecanismos de deformación activos frente a distintas condiciones de ensayos. Con estos lineamientos, las aleaciones investigadas tuvieron las composiciones: Fe-15Mn-3Si (Generación 1) y Fe-18Mn-2Si-2Al (Generación 2). En este Capítulo se resumen los resultados destacados, mayores aportes y las principales conclusiones con respecto a cada tópico anteriormente mencionado. Adicionalmente, se plantean algunos interrogantes y perspectivas que podrían servir de fuerza motriz para continuar indagando sobre las líneas de investigación aquí expuestas.

### 6.1. Conclusiones

Como primera conclusión general, cabe resaltar el éxito obtenido en el proceso de aleado, mediante hornos de inducción, y colada en moldes de diseño y fabricación propia. Utilizando materia prima de calidad comercial se lograron elaborar las aleaciones buscadas, con mínimos desvíos en sus composiciones. Otro hecho destacable es que, mediante el estudio y modificación de la composición química, se pudieron optimizar las propiedades

mecánicas de una aleación. Este hecho se sintetiza en la Fig. 6.1, que muestra la mejora en la respuesta a la tracción uniaxial al comparar los aceros Fe-15Mn-3Si con el Fe-18Mn-2Si-2Al. Además se pudieron obtener resultados originales y novedosos en el desempeño de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al, que fueron publicados en una prestigiosa revista internacional, aún teniendo en cuenta la cuantiosa cantidad de artículos que se publican mundialmente en los tópicos referidos a aceros TRIP/TWIP hoy en día.



**Figura 6.1:** Optimización de las propiedades mecánicas de una aleación, mediante el estudio y modificación de su composición.

A continuación se detallan separadamente las conclusiones específicas de cada aleación investigada:

### 6.1.1. Fe-15Mn-3Si (Generación 1)

- La **Generación 1** de aleaciones, de composición Fe-15Mn-3Si, demostró tener un comportamiento frágil con fracturas prematuras, al ser deformada a tracción uniaxial a velocidad cuasi-estática, independientemente de su contenido de carbono (0,05; 0,10 o 0,14%) y de sus tratamientos termomecánicos previos.

- Las altas temperaturas de transformación martensíticas  $M_s$  ( $107 \leq M_s \leq 151$  °C) de las aleaciones **Generación 1**, dan como resultado una microestructura de partida con alta proporción de martensitas térmicas  $\varepsilon_{hcp}$  y  $\alpha_{bcc}$ , en combinación con austenita retenida  $\gamma_{fcc}$ .
- Las bajas temperaturas de Néel ( $-28 \leq T_N \leq 9$  °C) de las aleaciones Fe-15Mn-3Si perjudican la estabilidad de la austenita retenida a temperatura ambiente, favoreciendo la transformación martensítica en la misma.
- El alto contenido de Si en los aceros Fe-15Mn-3Si disminuye la SFE de la fase  $\gamma$ , favoreciendo la transformación  $\gamma \rightarrow \epsilon$  y refinando el tamaño de las placas de martensita.

### 6.1.2. Fe-18Mn-2Si-2Al (Generación 2)

- El procesamiento termomecánico de las probetas de Fe-18Mn-2Si-2Al, con resultados satisfactorios en su comportamiento mecánico, fue llevado a cabo en pocos pasos y con bajos requerimientos de tiempos y temperaturas. Esto significaría una ventaja, desde el punto de vista económico, si se consideran posibles usos tecnológicos y/o producción a escala industrial de esta aleación.
- Mediante la reformulación del acero TRIP Fe-15Mn-3Si, aumentando el Mn, bajando el Si y adicionando Al, dando así lugar a la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al, se logró un incremento en la temperatura de ordenamiento antiferromagnético ( $T_N = 20$  °C) y una disminución en temperatura de transformación martensítica ( $M_s = -69$  °C).
- El descenso en la  $M_s$  genera en el material una microestructura de partida completamente austenítica. El aumento en la  $T_N$  estabiliza dicha fase.
- La SFE se incrementa también debido al cambio en composición, aumentando la ductilidad en la respuesta a las tensiones de tracción aplicadas. El valor de la SFE se encuentra en una región cercana a la correspondiente activación del maclado.
- El comportamiento mecánico y la evolución microestructural del acero TRIP Fe-18Mn-2Si-2Al fue estudiado bajo cargas de tracción en un régimen de velocidades

comprendido entre  $4,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y  $8,3 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ . A medida que aumenta la velocidad en este rango, la tensión de fluencia  $R_{p0,2}$  crece, la resistencia máxima  $R_m$  disminuye, y la ductilidad se incrementa, tanto para la elongación uniforme  $\varepsilon_{un}$ , como para la elongación a rotura  $\varepsilon_f$ .

