

CAPÍTULO 1

GENERALIDADES

1.1 Antecedentes.

En los últimos 25 años, la industria automotriz ha realizado esfuerzos importantes para producir vehículos más eficientes desde el punto de vista de consumo de combustible, es decir, que el automóvil utilice cantidades reducidas de hidrocarburo. Una manera de alcanzar este objetivo es mediante la reducción del peso total del automóvil sin comprometer la seguridad de los ocupantes del mismo, siendo éste un factor sumamente importante para los fabricantes de los automóviles.

En un vehículo promedio, cerca de un 25 a un 30% del total del peso corresponde al chasis (sin considerar los accesorios y revestimientos). Por sus propiedades mecánicas, el acero es el principal material utilizado en la construcción de la estructura del vehículo. El uso de menores cantidades de acero en la fabricación de los automóviles es entonces crucial para tener reducciones en la masa de los mismos.

Una alternativa de solución es utilizar materiales livianos que replacen al acero, como aleaciones de aluminio, polímeros o materiales compuestos. Sin embargo estos materiales siguen siendo relativamente costosos y su uso se limita a aplicaciones específicas.

Otra alternativa es el uso de láminas de acero más delgadas, que deben presentar mejores propiedades mecánicas que los aceros convencionales. Desde este punto de vista, el incrementar la resistencia del acero sin provocar efectos negativos en otras propiedades mecánicas del mismo se presenta como un desafío interesante.

La industria siderúrgica ha desarrollado distintos tipos de acero en las últimas décadas para aplicaciones automotrices. Mediante la Figura 1-1 se puede observar la evolución que se ha seguido para obtener aceros con mejores propiedades [1].

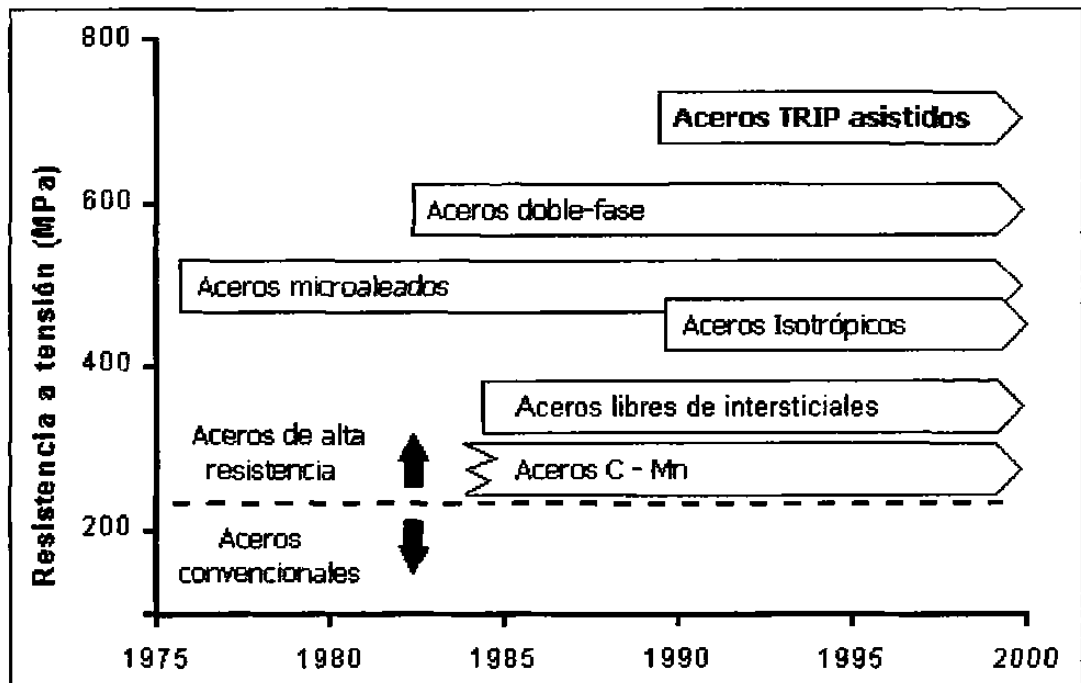


Figura 1.1 Desarrollo de aceros de alta resistencia laminados en frío para aplicaciones automotrices [1].

De la Figura 1.1 se observa que la tendencia es el desarrollo de aceros con estructuras multifase, constituidos principalmente por una matriz suave de ferrita con una o más fases dispersas.

En el caso de los aceros doble-fase, se introduce a la martensita como segunda fase en la matriz de ferrita, logrando un buen balance de resistencia y ductilidad gracias a la combinación de las propiedades de ambas fases.

Un desarrollo particular de los aceros doble-fase surgió durante la década de 1990, cuando comenzó la elaboración de aceros multifase TRIP asistidos, en los que la martensita es remplazada por una mezcla de bainita y austenita retenida.

1.2 Plasticidad Inducida por Deformación (El Efecto TRIP).

En aleaciones ferrosas con composición química adecuada, la transformación de austenita a martensita puede lograrse en dos formas: al enfriar bruscamente la austenita por debajo de su temperatura de inicio de transformación de martensita (M_s), o al aplicar un esfuerzo bajo condiciones apropiadas, a temperaturas superiores a M_s .

El primer caso constituye el procedimiento que se sigue en los procesos de tratamiento térmico de endurecimiento por temple, en los que la pieza o la sección a endurecer se calienta por encima de la temperatura de austenitización, para que parte de la microestructura, o toda ella, transforme a austenita cuya estructura cristalina es fcc. Un enfriamiento brusco en un medio adecuado evita un reacomodo de los átomos a una estructura cristalina bcc, distorsionando la estructura de los átomos para formar una estructura tetragonal compacta, llamada martensita.

El segundo caso se presenta cuando un esfuerzo se aplica a los granos de austenita. Si este esfuerzo es superior a la resistencia de cedencia de la austenita inicial, la red cristalina se deforma plásticamente y propicia así la formación de martensita. Bajo estas condiciones, se dice que ha ocurrido una transformación martensítica inducida por deformación. Este fenómeno se conoce como plasticidad inducida por transformación (*transformation induced plasticity*) [2].

Si el fenómeno TRIP se presenta en aceros austeníticos, estos son llamados *aceros TRIP*. Este mismo fenómeno también puede detectarse en aceros cuya microestructura incluye austenita retenida en cantidades mínimas de entre un 10 y un 15%. Estos últimos, se denominan *aceros TRIP asistidos*.

En ambos casos, el efecto TRIP se manifiesta como una transformación de la austenita a martensita como consecuencia de una deformación mecánica. Sin embargo, se presentan diferencias en los mecanismos.

En los aceros TRIP austeníticos, las placas de martensita que se forman en los granos de austenita durante la deformación, actúan como barreras que evitan el deslizamiento de las dislocaciones, incrementando así la tasa de endurecimiento por deformación. El endurecimiento ocurre debido a la transformación de parte de la austenita en martensita, que es más resistente, además del efecto de refinamiento de grano que se induce [2,3].

En el caso de los aceros TRIP asistidos, la presencia de austenita retenida se manifiesta por una fracción volumétrica en forma de islas en una matriz ferrítica. Debido a esto, no se presenta ningún refinamiento de grano relevante. Sin embargo, la expansión del volumen que acompaña a la transformación martensítica contribuye a la introducción de dislocaciones adicionales en la matriz, que es en consecuencia endurecida en cierto grado [3,4].

En ambos casos, el grado de endurecimiento por deformación se incrementa y la inestabilidad plástica se presentará al aplicar mayores esfuerzos. Así, la consecuencia benéfica de los fenómenos TRIP en los aceros es tener una mayor elongación con una elevada resistencia a la tensión.

1.3 El Tratamiento Térmico TRIP.

1.3.1 Consideraciones generales.

En la Figura 1.2 se presenta el esquema básico de un tratamiento térmico para generar propiedades TRIP en una aleación ferrosa [5-10]. El propósito principal de efectuar el tratamiento térmico TRIP es el generar una microestructura con una cantidad adecuada de austenita retenida, la cual puede estar en un intervalo de entre 10 y 20%.

La obtención de austenita retenida en la microestructura a temperatura ambiente, se puede generar mediante un tratamiento térmico que se lleva a cabo en dos etapas: la primera, que consiste en llevar la aleación dentro de un intervalo intercrítico de temperaturas en la zona de transformación ($\alpha+\gamma$).

Esta primer etapa del tratamiento térmico no es suficiente, por lo que debe complementar con una segunda etapa en la zona de transformación bainítica. Conforme la reacción bainítica se efectúa, la austenita residual presenta un incremento en su contenido de carbono además de un incremento en su tamaño de grano. Este enriquecimiento de carbono y un tamaño de grano reducido contribuyen a la estabilización de la austenita formada, es entonces posible mantener cantidades significativas de esta fase a temperatura ambiente.