- El mayor endurecimiento por deformación para la condición cuasi-estática es atribuido a un mecanismo de transformación martensítica en dos etapas,  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ , que se desarrolla isotérmicamente y es verificado por análisis de DRX, SEM y TEM. Este hallazgo se corresponde con una SFE de  $16,9 \text{ mJ m}^{-2}$ , calculada utilizando método CALPHAD.
- Para velocidades de deformación de  $1,3 \times 10^{-1}$  y  $8,3 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ , el aumento de temperatura debido a el calentamiento adiabático es suficiente para alterar el valor de la SFE por encima de  $18 \text{ mJ m}^{-2}$  y, consecuentemente, introducir la aleación a una zona mixta donde ambos mecanismos TRIP/TWIP pueden ocurrir. Este cambio en el mecanismo de deformación activo también es acompañado de menores pendientes en las curvas de tracción y mayores cantidades de austenita no transformada.
- El aumento de temperatura en los especímenes durante los ensayos mecánicos supera la temperatura  $M_s^\sigma$  de la aleación.
- La compleja interacción entre la temperatura, la velocidad de deformación, y la SFE en los mecanismos TRIP, TWIP, y otros mecanismos de endurecimiento, resaltan la necesidad de controlar el valor de  $M_s^\sigma$  en el diseño de este tipo de aleaciones.
- La capacidad de absorción de energía se ve reducida en solo un 3,6% en todo el régimen de velocidades de deformación evaluado.

## 6.2. Perspectivas

Todo el trabajo presentado en esta Tesis muestra solo una pequeña parte del camino transitado, desde el año 2014, para iniciar una nueva línea de investigación en el Instituto de Física Rosario y en la Facultad de Cs. Exactas, Ingeniería y Agrimensura (U.N.R.), en

aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) para aplicaciones automotrices. Durante todo este período aparecieron muchos interrogantes, algunos de los cuales fueron resueltos, pero otros todavía esperan una respuesta. A partir de estos interrogantes, se plantean algunas ideas para posibles investigaciones futuras:

- Explorar los efectos específicos del Mn, Si y Al en las temperaturas  $T_N$  y  $M_s$ , en una gama de aleaciones en el sistema Fe-(15/20)Mn-(0/3)Si-(0/3)Al. Relacionar estos parámetros con la estabilidad de la austenita y sus efectos sobre la plasticidad.
- Estudiar el efecto de la velocidad de deformación, mediante ensayos a tracción, a diferentes temperaturas en el rango de -50 a 200 °C, analizando la evolución microestructural y su relación con la SFE en cada instante.
- Evaluar la influencia de otras variables, como tamaño de grano y textura, en las propiedades mecánicas del acero austenítico Fe-18Mn-2Si-2Al. Relacionar la respuesta mecánica con los mecanismos de deformación presentes en cada caso.
- Investigar la respuesta de la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al a tratamientos térmicos intercríticos que enriquezcan a la austenita de elementos que la estabilicen, a fin de mejorar la respuesta mecánica.
- Desarrollar y estudiar aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) con medio contenido de manganeso ( $Mn < 10\%$ ), de interés automotriz y bajo costo de producción. Mejorar sus propiedades mecánicas mediante la aplicación de tratamientos térmicos de “quenching and partitioning” y/o recocidos intercríticos.



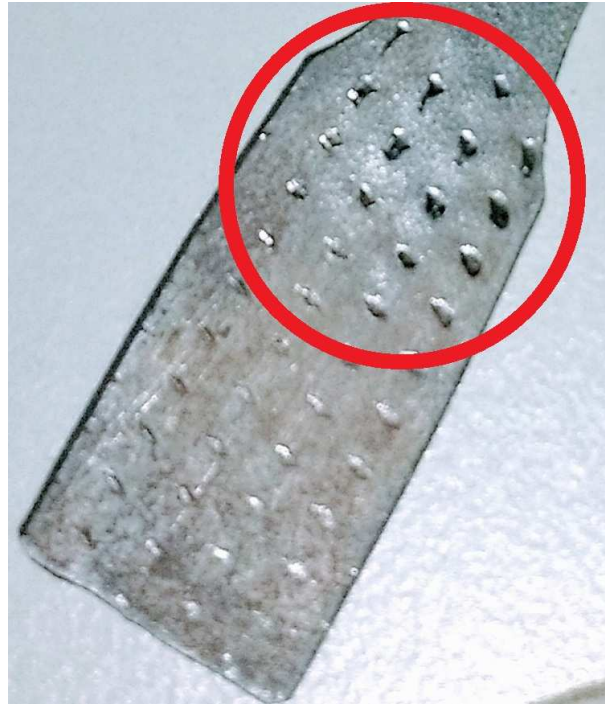
## Apéndice A

# Correlación Digital de Imagen

### A.1. Calibración mediante DIC

En el Capítulo 3.3.2 se expresó la necesidad de aplicar una corrección de las deformaciones medidas durante los ensayos de tracción a las aleaciones de la **Generación 2** debido a la imposibilidad de utilizar extensómetro. El primer indicio sobre la posibilidad de error en estas mediciones fue la observación de huellas en las zonas de agarre de las probetas. La Figura A.1 muestra el deslizamiento de las marcas de los cabezales, debido a la excesiva deformación producida fuera de la longitud calibrada, para un espécimen deformado a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La baja tensión de fluencia y el gran endurecimiento que posee la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al pueden ser los motivos principales de este fenómeno. Una verificación de esta anomalía en la deformación se realizó mediante la aplicación de dos indentas separadas a una distancia  $l_0 = 10 \text{ mm}$  previo a un ensayo de tracción hasta instantes previos a la rotura. La deformación final medida por la Instron para dicho ensayo resultó de 68%, mientras que la calculada mediante la medición de las indentas  $(l_f - l_0)100/l_0$ , fue de 46%.