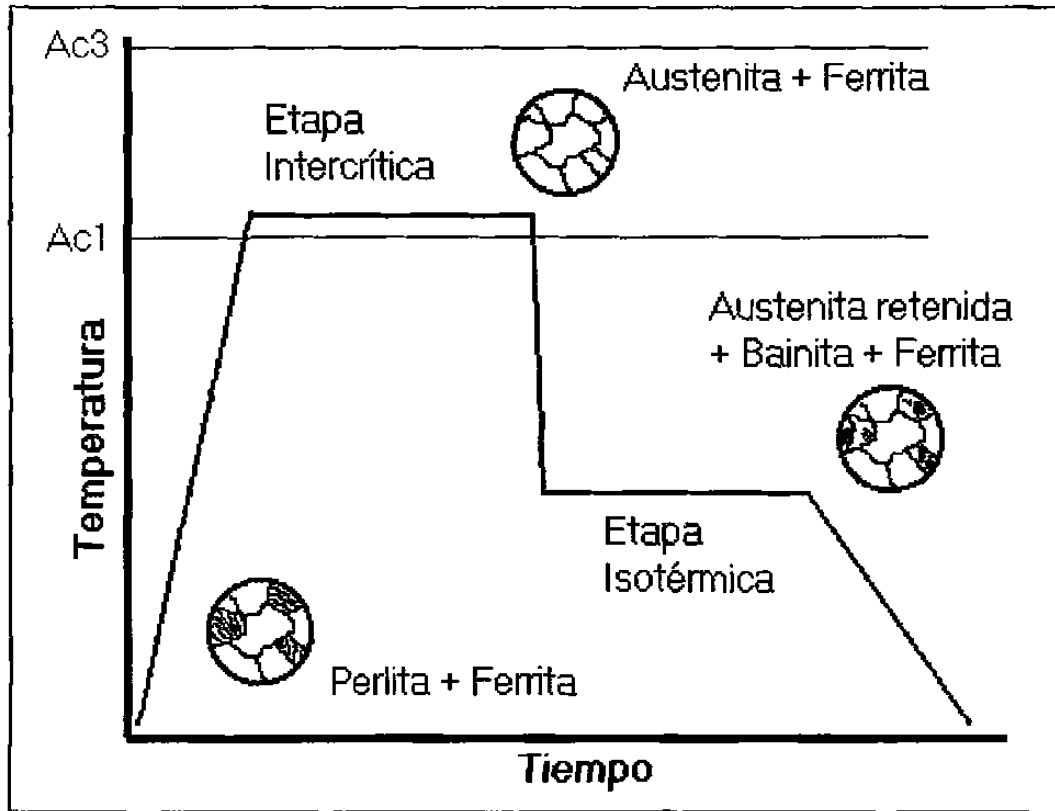


Figura 1.2 Esquema de un tratamiento térmico TRIP y su efecto en la microestructura de un acero sujeto al mismo.

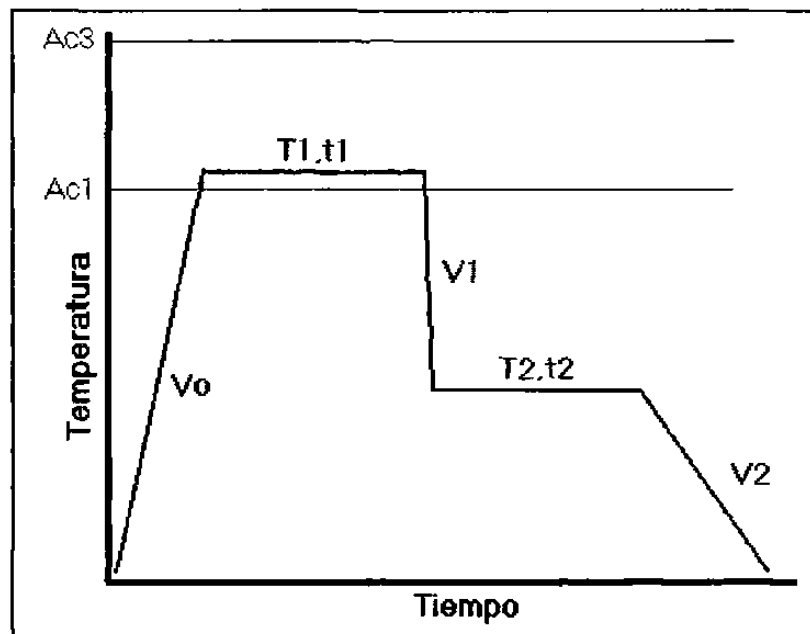


Figura 1.3 Parámetros de proceso en un tratamiento térmico TRIP.

El tratamiento térmico TRIP se puede caracterizar en parámetros que distinguen cada una de sus etapas en temperatura (T), tiempo (t) y velocidad de cambio de temperatura (V). La Figura 1.3 presenta estos parámetros en el tratamiento térmico TRIP.

1.3.2 Velocidad de Calentamiento V0.

Existe un limitado interés por el efecto de este parámetro en la microestructura al compararlo con otros. Sin embargo, se utilizan velocidades de calentamiento que van desde 10 hasta 100°C/s, dependiendo de los medios de calentamiento utilizados para llevar a cabo el tratamiento térmico.

1.3.3 Temperatura de Etapa Intercrítica T1.

Existen distintos puntos de vista al reportar una temperatura óptima para llevar a cabo la Etapa Intercrítica en la zona de transformación $\gamma + \alpha$. El punto de referencia para evaluar este parámetro se basa en las propiedades mecánicas que se obtienen.

Por un lado, investigaciones que han utilizado composiciones químicas para aceros de 0.4C – 1.5Si – 0.8Mn y 0.12C – 1.2Si – 1.2Mn, han encontrado que la temperatura T1 más apropiada debe localizarse unos 20 a 30°C por encima de Ac1. De esta manera se obtiene una buena combinación de resistencia mecánica y ductilidad [11-14].

Por otro lado, otras investigaciones intentan explicar el comportamiento de la austenita en esta etapa del tratamiento térmico [15-18]. La estabilidad de la austenita retenida puede ser atribuida a su composición química y a su tamaño de grano.

Altos contenidos de carbono en la austenita y un tamaño de grano reducido incrementan la estabilidad de la austenita. Cuando la temperatura de mantenimiento en la Etapa Intercrítica es elevada (cercana a Ac_3), el contenido de austenita es alto, pero su contenido de carbono es bajo. Además, a temperaturas intercríticas elevadas, se presenta un incremento en el tamaño de grano austenítico. Esto da por resultado que la austenita presente sea inestable y que posibles propiedades TRIP en la aleación sean difíciles de alcanzar.

En consecuencia, conforme la temperatura T_1 es menor, la probabilidad de generar austenita estable es mayor, ya que el tamaño de grano es menor y el contenido de carbono en la misma es elevado [15]. Así, a fin de obtener propiedades mecánicas óptimas, la temperatura T_1 debe localizarse cercana a Ac_1 dentro de la zona de transformación intercrítica ($\gamma + \alpha$).

1.3.4 Tiempo de Mantenimiento de Etapa Intercrítica T_1 .

En un tratamiento térmico TRIP, el tiempo de permanencia en la Etapa Intercrítica es función de la composición química de la aleación. Este tiempo de permanencia tiene un efecto significativo en la estabilidad de la austenita generada.

Si el tiempo de permanencia es reducido, no será posible disolver los carburos que se presentan previamente (principalmente perlita), lo cual conducirá a un pobre contenido de carbono en la austenita que se forme durante la Etapa Intercrítica.

Por otro lado, si el tiempo de permanencia en la Etapa Intercrítica es demasiado prolongado, los granos de austenita formados comenzarán a crecer y el carbono comenzará a distribuirse en estos granos cada vez más grandes,

teniendo como consecuencia que la austenita resultante tenderá a ser inestable, sobre todo si el contenido de carbono en la aleación es reducido.

El tiempo óptimo t_1 depende de la temperatura T_1 , sin embargo, tiempos que van desde 5 hasta 15 minutos de permanencia son adecuados para generar austenita estable con un contenido de carbono adecuado.

1.3.5 Velocidad de Enfriamiento Intermedia V_1 .

Al considerar la figura 1.5, después de la Etapa Intercrítica, viene un enfriamiento brusco que puede considerarse como un temple interrumpido hasta la temperatura de la Etapa Isotérmica.

Esta velocidad de enfriamiento depende de la composición química de la aleación a la cual se le efectúe el tratamiento térmico y puede variar desde 10°C/s hasta 130°C/s , siendo la velocidad de enfriamiento de 70°C/s un valor que promueve la estabilidad de una cantidad adecuada de austenita para muchas aleaciones ferrosas [13].

La velocidad de enfriamiento V_1 tiene un efecto importante en las propiedades mecánicas del producto que se obtiene después del tratamiento térmico. Una vez que la austenita ha sido formada durante la Etapa Intercrítica y es enfriada bruscamente desde esta temperatura hasta la Etapa Isotérmica, parte de esta austenita transformará a bainita.

Si V_1 es lenta, la formación de bainita inferior será significativa, dando por resultado una distribución de fases en la microestructura pobre en austenita. En caso de que se presenten velocidades de enfriamiento demasiado lentas, puede presentarse incluso perlita en la microestructura final.

Por otro lado, si V_1 es rápida, la formación de ferrita será limitada y la austenita formada se mantendrá prácticamente constante. Por lo tanto, es importante que V_1 sea alta, entre 50 y 150°C/s, dependiendo de los medios disponibles para efectuar el tratamiento térmico [5].

1.3.6 Temperatura de Etapa Isotérmica T2.

La Etapa Isotérmica se lleva a cabo en la zona de transformación de bainita superior y su propósito es estabilizar la austenita retenida mediante un enriquecimiento del contenido de carbono en la misma [7].

Este enriquecimiento en el contenido de la austenita retenida se rige por el siguiente mecanismo. La bainita puede considerarse como un agregado de placas de ferrita separadas por regiones donde se presentan mezclas de fases como austenita no transformada, carburos o incluso martensita.

En el caso de la bainita superior, las placas de ferrita presentes se caracterizan por la ausencia de carburos. Durante su formación, cualquier exceso de carbono es extraído instantáneamente por difusión hacia la austenita no transformada que la rodea. Una manera de visualizar este fenómeno es la Figura 1.4 [16]. Los procesos de enriquecimiento de carbono y el refinamiento de grano de la austenita residual, hacen que ésta sea estable. También debe destacarse la presencia de manganeso en la austenita, la cual afecta en gran medida los productos de transformación durante el enfriamiento.

Para los aceros que tienen bajo contenido de carbono, la zona de transformación bainítica está en el intervalo de los 350 a los 500°C; sin embargo, investigaciones previas recomiendan llevar a cabo el tratamiento isotérmico cercano a los 400°C [13,15,17-18].

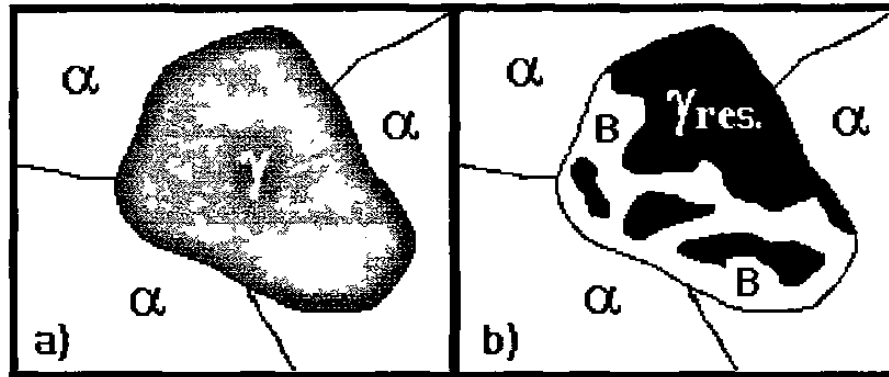


Figura 1.4 Ilustración esquemática que muestra la transformación de la austenita después la Etapa Intercrítica (a), seguido de la Etapa Isotérmica (b) en un tratamiento térmico TRIP. Las zonas oscuras corresponden a regiones ricas en carbono. α : ferrita; γ : austenita; B: bainita y $\gamma_{res.}$: austenita residual [16].

Si la temperatura T_2 tiende a incrementarse, la transformación bainítica puede ser limitada, interrumpiendo el enriquecimiento de carbono de la austenita. Además, los granos de austenita tenderán a crecer y se volverá menos estable.

Una temperatura T_2 baja, propiciará la reacción de bainita inferior, la cual no presenta el mismo fenómeno de enriquecimiento de carbono en la austenita y por lo tanto debe evitarse. Si la temperatura T_2 es demasiado baja, es posible que las zonas ricas en Mn transformen incluso a martensita.

1.3.7 Tiempo de mantenimiento de Etapa Isotérmica t_2

El tiempo de mantenimiento t_2 de la Etapa Isotérmica tiene un fuerte impacto en la microestructura final de la aleación que es sujeta a un tratamiento TRIP. El efecto de este parámetro puede apreciarse mediante la Figura 1.5 [11].

Se puede observar que conforme transcurre el tiempo en la Etapa Isotérmica, el contenido de austenita disminuye, mientras que el contenido de bainita tiende a incrementarse.

Si la Etapa Isotérmica se interrumpe a un tiempo t_2 corto, la austenita residual no estará estabilizada por la transformación bainítica y durante la última etapa de enfriamiento la fase resultante será martensita, con una pérdida importante de austenita.

Si se extiende t_2 en la Etapa Isotérmica, el enriquecimiento de carbono en la austenita presente la hará más estable, además del refinamiento de grano que se lleve a cabo. Por otro lado, si el tiempo t_2 es demasiado extenso, la transformación bainítica consumirá más austenita de la que se está estabilizando y la precipitación de carburos ocurrirá. Por ello, los tiempos para t_2 en la Etapa Isotérmica con mejores resultados se hayan en el intervalo de los 2 a los 5 minutos [13,19-21].

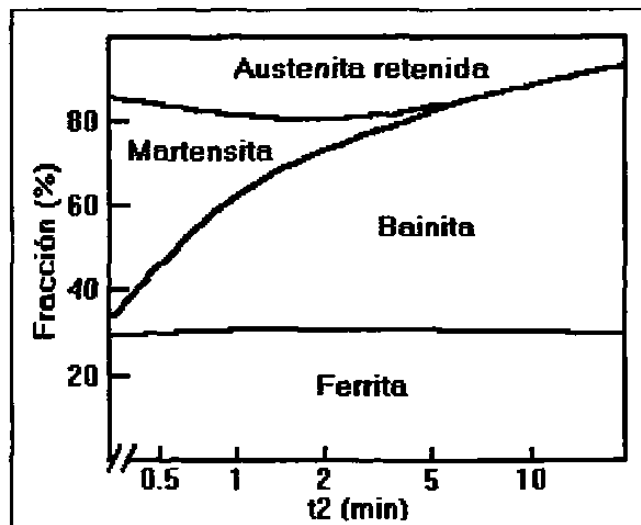


Figura 1.5 Variación del contenido de fases en la Etapa Isotérmica al someter a 400°C una aleación de 0.4C –1.5Si – 0.8Mn durante un tratamiento térmico TRIP. La Etapa Intercrítica se realizó a 790°C durante 5 minutos [11].

1.3.8 Velocidad de Enfriamiento Final V2.

Durante el enfriamiento final desde la Etapa Isotérmica hasta la temperatura ambiente, la aleación pasa a través de la zona de transformación de la bainita inferior. Si esta velocidad de enfriamiento es lenta, parte de la austenita transformará a bainita inferior, por lo que una velocidad de enfriamiento utilizando un flujo de aire frío es conveniente para limitar el tiempo para que ésta reacción pueda presentarse [18].

1.4 Comentarios.

En este primer capítulo, se ha presentado una descripción general de la teoría que rodea a los tratamientos térmicos necesarios para que una aleación ferrosa pueda presentar fenómenos TRIP.

Una revisión más profunda de los temas mencionados anteriormente se presenta en los siguientes capítulos. Las transformaciones de fase que experimenta una aleación ferrosa hipoeutectoide al ser sometida a un tratamiento térmico TRIP es explicada en el Capítulo 2.

El Capítulo 3 describe la aplicación y utilidad de las técnicas dilatométricas para la caracterización adecuada de las aleaciones ferrosas. En Capítulo 4 se presentan los aspectos más importantes de las técnicas de difracción de Rayos X aplicadas a la identificación de fases en los aceros, principalmente de la austenita retenida.

En el Capítulo 5 se exponen los resultados más importantes de la experimentación realizada en el presente trabajo. El Capítulo 6 es un análisis

de toda la información obtenida y en el Capítulo 7 se enumeran las conclusiones más significativas y cuáles son algunas recomendaciones para futuras investigaciones que pretendan seguir la línea de los aceros TRIP asistidos.

1.5 Referencias Bibliográficas.

- [1] Y. Tomota, *"Higher-strength steel and its future development"*, Steel Today, V 143, pp 5-8, 1995, Japón.
- [2] V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr and R. Bush, *"The enhancement of ductility in high-strength steels"*, Transactions of the ASM, V 60, pp 252-259, 1967, E.U.A.
- [3] J. M. Rigsbee y P. J. VanderArend, *"Laboratory studies of microstructures and structure-property relationships in 'Dual-Phase' HSLA steels"*, Symposium on Formable HSLA and Dual-Phase Steels, pp 56-86, 1977, ASM International, E.U.A.
- [4] B. V. N. Rao y M. S. Rashid, *"Direct observations of deformation-induced retained austenite transformation in vanadium-containing Dual-Phase steel"*, Metallography, V 16, pp 19-37, 1983, E.U.A.
- [5] E. Girault, tesis doctoral, *"Bainitic Transformations in TRIP-assisted steels and its influence on mechanical properties"*, K. U. Leuven, 1999, Bélgica.
- [6] G. B. Olson, *"Transformation plasticity and the stability of plastic flow"*, Deformation, processing and structure, ASM International, pp 391-424, 1984, E.U.A.
- [7] K. Hulka, W. Bleck y K. Papamantellos, *Relationships Between Heat Treatment Conditions, Microstructure and Properties of Niobium Microalloyed TRIP Steel"*, 41st MWSP Conference Proceedings, ISS, V 37, pp 67-77, 1999, E.U.A.