Se optó por utilizar el método de Correlación Digital de Imagen (DIC) para poder obtener un análisis de la evolución temporal de las deformaciones con alto nivel de precisión. La utilización del DIC requiere la aplicación sobre las probetas de un patrón gráfico aleatorio de manchas oscuras sobre un fondo uniforme (“*speckle*”), del cual se toman imágenes sucesivas con una cámara fotográfica durante el ensayo. Las imágenes son luego



**Figura A.1:** Deslizamiento en zona de agarre de una probeta deformada a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

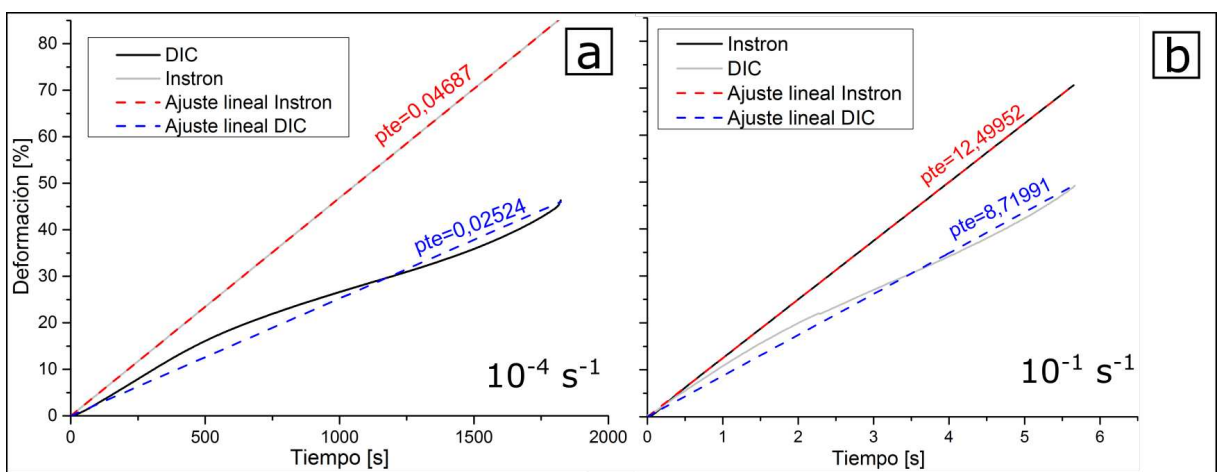
procesadas mediante un software que resuelve el campo de deformaciones a partir de los desplazamientos relativos del patrón impreso [93]. En la Fig. A.2 se puede ver una probeta deformada a tracción uniaxial hasta la rotura, en cuya superficie se imprimió un patrón de *speckle*.

Se realizaron dos ensayos a tracción a velocidades de  $10^{-4}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  y se procesaron las deformaciones adquiridas por la Instron como las obtenidas mediante el método DIC. La longitud calibrada analizada por el método DIC fue de 16 mm. Se graficaron las curvas de la deformación en función del tiempo y se ajustaron mediante rectas, como se muestran en las Figuras A.3 (a) y (b), para las condiciones de  $10^{-4}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , respectivamente.

Luego, con las pendientes de las rectas obtenidas en la Figura A.3, se obtuvieron los coeficientes de corrección para las velocidades  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , como indican las Ecuaciones A.1 y A.2, respectivamente. Debido a la imposibilidad de ensayar a velocidad de  $10^1 \text{ s}^{-1}$  en los laboratorios del IFIR, se asumió para esta condición el mismo coeficiente que el obtenido para  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  (0,6976). Esta asunción se basa en la similitud de las respuestas de endurecimiento del material en ambas condiciones, tal como fue explicado en el Cap. 4.2.2. Los coeficientes de corrección adquiridos se utilizaron para corregir todos



**Figura A.2:** Probeta de tracción fracturada con un patrón “speckle” impreso en su superficie.



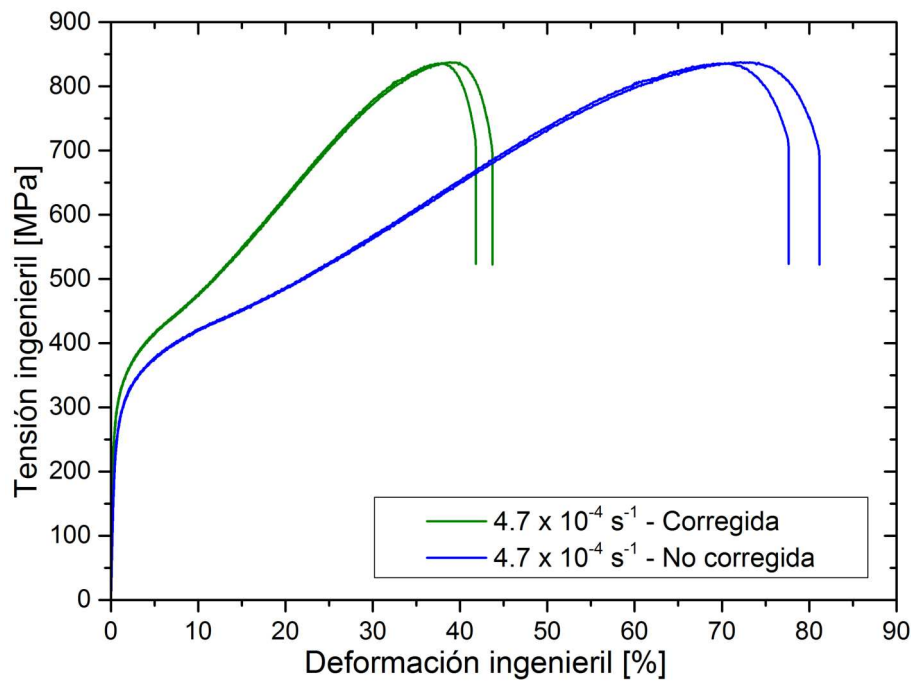
**Figura A.3:** Curvas deformación-tiempo para los ensayos a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (a), y (b)  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

los ensayos de tracción efectuados sobre la aleación Fe-18Mn-2Si-2Al, según la velocidad correspondiente.