- [8] O. M. Faral, *"Influence of Continuous Annealing Conditions on Dual Phase and TRIP Steels for Automotive Application"*, 41st MWSP Conference Proceedings, ISS, V 37, pp 253-265, 1999, E.U.A.
- [9] M. De Meyer, D. Vanderschueren and B .C. De Cooman, *"The Influence of Al on Cold Rolled C-Mn-Si TRIP Steels"*, 41st MWSP Conference Proceedings, ISS, V 37, pp 265-276, 1999, E.U.A.
- [10] F. Hassani y S. Yue, *"A Comparison of Bainitic TRIP and Dual Phase Microstructures"*, 41st MWSP Conference Proceedings, ISS, V 37, pp 493-508, 1999, E.U.A.
- [11] O. Matsumura, Y. Sakuma y H. Takechi, *"Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0.4C – 1.5Si – 0.8Mn steel"*, ISIJ International, V 32, pp 570-579, 1987, E.U.A.
- [12] Y. Sakuma, D. K. Matlock y G. Krauss, *"Intercritically annealed and isothermally transformed 0.15 pct C steels containing 1.2 pct Si – 1.5 pct Mn and 4 pct Ni: Part I. Transformation microstructure and room-temperature mechanical properties"*, Metallurgical Transactions A, V 23A, pp 1221-1232, 1992, E.U.A.
- [13] Y. Sakuma, O. Matsumura y H. Takechi, *"Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat treated bainite-transformed steel and their variation with Si and Mn additions"*, Metallurgical Transactions, V 22A, pp 489-498, 1991, E.U.A..
- [14] Y. Sakuma, O. Matsumura y O. Akisue, *"Influence of C content and annealing temperature on microstructure and mechanical properties of 400 °C transformed steel containing retained austenite"*, ISIJ International, V 31, pp 1348-1353, 1991, Japón.
- [15] Y. Sakuma, D. K. Matlock y G. Krauss, *"Mechanical behavior of an intercritically annealed and isothermally transformed low C alloy steel with ferrite-bainite-austenite microstructures"*, Japanese Heat Treatment, V 8, pp 109-120, 1990, Japón.
- [16] H. C. Chen, H. Era y M. Shimizu, *"Effect of phosphorus on the formation of retained austenite and mechanical properties in Si-containing low-carbon steel sheet"*, Metallurgical Transactions A, V 20A, pp 437-445, 1989, E.U.A.
- [17] A.. Z. Hanzaki, P. D. Hodgson y S. Yue, *"The influence of bainite on retained austenite characteristics in Si-Mn TRIP Steels"*, ISIJ International, V 35, pp 79-85, 1995, Japón.

- [18] I. Tsukatani, S. Hashimoto y T Inoue, "*Effect of silicon and manganese addition on mechanical properties of high-strength hot-rolled sheet steel containing retained austenite*", ISIJ International, V 31, pp 992-1000, 1992, Japón.
- [19] M. L. Brandt y G. B. Olson, "*Bainitic stabilization of austenite in low alloy sheet steels*", Iron and Steelmaking, pp 55-60, Mayo 1993, E.U.A.
- [20] M. L. Brandt y G. B. Olson, "*Enhancement of austenite stability for improved ductility*", 36th MWSP Conf. Proc., ISS - AIME, V XXXII, pp 367-371, 1995, E.U.A.
- [21] O. Matsumura, Y. Sakuma y H. Takechi, "*Retained austenite in 0.4C-Si – 1.2Mn Steel sheet intercritically heated and austempered*", ISIJ International, V 32, pp 1014-1020, 1992, Japón.
- [22] G. F. Melloy, "*Heat treatment of steel, Lesson three, Austenite and its transformation*", Course on Heat Treatment of Steel, American Society for Metals, 1957, E.U.A.

CAPÍTULO 2

TRANSFORMACIONES DE FASE EN ACEROS TRIP ASISTIDOS

2.1 Transformación Austenítica: La Etapa Intercrítica.

2.1.1 Antecedentes.

La austenita es el nombre dado a la solución sólida de hierro γ (gama). El nombre de *austenita* es en honor del metalurgista británico Sir William Chandler Roberts-Austen. En las aleaciones ferrosas, la austenita es una solución sólida intersticial de carbono disuelto en hierro γ , cuya estructura cristalina es cúbica centrada en las caras (fcc). La máxima solubilidad de carbono en esta fase del hierro es de aproximadamente 2.0% a 1129°C. Algunas propiedades promedio son: resistencia tensil de 1000 MPa, elongación de 10% en 50.8 mm y dureza Rockwell C de 40. Aunque generalmente no es estable, bajo ciertas condiciones, es posible obtenerla a temperatura ambiente[4].

En los aceros hipoeutectoides convencionales, la formación de la austenita es relativamente simple. Los aceros forjados o laminados consisten

casi exclusivamente de ferrita y carburos mezclados. El contenido de estos microconstituyentes varía según la composición química del acero, la temperatura a la cual se haya realizado cualquier transformación de fase y las condiciones de enfriamiento [5]. Estas estructuras pueden convertirse progresivamente en austenita al calentar el acero por encima de la temperatura crítica Ac1 del diagrama Fe - Fe₃C que corresponda a la aleación. En la Figura 2.1 se presenta el diagrama Fe - Fe₃C para hierro y carbono.

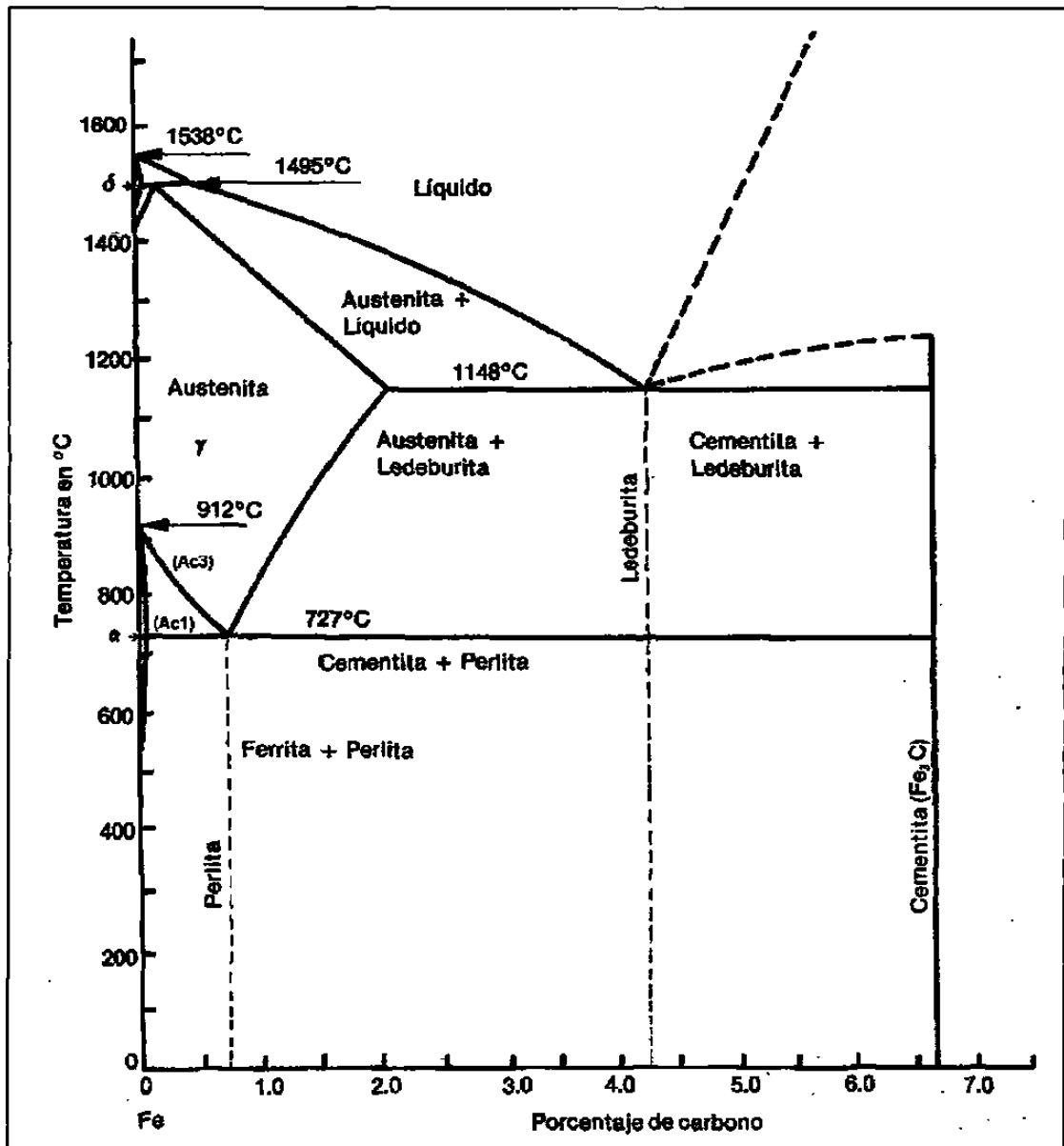


Figura 2.1 Diagrama hierro – carburo de hierro.

A pesar de que la austenita comienza a formarse al alcanzar la temperatura crítica Ac_1 , la estructura del acero no es austenítica de inmediato. En aceros hipoeutectoides a temperaturas de austenitización bajas, la estructura consiste de austenita, carburos y ferrita. Estos carburos tienden a disolverse en la austenita presente. Si se eleva la temperatura de austenitización, la estructura tiende a presentar austenita más homogénea, los carburos se disuelven e incluso, la ferrita puede ser convertida en austenita. Se obtendrá una estructura completamente austenítica a temperaturas superiores de la línea Ac_3 .

Una forma experimental para seguir el proceso de austenitización en un acero, consiste en sumergir especímenes delgados de éste en un baño de sales fundidas a una temperatura en la que se espera que ocurra la transformación. Cada espécimen es mantenido bajo estas condiciones durante un tiempo y luego es enfriado bruscamente en agua fría para observar la microestructura.

Si el contenido de carbono en el acero es adecuado, el enfriamiento brusco promoverá la formación de martensita a partir de la austenita que se haya formado durante el calentamiento del espécimen. De esta manera es posible establecer una aproximación de la cantidad de austenita formada durante el tiempo que la muestra estuvo sujeto a la temperatura de austenitización seleccionada [12].

2.1.2 Formación de las zonas de Austenita en Aceros Hipoeutectoides en la Etapa Intercrítica de un Tratamiento Térmico TRIP.

Los aceros hipoeutectoides son aquellos cuyo contenido de carbono es menor al 0.8%. En condiciones de fabricación normales, estos aceros presentan una microestructura que comprende una matriz ferrítica con zonas de perlita laminar como segunda fase. El contenido de ferrita disminuye y las

zonas perlíticas aumentan al incrementar el contenido de carbono en el acero. Un ejemplo de un acero hipoeutectoide se muestra en la Figura 2.2.

En un acero de tales características, la primera etapa de un tratamiento térmico TRIP consiste en austenitizar las colonias de perlita presentes en la microestructura. Esta etapa se denomina *Etapa Intercrítica* (Figura 1.3), y se realiza en tres periodos [6-7,10-11]:

- a) Transformación de las colonias de perlita a austenita.
- b) Crecimiento de la austenita formada en la ferrita circundante.
- c) Difusión de manganeso a la austenita (si está presente en la aleación)

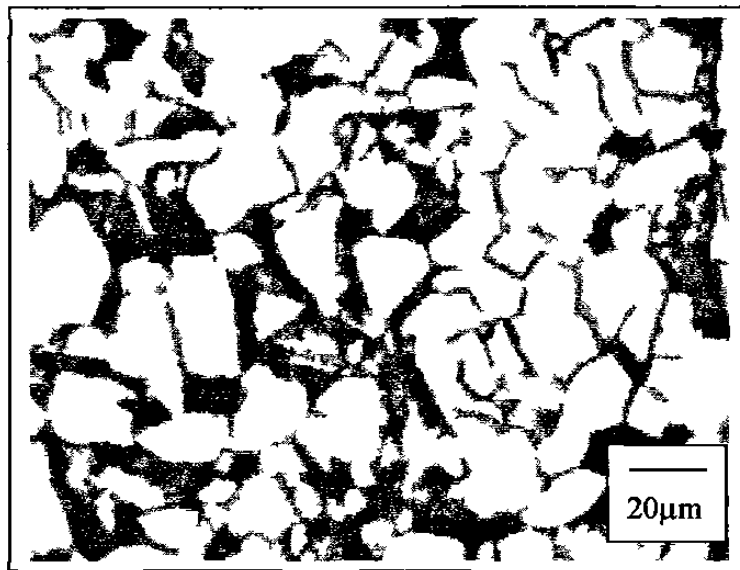


Figura 2.2 Fotomicrografía de un acero con alrededor de 0.10% de carbono. Se observa una matriz ferrítica (color claro) con zonas de perlita (color oscuro). Nital al 2%.

La temperatura a la cual se debe llevar a cabo la Etapa Intercrítica depende principalmente de la composición química de la aleación. Debido a que bajas temperaturas de austenitización promueven la formación de austenita más estable y un tamaño de grano austenítico pequeño, la temperatura de la

Etapa Intercrítica debe ser de unos cuantos grados por encima de la línea Ac1 (20 a 50°C).

Entre mayor sea la temperatura de austenitización, la austenita formada tenderá a presentar un tamaño de grano más grande, sin embargo, su estabilidad será menor dado que el contenido de carbono disuelto en ella es menor. Este comportamiento se explica al aplicar la *regla de la palanca* en la zona de transformación comprendida desde Ac1 hasta Ac3 del diagrama hierro-carburo de hierro.

2.1.2.1 Transformación de las Colonias de Perlita a Austenita.

En los aceros hipoeutectoides con contenidos de carbono menores al 0.20%, la estructura original generalmente está constituida por una matriz de ferrita (la cual será llamada ferrita no transformada) y colonias de perlita como segunda fase. La transformación de las regiones perlíticas a austenita en la Etapa Intercrítica se realiza por nucleación de la austenita en las uniones entre las placas de cementita y las placas de ferrita [6].

Es posible resumir la austenitización de las colonias de perlita (primer periodo de la Etapa Intercrítica) al efectuar un tratamiento térmico TRIP en las aleaciones hipoeutectoides mediante los siguientes pasos (Ver Figura 2.3) [6]:

1. La perlita permanece sin ser afectada por un corto periodo de incubación.
2. La ferrita en la colonia de perlita comienza a transformarse a austenita; parte de la cementita adyacente se disuelve en la austenita, pero parte permanece sin disolver. Los granos de austenita crecen lateralmente a lo largo de las placas de ferrita en la perlita y se expanden para reemplazar toda la ferrita en la colonia de perlita. Las placas de cementita no disueltas comienzan a adelgazarse, luego se fragmentan y

finalmente esferoidizan. La microestructura durante esta etapa consiste de una mezcla de austenita, perlita y cementita.

3. Parte de la cementita permanece sin disolver aún cuando toda la ferrita de la colonia de perlita ha sido transformada a austenita. La microestructura consistirá de zonas con una mezcla de austenita y cementita.
4. La cementita se disuelve completamente, pero la austenita resultante no es homogénea en su composición química, ya que los contenidos de carbono son mayores en aquellas regiones donde previamente habían existido placas de cementita. La microestructura estará formada por zonas de austenita no homogénea.
5. La austenita homogénea se produce debido a la difusión progresiva de carbono de las zonas donde habían existido las placas de cementita. La microestructura estará formada por austenita homogénea.

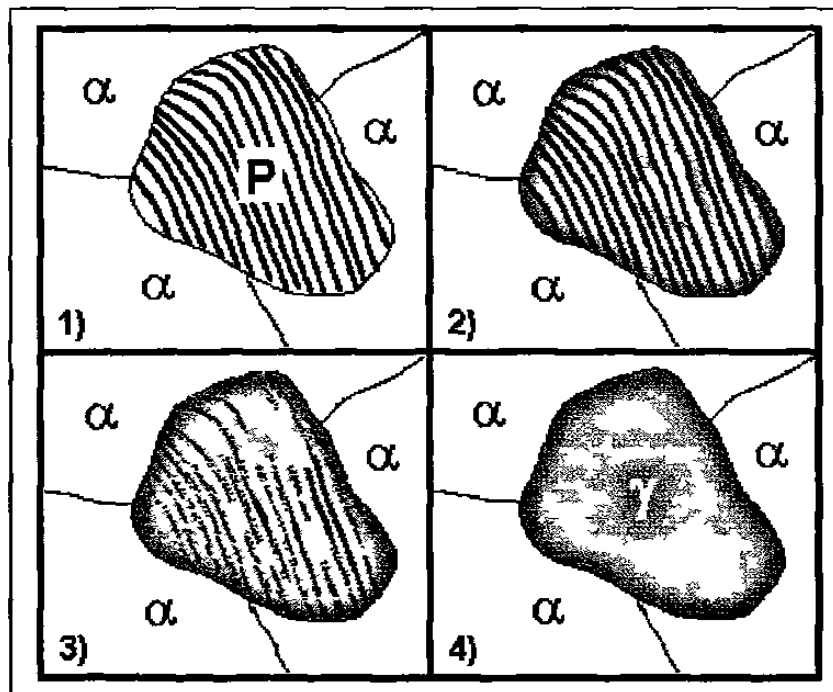


Figura 2.3 Representación de la transformación de una colonia de perlita (P) a austenita (γ). 1) Zona perlítica no transformada rodeada de ferrita no transformada. 2) Transformación a austenita de las placas de ferrita en la perlita. 3) Fragmentación y disolución de carburo de hierro. 4) Estabilización de la austenita formada por difusión de C y Mn.

La cinética de estas reacciones depende de la temperatura. En este primer periodo, la transformación austenítica de la perlita es casi instantánea y el factor limitante es la difusión del carbono en la austenita.

Para aceros con bajos contenidos de carbono (<0.10%) bajo las condiciones arriba mencionadas, tiempos tan reducidos como 5 minutos son suficientes para austenitizar completamente las colonias de perlita en secciones de acero que van desde 1 mm hasta 5 mm. Espesores mayores requerirán periodos de tiempo más prolongados.

2.1.2.2 Crecimiento de la Austenita en la Ferrita Circundante.

Una vez que ha concluido la transformación de las colonias de perlita a austenita, se presenta un crecimiento de la austenita hacia los granos circundantes de ferrita no transformada [7].

El mecanismo para este crecimiento se basa en la movilidad de la austenita hacia los granos de ferrita que le rodean. A esta temperatura, la energía libre (ΔG) de los átomos de hierro en la red cúbica de cuerpo centrado (ferrita) es mayor que la energía libre de los átomos de hierro en la red cúbica de cuerpo centrado (austenita). Esta diferencia en los niveles de energía se basa en la separación que existe entre los átomos de cada una de las estructuras, es decir, los átomos de la red de austenita (fcc) están más próximos entre sí que los átomos de la ferrita (bcc).

Los átomos localizados en los granos de ferrita "saltan" hacia el grano de austenita y el límite de grano de éste migrará hacia los granos de ferrita circundantes. A temperaturas por encima y no lejos de Ac_1 , la variación en la razón de orientación de las redes cristalinas en la interfase γ/α disminuye, aumentando la coherencia y el movimiento de los átomos de los granos de ferrita a la austenita, propiciando el crecimiento de ésta [8-9].

El crecimiento del grano de austenita puede ocurrir con distribución de manganeso si este elemento está presente en la composición química de la aleación. En ausencia de manganeso, la velocidad de crecimiento del grano es controlada por la difusión de carbono [7].

A las temperaturas a las que se lleva a cabo la Etapa Intercrítica de un tratamiento térmico TRIP (apenas por encima de Ac_1), puede presentarse una importante redistribución de manganeso cuando la interfase austenita/ferrita se moviliza. La redistribución del manganeso puede efectuarse a través de la ferrita o del límite de grano con la austenita. Se debe considerar que la velocidad de difusión del manganeso es mayor en la ferrita que en la austenita.