$$\varepsilon_{DIC}[\%] = \varepsilon_{Instron}[\%].0,02524/0,04687 = \varepsilon_{Instron}[\%].0,5385 \quad (\text{A.1})$$

$$\varepsilon_{DIC}[\%] = \varepsilon_{Instron}[\%].7,71991/12,49952 = \varepsilon_{Instron}[\%].0,6976 \quad (\text{A.2})$$

Para ilustrar lo importante de estas correcciones calculadas, la Figura A.4 compara las curvas tensión-deformación ingenieril obtenidas mediante ensayos de tracción uniaxial a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a probetas de Fe-18Mn-2Si-2Al.

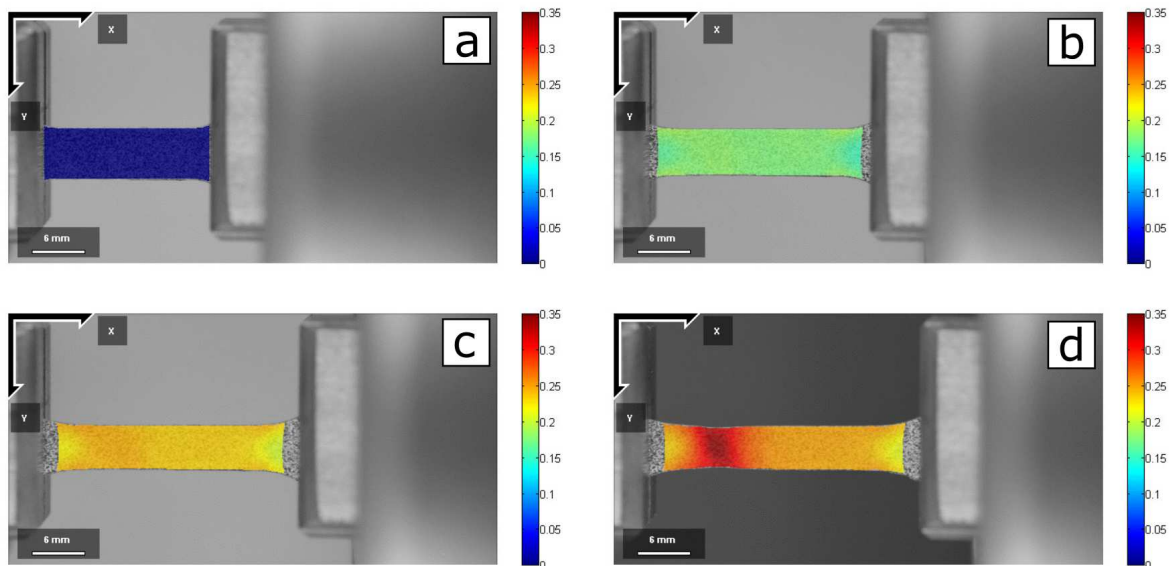


**Figura A.4:** Comparación de curvas tensión-deformación ingenieriles corregidas y no corregidas mediante el coeficiente obtenido en la Ec. A.1, para ensayos de tracción a probetas de Fe-18Mn-2Si-2Al a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

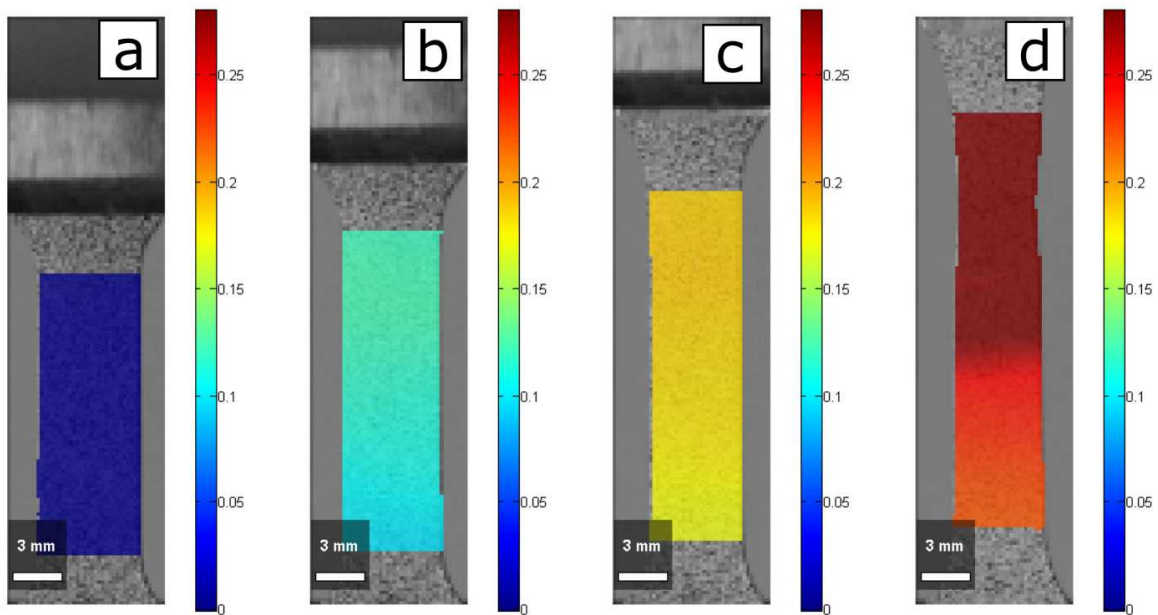
## A.2. Homogeneidad en la deformación

La técnica de DIC, además de brindar precisa información sobre la deformación ingenieril de la probeta (permitiendo realizar la corrección desarrollada en la Sección previa),