Esta situación puede conducir a la formación de zonas ricas en manganeso en los granos de austenita que están creciendo, cuyo principal efecto será, aumentar la templabilidad en estas zonas [7]. Un esquema se presenta en la Figura 2.4.

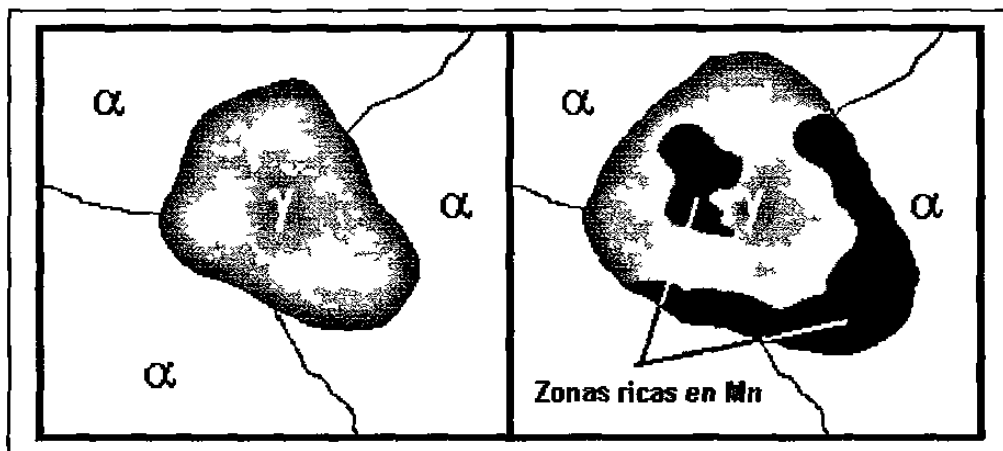


Figura 2.4 Esquema que representa el crecimiento de un grano de austenita en granos de ferrita circundantes. Se representa la posible distribución no uniforme de manganeso en la austenita en color oscuro.

En caso de que se desee homogenizar la distribución de manganeso en el grano de austenita durante la Etapa Intercrítica, se deberá recurrir a un proceso de difusión en un tiempo apropiado, el cual puede prolongarse incluso por horas [7,10].

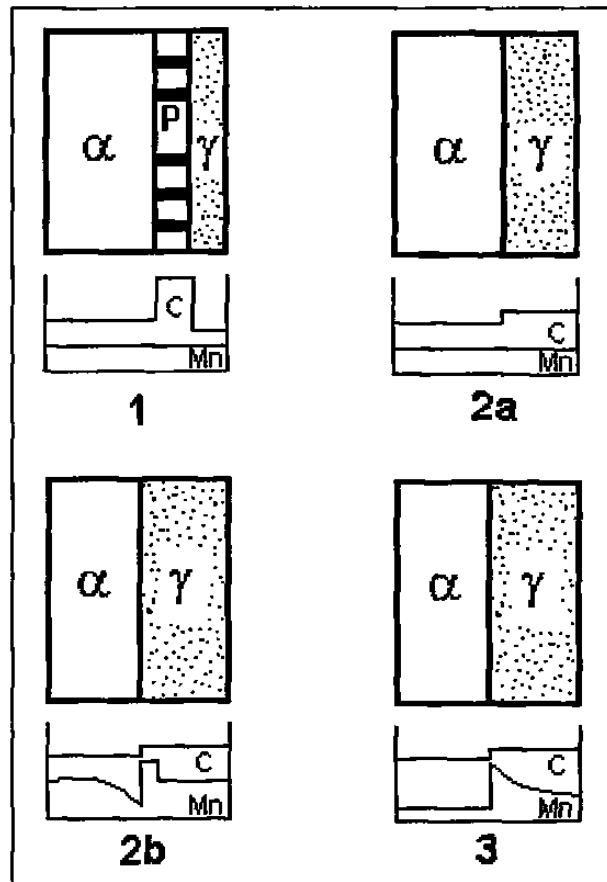


Figura 2.5 Diagrama del proceso de crecimiento de grano de austenita en granos de ferrita circundantes durante la Etapa Intercrítica de un tratamiento térmico TRIP. (1) Disolución de perlita; (2a) crecimiento de austenita mediante difusión de carbono en austenita; (2b) crecimiento de austenita mediante difusión de manganeso en ferrita; y (3) equilibrio final mediante difusión de manganeso en austenita [10-11].

Debido a que los tiempos para efectuar la Etapa Intercrítica de un tratamiento térmico TRIP en aceros hipoeutectoides son reducidos (desde 2 minutos hasta 5 minutos), el manganeso no uniformemente distribuido propicia la formación de zonas de alta templabilidad y zonas de baja templabilidad en un

mismo grano de austenita, lo cual afecta los mecanismos de transformación en forma local en dichas zonas. Así, durante el enfriamiento posterior a la Etapa Intercrítica, una amplia variedad de productos de transformación y de morfologías pueden obtenerse de la austenita en un tratamiento térmico TRIP (martensita, bainita, ferrita epitaxial y carburos). La presencia de estas fases dependerá de la temperatura intercrítica, el periodo de tiempo a esta temperatura, la velocidad de enfriamiento y la composición química de la austenita [10-11]. Un esquema del crecimiento de la austenita en ferrita en la Etapa Intercrítica se presenta en la Figura 2.5.

El objetivo durante la Etapa Intercrítica en un tratamiento térmico TRIP es el de generar una cantidad apreciable de austenita, entre un 15 y un 20%, cuyo contenido de carbono permita estabilizarla a temperatura ambiente. Para lograr esto, es necesario realizar un enfriamiento brusco desde la temperatura de la Etapa Intercrítica seleccionada hasta la zona de transformación bainítica de la aleación en cuestión, es decir, la Etapa Isotérmica.

2.2 La Austenita y su Transformación en los Aceros Hipoeutectoides durante el Enfriamiento.

2.2.1 Reacciones de Descomposición de la Austenita.

Las propiedades mecánicas de un material están determinadas por el tipo de microestructura que éste presente. Así, el control sobre la microestructura de un material, permitirá controlar sus propiedades mecánicas. En el caso de las aleaciones ferrosas, cuando la austenita se transforma durante el enfriamiento, dos factores determinarán las fases resultantes de la microestructura: 1) el contenido de carbono en la austenita y 2) las condiciones de enfriamiento durante el periodo de transformación [12].

Tomando en cuenta estos dos factores, los productos de transformación de la austenita en una aleación podrán ser:

- a) Ferrita. Relacionada con las transformaciones bainíticas, en función de la temperatura de transformación y del contenido de carbono en la austenita, es posible obtener distintos tipos de ferrita.
- b) Perlita Laminar. Velocidades de enfriamiento alrededor de los 5°C/s promueven la transformación de la austenita a perlita laminar siguiendo un mecanismo inverso al explicado en la sección 2.1.2.
- c) Bainita. Velocidades de enfriamiento entre los 20 y 65 °C/s promueven la formación de bainita, la cual puede clasificarse en bainita superior y bainita inferior, dependiendo de las condiciones de enfriamiento.
- d) Martensita. Si la velocidad de enfriamiento desde la zona de austenitización es rápida en un acero hipoeutectoide (por lo menos 65°C/s), y existe suficiente cantidad de carbono en la austenita, la fase resultante a partir de la austenita se denomina martensita.
- e) Austenita retenida. Es la austenita que no transformó a otra fase durante su enfriamiento en el tratamiento térmico.

En un tratamiento térmico TRIP, las reacciones de descomposición de la austenita durante el enfriamiento entre la Etapa Intercrítica y la Etapa Isotérmica propician su transformación en ferrita, lo cual involucra transformaciones bainíticas.

Para las reacciones de formación de ferrita, se tienen dos tipos: transformaciones reconstructivas y transformaciones adifusionales. Un acero con los aleantes adecuados permite la construcción de un diagrama TTT como el mostrado en Figura 2.6, en el cual se observa la separación de las transformaciones reconstructivas y adifusionales de la austenita a ferrita.

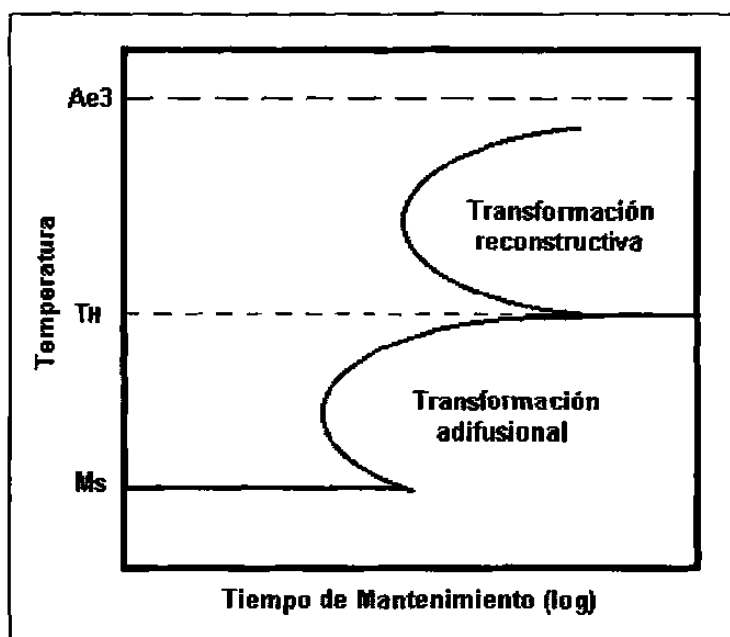


Figura 2.6 Diagrama TTT para una aleación que permite distinguir la reacción adifusional de la reacción reestructurativa. Ae_3 es la máxima temperatura en la que la austenita y la ferrita pueden coexistir en equilibrio. T_H es la temperatura más alta a la que la ferrita puede formarse por medio de una reacción adifusional [2].