sirve para analizar las deformaciones locales durante todo el desarrollo del ensayo. En este sentido, las Figs. A.5 y A.6 muestran las deformaciones locales para los ensayos de tracción realizados a  $10^{-4}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , respectivamente. Se muestran las deformaciones en 4 instantes de tiempo: 0, 25, 75 y 100 %, del total de duración de cada ensayo uniaxial. Al observar las imágenes obtenidas no se detectan heterogeneidades significativas en las deformaciones locales durante el desarrollo del ensayo, y solo al final del mismo se aprecia la aparición de una estabilidad local (*necking*) en la región en que, instantes después, se concretó la fractura.



**Figura A.5:** Deformaciones locales en 4 instantes de tiempo: (a) 0 %, (b) 25 %, (c) 75 % y (d) 100 % del tiempo total del ensayo realizado a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .



**Figura A.6:** Deformaciones locales en 4 instantes de tiempo: (a) 0 %, (b) 25 %, (c) 75 % y (d) 100 % del tiempo total del ensayo realizado a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

# Bibliografía

- [1] P Chowdhury, D Canadincb, and H Sehitoglu. On deformation behavior of Fe-Mn based structural alloys. *Materials Science and Engineering R*, 122:1–28, 2017.
- [2] P. J. Jacques, Q. Furnémont, F. Lani, T. Pardoën, and F. Delannay. Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: I. Characterization and mechanical testing. *Acta Materialia*, 55(11):3681–3693, 2007.
- [3] H. Hofmann, D. Mattissen, and T. W. Schaumann. Advanced cold rolled steels for automotive applications. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 37(9):716–723, 2006.
- [4] B C De Cooman, Yuri Estrin, and Sung Kyu Kim. Twinning-induced plasticity (TWIP) steels. *Acta Materialia*, 142:283–362, 2018.
- [5] O A Zambrano. Stacking Fault Energy Maps of Fe–Mn–Al–C–Si Steels: Effect of Temperature, Grain Size, and Variations in Compositions. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 138(4):041010, 2016.
- [6] B C De Cooman, Kwang-geun Chin, and Jin-kyung Kim. High Mn TWIP Steels for Automotive Applications. *New Trends and Developments in Automotive System Engineering*, pages 101–128, 2011.
- [7] V. T. Witusiewicz, F. Sommer, and E. J. Mittemeijer. Reevaluation of the Fe-Mn phase diagram. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 25(4):346–354, 2004.
- [8] B C De Cooman. Phase transformations in high manganese twinning-induced plasticity (TWIP) steels. In E Pereloma and D Edmonds, editors, *Phase transformations*

- in steels. Volume 2: Diffusionless transformations, high strength steels, modelling and advanced analytical techniques*, chapter 10, pages 295–331. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [9] P J Jacques. Phase transformations in TRIP-assisted multiphase steels. In E Pereloma and D Edmonds, editors, *Phase transformations in steels. Volume 2: Diffusionless transformations, high strength steels, modelling and advanced analytical techniques*, chapter 7, pages 213–246. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [10] G. B. Olson and Z. D. Feinberg. Kinetics of martensite transformations in steels. In E Pereloma and D Edmonds, editors, *Phase transformations in steels. Volume 2: Diffusionless transformations, high strength steels, modelling and advanced analytical techniques*, chapter 3, pages 50–82. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [11] Bo Chen, Jun Jiang, T. Ben Britton, Yongjun Guan, Jinwen Zou, and Fionn P.E. Dunne. Crystal plasticity modelling and HR-DIC measurement of slip activation and strain localization in single and oligo-crystal Ni alloys under fatigue. *International Journal of Plasticity*, 88:70–88, 2016.
- [12] R E Smallman and A H W Ngan. Chapter 3 - Crystal defects. In R E Smallman and A H W Ngan, editors, *Physical Metallurgy and Advanced Materials Engineering (Seventh Edition)*, pages 95–160. Butterworth-Heinemann, Oxford, seventh ed edition, 2007.
- [13] G. B. Olson and Morris Cohen. A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC - HCP transformation. *Metallurgical Transactions A*, 7(12):1897–1904, 1976.
- [14] S. Cotes, M. Sade, and A. Fernandez Guillermet. Fcc/Hcp martensitic transformation in the Fe-Mn system: Experimental study and thermodynamic analysis of phase stability. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 26(8):1957–1969, 1995.
- [15] S. Curtze and V. T. Kuokkala. Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy, temperature and strain rate. *Acta Materialia*, 58(15):5129–5141, 2010.