2.2.2 Transformaciones Reestructurativas.

Las reacciones reestructurativas involucran la transferencia de átomos por difusión a través de una interfase, que de una manera no coordinada, permite un cambio estructural determinado y asegura al mismo tiempo que habrá una minimización de la energía de deformación del sistema. Para ello, es necesaria la activación térmica de todos los átomos al menos en la región cercana a la interfase y de esta manera, lograr el movimiento de los mismos. En consecuencia, el mecanismo para que este tipo de reacciones se lleve a cabo, es por difusión.

Esta difusión de los átomos destruye cualquier correspondencia atómica entre la red cristalina de la fase previa y la red cristalina de la fase producto. En una transformación reestructurativa la velocidad a la cual la interfase se moviliza,

dependerá de la movilidad intrínseca de los átomos para transferirse a través de la misma interfase y, de la facilidad para que estos puedan difundir en las estructuras cristalinas involucradas.

2.2.3 Productos de Transformación de las Reacciones Reconstructivas.

Diversas microestructuras, como ferrita alotriomórfica, ferrita idiomórfica o perlita se formarán conforme la temperatura de la aleación disminuye desde Ae_3 , a través de la descomposición de la austenita por reacciones reconstructivas [2,9]. Estas transformaciones se diferencian entre sí de acuerdo a la velocidad de crecimiento y de la morfología del tipo de ferrita que presenta cada una.

La ferrita alotriomórfica se forma con ligeros subenfriamientos desde Ae_3 , nucleando inicialmente en los límites de grano austeníticos. El crecimiento de las superficies de los granos de ferrita es mayor en las superficies de la austenita que en los planos normales a estas superficies, por lo que la forma del cristal de ferrita es afectada y no necesariamente refleja la simetría de su estructura interna. A temperaturas por encima de 800 °C, los granos de ferrita alotriomórfica tienen fronteras curvas con respecto a la austenita y su crecimiento es desde la superficie hacia el interior de la austenita, para dar por resultado una fase bien definida que se conoce como ferrita equiaxial.

La ferrita idiomórfica consta de cristales equiaxiales que nuclean en defectos de los granos de austenita. Se diferencia de la ferrita alotriomórfica por la locación del sitio donde nuclea, así como por su velocidad de transformación. La ferrita perlítica presenta una morfología laminar aparente y las regiones de ferrita están efectivamente interconectadas. Debido a que la ferrita y la cementita (Fe_3C) tienen una reacción común de transformación a partir de la austenita, el crecimiento de estas fases es cooperativo [2,9].

2.2.4 Transformaciones Adifusionales.

Las transformaciones adifusionales se caracterizan por la formación de fases con forma de placas o láminas, en las que se presentan planos de deformación invariantes con componentes cortantes. Un esquema de esto se presenta en la Figura 2.7.

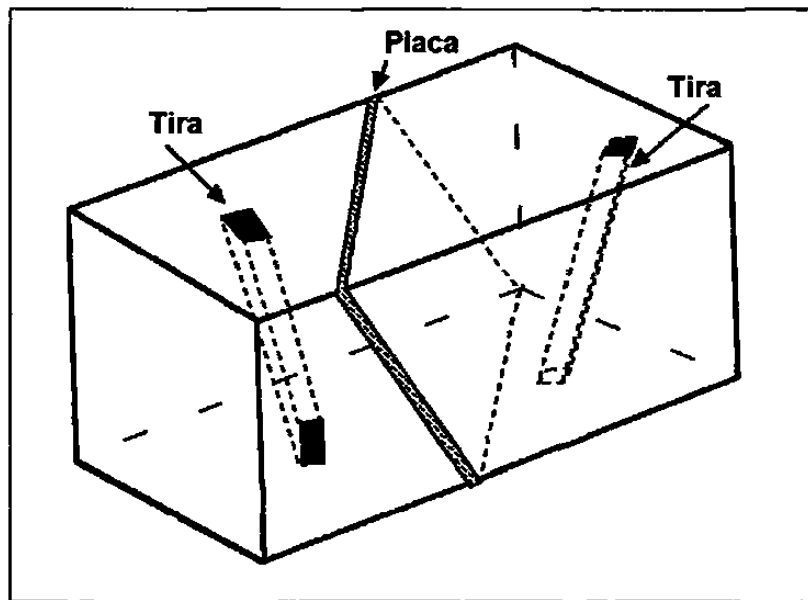


Figura 2.7 Representación esquemática de fases en forma de placas o láminas y tiras, productos de transformaciones adifusionales [2].

En este tipo de reacciones no se presentan fenómenos de difusión, por lo que el acomodo de los átomos de la fase producto está íntimamente relacionado con el acomodo de los átomos de la fase inicial (que puede ser la austenita en un acero). Esta condición se aplica a los átomos de la solución y a los átomos sustitucionales.

Para que la nueva estructura sea formada a partir de la fase inicial, es necesario un movimiento cooperativo que involucre a todos los átomos, el cual se manifiesta como un esfuerzo cortante en el cristal. En una aleación ferrosa, los átomos de hierro y los átomos sustitucionales deben someterse a estas

condiciones y en consecuencia, no se presentará difusión de los mismos. En la sección 2.4 de este capítulo se profundiza sobre las reacciones adifusionales, que son características de las transformaciones martensíticas.

2.2.5 Productos de Transformación de las Reacciones Adifusionales.

Para las aleaciones hipoeutectoides, cuando la austenita es enfriada y se presentan reacciones adifusionales, los productos formados pueden ser: ferrita Widmanstätten, bainita (incluyendo ferrita acicular) y martensita [9].

La ferrita Widmanstätten nuclea a temperaturas entre las que se presenta la ferrita alotriomórfica y la bainita, apenas por debajo de la temperatura A_{e3} . Este tipo de ferrita se origina en las zonas vecinas a las fronteras de grano austeníticas. Si la nucleación toma lugar en la superficie de un grano de austenita, se dice que es ferrita Widmanstätten primaria; si las placas surgen de ferrita alotriomórfica que se ha formado sobre la superficie de un grano de austenita, se dice que es ferrita Widmanstätten secundaria.

La longitud de las placas de ferrita Widmanstätten depende de la difusión de átomos de carbono en las mismas. Esto no se contrapone a la naturaleza adifusional de la reacción, ya que los átomos intersticiales, como el carbono, pueden difundir durante la transformación sin afectar la correspondencia de los átomos de hierro y los átomos sustitucionales, ni al plano invariante de deformación.

El proceso de nucleación para la ferrita Widmanstätten y para la bainita es muy similar y es consistente con la teoría de nucleación isotérmica de la martensita. En ésta, la temperatura T_H , que se refiere a la máxima temperatura a la que un fenómeno de transformación adifusional de la ferrita es posible,

puede corresponder a la temperatura de inicio de transformación de ferrita Widmanstätten (Ws) o de inicio de transformación de la bainita (Bs).

Para ello, es necesario que exista una mínima cantidad de energía directriz que propicie la nucleación de ferrita Widmanstätten y bainita. Arriba de la temperatura T_H , la condición *no se cumple* y el periodo de incubación para las transformaciones consideradas puede considerarse como infinito, lo cual explica la zona plana de la curva de transformación de las reacciones adifusionales en la Figura 2.6.

Debido a que la nucleación de la ferrita Widmanstätten y de la bainita es similar, la naturaleza de la estructura a formarse dependerá de las condiciones de crecimiento. A una temperatura a la que la nucleación es posible, estos núcleos pueden transformar a bainita si la cantidad de energía libre presente lo permite, de otra manera, el producto será ferrita Widmanstätten.

La bainita se forma por debajo de la temperatura T_0 siguiendo un mecanismo sin difusión (T_0 es la temperatura en la que la energía libre de la austenita es igual a la energía libre de la martensita). Las placas o sub-unidades de bainita se extienden con una saturación completa de carbono. Dadas las temperaturas de transformación, el exceso de carbono tiende a ser segregado a la austenita después que la placa de bainita ha sido formada.

La ferrita acicular consiste de bainita que ha nucleado intragranularmente, la cual contrasta con la bainita convencional que se presenta en los límites de grano austeníticos. La nucleación de la ferrita acicular puede presentarse en inclusiones no metálicas y presenta diferentes direcciones.

La transformación de austenita a martensita se caracteriza por ser un proceso sin difusión, durante su nucleación y su crecimiento. Un resumen de

los productos de transformación de la austenita durante su enfriamiento se presenta en la Figura 2.8 [2,9].