- [16] O. Grässel, L. Krüger, G Frommeyer, L. W. Meyer, O Gra, L Kru, and O Q? High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application. *International journal of plasticity*, 16(10):1391–1409, 2000.
- [17] M C Mcgrath, D C Van Aken, N I Medvedeva, and J E Medvedeva. Work Hardening Behavior in Steel with Multiple TRIP Mechanisms. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44(10):4634–4643, 2013.
- [18] Shanqing Xu, Dong Ruan, John H. Beynon, and Yonghua Rong. Dynamic tensile behaviour of TWIP steel under intermediate strain rate loading. *Materials Science and Engineering A*, 573:132–140, 2013.
- [19] Robert Abbott Hadfield. *Metallurgy and its Influence on Modern Progress: With a survey of education and research*. Chapman & Hall, 1925.
- [20] Y. N. Dastur and W. C. Leslie. Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel. *Metallurgical Transactions A*, 12(5):749–759, 1981.
- [21] P. H. Adler, G. B. Olson, and W. S. Owen. Strain Hardening of Hadfield Manganese Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 17(10):1725–1737, 1986.
- [22] Asdrúbal Valencia Giraldo. EL ACERO HADFIELD REVISITADO. *Revista Colombiana de Materiales*, 3:1–23, 2010.
- [23] Morris Cohen and G. B. Olson. Kinetics of Strain-Induced Martensitic Nucleation. *Metallurgical Transactions A*, 6A:791–795, 1975.
- [24] J.R. Patel and M. Cohen. Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation. *Acta Metallurgica*, 1(5):531–538, sep 1953.
- [25] R.G. Stringfellow, D.M. Parks, and G. B. Olson. A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformations in metastable austenitic steels. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(7):1703–1716, jul 1992.
- [26] Yasuharu Sakuma, Osamu Matsumura, and Hiroshi Takechi. Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat-treated bainite-transformed steel and

- their variation with Si and Mn additions. *Metallurgical Transactions A*, 22(2):489–498, 1991.
- [27] P.J. Jacques. Transformation-induced plasticity for high strength formable steels. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8(3-4):259–265, jun 2004.
- [28] B C De Cooman. Structure–properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8(3-4):285–303, jun 2004.
- [29] Etienne Girault, Anne Mertens, Pascal Jacques, Yvan Houbaert, Bert Verlinden, and Jan Van Humbeeck. Comparison of the effects of silicon and aluminium on the tensile behaviour of multiphase TRIP-assisted steels. *Scripta Materialia*, 44(6):885–892, 2001.
- [30] H. K. D. H. Bhadeshia. TRIP-Assisted Steels? *ISIJ International*, 42(9):1059–1060, 2002.
- [31] O Grässel, G Frommeyer, and C Derder. Phase Transformations and Mechanical Properties of Fe-Mn-Si-Al TRIP-Steels. *Journal de Physique IV*, 07(05):C5–383–c5–388, 1997.
- [32] G Frommeyer, Udo Brück, and Peter Neumann. Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. *ISIJ International*, 43(3):438–446, 2003.
- [33] Marion Merklein, Maren Johannes, Michael Lechner, and Andreas Kuppert. A review on tailored blanks - Production, applications and evaluation. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(2):151–164, 2014.
- [34] E. I. Galindo-Nava and P. E.J. Rivera-Díaz-del Castillo. Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects. *Acta Materialia*, 128:120–134, 2017.
- [35] D. T. Pierce, J. A. Jimenez, J Bentley, D Raabe, C Oskay, and J E Wittig. The influence of manganese content on the stacking fault and austenite / e -martensite

- interfacial energies in Fe – Mn – ( Al – Si ) steels investigated by experiment and theory. *Acta Materialia*, 68:238–253, 2014.
- [36] D. T. Pierce, J. A. Jimenez, J Bentley, D Raabe, and J. E. Wittig. The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain-hardening evolution of Fe-Mn-Al-Si steels during tensile deformation. *Acta Materialia*, 100:178–190, 2015.
- [37] Stefan Hiermaier. *Structures Under Crash and Impact*. Springer, 2008.
- [38] J.T. Benzing, W.A. a. Poling, D.T. T. Pierce, J. Bentley, K.O. O. Findley, D Raabe, and J.E. E. Wittig. Effects of strain rate on mechanical properties and deformation behavior of an austenitic Fe-25Mn-3Al-3Si TWIP-TRIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, 711(October 2017):78–92, 2018.
- [39] Von Hermann Schumann, Rostock Mitteilung, and Universitat Rostock. Die martensitischen Umwandlungen in kohlenstoffarmen Manganstählen. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, 38(8):647–656, 1967.
- [40] I. Tamura. Deformation-induced martensitic transformation and transformation-induced plasticity in steels. *Metal Science*, 16(5):245–253, 1982.
- [41] G. B. Olson and M Cohen. Stress-Assisted Isothermal Martensitic Transformation Application to TRIP Steels G.B. *Metallurgical Transactions A*, 13A:1907–1914, 1982.
- [42] T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto, and M. Ichihara. An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel. *Acta Metallurgica*, 25(10):1151–1162, 1977.
- [43] J. W. Brooks, M. H. Loretto, and R. E. Smallman. In situ observations of the formation of martensite in stainless steel. *Acta Metallurgica*, 27(12):1829–1838, 1979.
- [44] Joshua A Lichtenfeld, Martin C Mataya, and Chester J V A N Tyne. Effect of Strain Rate on Stress-Strain Behavior of Alloy 309 and 304L Austenitic Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(January):147–161, 2006.

- [45] E. H. Lee, M. H. Yoo, T. S. Byun, J. D. Hunn, K. Farrell, and L. K. Mansur. On the origin of deformation microstructures in austenitic stainless steel: Part II - Mechanisms. *Acta Materialia*, 49:3277–3287, 2001.
- [46] J Weertman and J R Weertman. *Théorie Elémentaire des Dislocations*. Masson & Cie, Paris, France, 1970.
- [47] J. W. Christian and S. Mahajan. Deformation twinning. *Progress in Materials Science*, 39(1-2):1–157, 1995.
- [48] M A Meyers, O Vohringer, and V A Lubarda. the Onset of Twinning in Metals. *Acta Materialia*, 49:4025–4039, 2001.
- [49] S. Allain. *Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et décroissance d'aciérs austénitiques à haute teneur en manganèse - Application à l'effet TWIP*. PhD thesis, Institut National Polytechnique De Lorraine, 2004.
- [50] Pat L. Mangonon and Gareth Thomas. The martensite phases in 304 stainless steel. *Metallurgical Transactions*, 1(6):1577–1586, 2007.
- [51] Hao Ding, Hua Ding, Dan Song, Zhengyou Tang, and Ping Yang. Strain hardening behavior of a TRIP/TWIP steel with 18.8% Mn. *Materials Science and Engineering: A*, 528(3):868–873, jan 2011.
- [52] J. A. Venables. The martensite transformation in stainless steel. *Philosophical Magazine*, 7(73):35–44, 1962.
- [53] S. Allain, J. P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, and 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(1-2 SPEC. ISS.):158–162, 2004.
- [54] Yan Sheng Zhang, Xing Lu, Xing Tian, and Zuoxiang Qin. Compositional dependence of the Néel transition, structural stability, magnetic properties and electrical resistivity in Fe-Mn-Al-Cr-Si alloys. *Materials Science and Engineering A*, 334(1-2):19–27, 2002.

- [55] Kiyohito Ishida and Taiji Nishizawa. Effect of Alloying Elements on Stability of Epsilon Iron. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 15(3):225–231, 1974.
- [56] R. E. Schramm and R. P. Reed. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 6(7):1345–1351, 1975.
- [57] W. C. Leslie and G. C. Rauch. Precipitation of carbides in low-carbon Fe-Al-C alloys. *Metallurgical Transactions A*, 9(A):343–349, 1978.
- [58] P. La Roca, P. Marinelli, A. Baruj, M. Sade, and A. Fernandez Guillermet. Composition dependence of the Néel temperature and the entropy of the magnetic transition in the fcc phase of Fe-Mn and Fe-Mn-Co alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 688:594–598, 2016.
- [59] F. C. Chen, C. P. Chou, P. Li, and S. L. Chu. Effect of aluminium on TRIP FeMnAl alloy steels at room temperature. *Materials Science and Engineering A*, 160(2):261–270, 1993.
- [60] A. Dumay, J.-P. Chateau, S. Allain, S. Migot, and 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*, 483-484:184–187, 2008.
- [61] Kazunori Sato, Michiyuki Ichinose, Yoshihiko Hirotsu, and Yasunobu Inoue. Effects of deformation induced phase transformation and twinning on the mechanical properties of austenitic Fe-Mn-Al alloys. *ISIJ International*, 29(10):868–877, 1989.
- [62] P. C.J. Gallagher. The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy. *Metallurgical Transactions*, 1(9):2429–2461, 1970.
- [63] L Remy. Temperature variation of the intrinsic stacking fault energy of a high manganese austenitic steel. *Acta Metallurgica*, 25(2):173–179, 1977.
- [64] L Remy, A Pineau, and B Thomas. Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Close-Packed Metals and Alloys. *Materials Science and Engineering*, 36:47–63, 1978.

- [65] Chia Chang Wu, Shing Hoa Wang, Chih Yuan Chen, Jer Ren Yang, Po Kay Chiu, and Jason Fang. Inverse effect of strain rate on mechanical behavior and phase transformation of superaustenitic stainless steel. *Scripta Materialia*, 56(8):717–720, 2007.
- [66] P Dixon and D Parry. THERMAL SOFTENING EFFECTS IN TYPE 224 CARBON STEEL. *Journal de Physique IV*, 01(C3):85–92, 1991.
- [67] S. Klitschke, A. Trondl, F. Huberth, and M. Liewald. Adiabatic heating under various loading situations and strain rates for advanced high-strength steels. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 418(1), 2018.
- [68] Woei-Shyan Lee, Guo-Liang Xiea, and Chi-Feng Lin. The strain rate and temperature dependence of the dynamic impact response of tungsten composite. *Materials Science and Engineering: A*, 257(2):256–267, 1998.
- [69] O. Bouaziz, S. Allain, and C. Scott. Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Materialia*, 58(6):484–487, 2008.
- [70] B. Qin and H. K. D. H. Bhadeshia. Plastic strain due to twinning in austenitic TWIP steels. *Materials Science and Technology*, 24(8):969–973, 2008.
- [71] H. M. Rietveld. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 2(2):65–71, 1969.
- [72] L. Lutterotti, S. Matthies, H. R. Wenk, A. S. Schultz, and J. W. Richardson. Combined texture and structure analysis of deformed limestone from time-of-flight neutron diffraction spectra. *Journal of Applied Physics*, 81(2):594–600, 1997.
- [73] Fayun Lu, Ping Yang, Li Meng, Fenge Cui, and Hua Ding. Influences of Thermal Martensites and Grain Orientations on Strain-induced Martensites in High Manganese TRIP/TWIP Steels. *Journal of Materials Science & Technology*, 27(3):257–265, jan 2011.

- [74] Sara Silva Ferreira de Dafé, Felipe Lucas Sicupira, Flávia Cristina Silva Matos, Naiara Silva Cruz, Débora Rezende Moreira, and Dagoberto Brandão Santos. Effect of cooling rate on  $(\epsilon, \alpha')$  martensite formation in twinning/transformation-induced plasticity Fe-17Mn-0.06C steel. *Materials Research*, 16(6):1229–1236, 2013.
- [75] Jae Bok Seol, J. E. Jung, Y. W. Jang, and C. G. Park. Influence of carbon content on the microstructure, martensitic transformation and mechanical properties in austenite/-martensite dual-phase Fe-Mn-C steels. *Acta Materialia*, 61(2):558–578, 2013.
- [76] S T Pisarik and D C Aken. Thermodynamic Driving Force of the  $\gamma - \epsilon$  Transformation and Resulting Ms Temperature in High-Mn Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(3):1009–1018, 2016.
- [77] Setsuo Takaki, Tadashi Furuya, and Youichi Tokunaga. Effect of Si and Al additions on the low temperature toughness and fracture mode of Fe-27Mn alloys. *ISIJ International*, 30(8):632–638, 1990.
- [78] Motomichi Koyama, Takahiro Sawaguchi, and Kaneaki Tsuzaki. Premature fracture mechanism in an Fe-Mn-C austenitic steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 43(11):4063–4074, 2012.
- [79] H Yang, J H Jang, H K D H Bhadeshia, and D W Suh. Critical assessment : Martensite-start temperature for the  $\gamma - \epsilon$  transformation. *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 36:16–22, 2012.
- [80] S. Cotes, A. Fernandez Guillermet, and M. Sade. Phase stability and fcc/hcp martensitic transformation in Fe-Mn-Si alloys Part I. Experimental study and systematics of the Ms and As temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 278(1-2):231–238, 1998.
- [81] Xing Tian and Yansheng Zhang. Effect of Si content on the stacking fault energy in  $\gamma$ -Fe-Mn-Si-C alloys: Part II. Thermodynamic estimation. *Materials Science and Engineering A*, 516(1-2):78–83, 2009.

- [82] M. Koyama, T. Sawaguchi, and K. Tsuzaki. Si content dependence on shape memory and tensile properties in Fe-Mn-Si-C alloys. *Materials Science and Engineering A*, 528(6):2882–2888, 2011.
- [83] B. K. Zuidema, D.K. Subramanyan, and W. C. Leslie. Effect of Aluminum on the Work Hardening and Wear Resistance of Hadfield Manganese Steel. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, 18 A(9):1629–1639, 1987.
- [84] V. S.Y. Injeti, Z. C. Li, B. Yu, R. D.K. Misra, Z. H. Cai, and H. Ding. Macro to nanoscale deformation of transformation-induced plasticity steels: Impact of aluminum on the microstructure and deformation behavior. *Journal of Materials Science & Technology*, 34:745–755 Contents, 2018.
- [85] P. La Roca, P. Marinelli, A. Baruj, M. Sade, and A. Fernandez Guillermet. Composition dependence of the Néel temperature and the entropy of the magnetic transition in the fcc phase of Fe-Mn and Fe-Mn-Co alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 688:594–598, 2016.
- [86] L. M. Guerrero, P. La Roca, F. Malamud, A Baruj, and M. Sade. Composition effects on the fcc-hcp martensitic transformation and on the magnetic ordering of the fcc structure in Fe-Mn-Cr alloys. *Materials and Design*, 116:127–135, 2017.
- [87] W. Y. Jang, Q. Gu, J. Van Humbeeck, and L. Delaey. Microscopic Observation of g-Phase and e- and a'-Martensite in Fe-Mn-Si-Based Shape Memory Alloys. *Materials Characterization*, 34(2):67–72, 1995.
- [88] Sergey V. Astafurov, Galina G. Maier, Evgenii V. Melnikov, Valentina A. Moskvina, Marina Yu. Panchenko, and Elena G. Astafurova. The strain-rate dependence of the Hall-Petch effect in two austenitic stainless steels with different stacking fault energies. *Materials Science and Engineering: A*, 756(February):365–372, 2019.
- [89] Y K Lee and C S Choi. Driving force for gamma-epsilon martensitic transformation and stacking fault energy of gamma in {Fe-Mn} binary system. *Metallurgical & Materials Transactions A*, 31(2):355–360, 2000.

- [90] P. J. Ferreira and P. Müllner. A thermodynamic model for the stacking-fault energy. *Acta Materialia*, 46(13):4479–4484, 1998.
- [91] Jin-kyung Kim and B C De Cooman. A Stacking fault energy and deformation mechanisms in Fe-xMn-0.6C-yAl TWIP steel. *Materials Science & Engineering A*, 676:216–231, 2016.
- [92] Frederike Berrenberg, Christian Haase, Luis A Barrales-mora, and Dmitri A Molodov. Enhancement of the strength-ductility combination of twinning-induced / transformation-induced plasticity steels by reversion annealing. *Materials Science & Engineering A*, 681:56–64, 2016.
- [93] Martín E. Leonard, Javier W. Signorelli, Michael Stout, and Analía Roatta. Métodos temporales para determinar deformaciones límite en chapas metálicas / Time-dependent methods for limit strains determination of sheet metal. *Matéria*, 22(2), 2018.