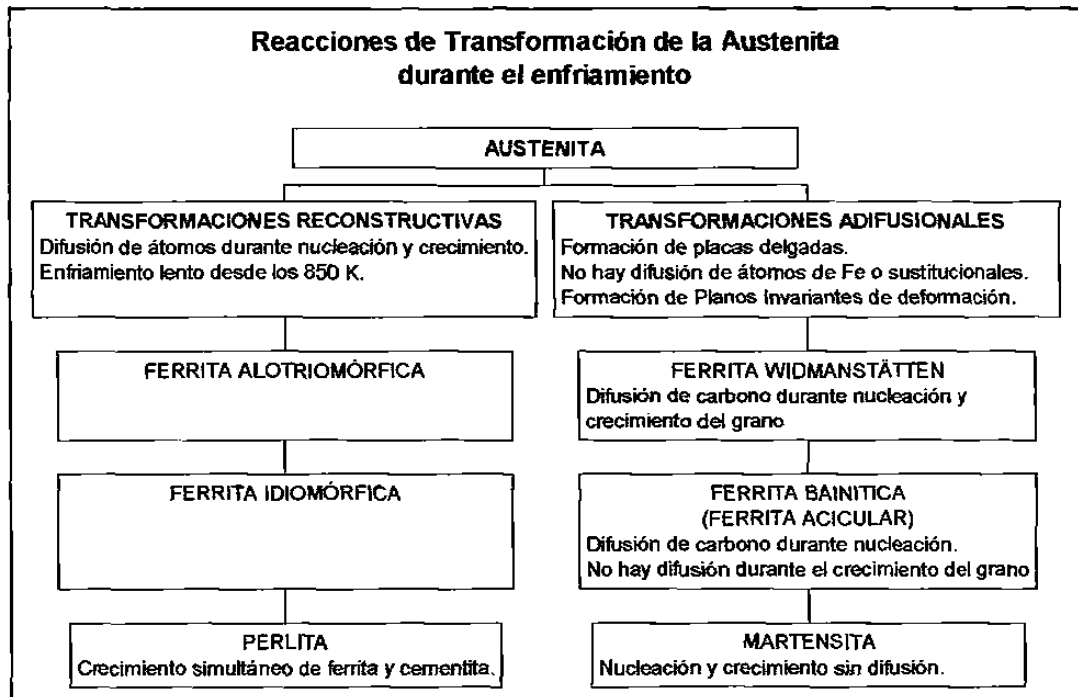


Figura 2.8 Esquema de las transformaciones que ocurren en la austenita durante su enfriamiento [2,9].

2.3 Transformaciones Bainíticas: La Etapa Isotérmica.

2.3.1 Generalidades.

Las reacciones de transformación de la austenita a bainita se efectúan en un intervalo de temperaturas entre los 250 y los 550 °C, el cual varía de acuerdo a la composición química de la aleación.

En esta región la austenita puede transformarse para formar agregados finos de placas de ferrita y partículas de cementita. La mezcla de estas fases se denomina bainita. El nombre de esta fase es en honor de Edgar Bain quien fue uno de los metalurgistas que descubrió este tipo de estructuras durante la realización de sus estudios sobre descomposición isotérmica de la austenita.

La bainita puede presentar dos formas generales dependiendo de la temperatura a la cual la austenita efectúe la transformación durante su enfriamiento: bainita superior o bainita inferior.

2.3.2 Bainita Superior.

Este tipo de bainita se presenta cuando la transformación de la austenita durante su enfriamiento se haya entre los 550 y los 400 °C. Se considera que la microestructura de la bainita superior está constituida por finas placas de ferrita de 0.2 μm de espesor y hasta 10 μm de longitud [9]. Estas placas crecen en columnas agrupadas, las cuales son paralelas y presentan una misma orientación cristalográfica, así mismo, cada una de ellas tiene un plano de hábito cristalográfico bien definido. Las placas individuales de cada una de estas columnas son llamadas *sub-unidades* de bainita, las cuales están separadas por fronteras con una cierta orientación cristalográfica o por partículas de cementita.

La bainita superior es un producto de transformación que comienza cuando se presenta la nucleación de granos de ferrita en las fronteras de la austenita. El crecimiento de estos granos de ferrita se caracteriza por presentarse en forma de placas, además de un cambio en la zona de transformación, que puede ser descrito como una deformación de plano invariante, con una componente cortante similar a la que se presenta en las transformaciones martensíticas.

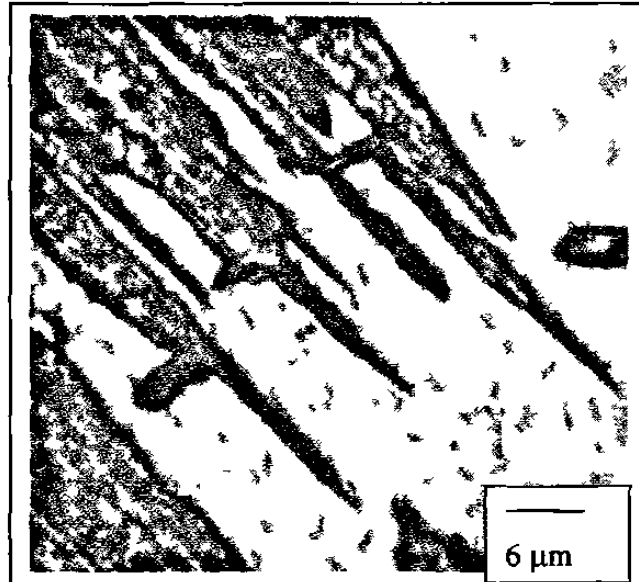


Figura 2.9 Acero SAE 4350. Las zonas oscuras corresponden a bainita superior con algunas partículas de carburo alineadas. La matriz corresponde a martensita. Nital, 1500X [14]

La transformación bainítica, sin embargo, se presenta a temperaturas mucho más elevadas que las temperaturas necesarias para que se lleve a cabo la transformación martensítica. Las deformaciones que se presentan en la bainita no pueden ser mantenidas por la austenita, cuya resistencia disminuye conforme se incrementa la temperatura de la aleación, sino que son relajadas por la deformación plástica de la austenita. Esto promueve un incremento local de la densidad de dislocaciones debido a la fluencia de la austenita, lo cual bloquea la interfase de transformación, que es muy móvil.

Así, esta deformación plástica localizada detiene el crecimiento de la placa de ferrita, por lo que cada sub-unidad de bainita (o placa) alcanza un tamaño limitado, que es pequeño comparado con el tamaño del grano original de austenita. La transformación de austenita a bainita superior es de carácter displasivo. En ésta hay una minimización de la energía de deformación asociada con los desplazamientos de los átomos, lo cual asegura que esta fase crece en forma de placas delgadas.

La transformación adifusional promueve que la bainita sea formada por un movimiento coordinado de átomos, por lo que debe presentarse una relación de orientación entre la austenita original y la bainita transformada, lo cual es característico de este tipo de transformaciones. Esta relación puede variar debido a la temperatura de transformación, velocidad de enfriamiento, composición química, etc.

La transformación de la bainita superior comprende dos etapas: la primera que involucra la formación de ferrita bainítica, cuya solubilidad de carbono es reducida (<0.02% en peso). La segunda etapa es el enriquecimiento de la austenita restante con el carbono que la ferrita transformada segrega.

Eventualmente, este enriquecimiento de carbono en la austenita puede promover que partículas de cementita se precipiten entre las sub-unidades de ferrita de las capas de austenita residual. La cantidad de cementita que se genere depende de la cantidad de carbono presente en la aleación. Así, altos contenidos de carbono propician que las placas de ferrita estén separadas por capas continuas de cementita, mientras que contenidos bajos de carbono promueven la formación de partículas discretas de cementita. Es posible evitar la formación de partículas de cementita al agregar elementos de aleación como Si y Al obteniendo una microestructura rica en ferrita bainítica y austenita retenida rica en carbono [2].

2.3.3 Bainita Inferior.

La bainita inferior tiene una microestructura y una cristalografía similar a la bainita superior. La principal diferencia entre ambos tipos de bainita es la distribución de las partículas de cementita debidas a la transformación. En la bainita inferior, las partículas de cementita se presentan también en el interior

de las placas de ferrita bainítica. Dos tipos de precipitados de cementita pueden aparecer: los que crecen a partir de la austenita enriquecida con carbono que separa las placas de ferrita bainítica, y los que se presentan debido a la precipitación de ferrita supersaturada de carbono [2,9]. Estos carburos pueden no ser cementita, ya que dependiendo del contenido de carbono en la aleación y de la temperatura de transformación, pueden precipitarse otro tipo de carburos, como los epsilon (Fe_2C).

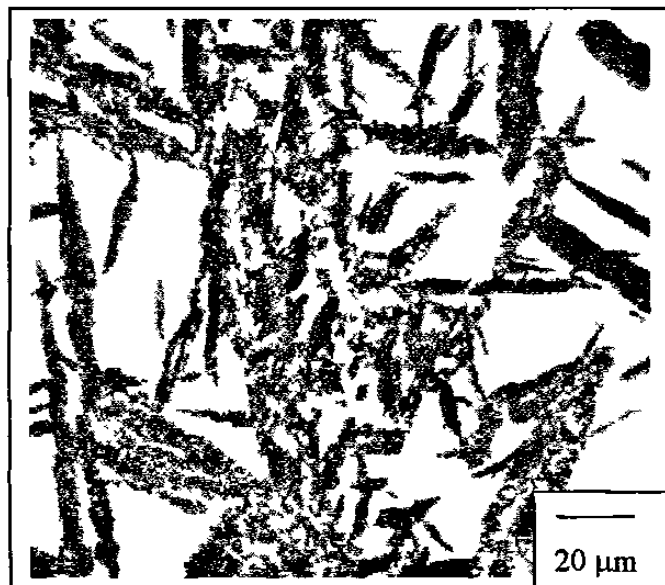


Figura 2.10 Bainita inferior en un acero SAE 1045. Las zonas oscuras son bainita inferior en una matriz de martensita. Picral, 500X [14].

En la bainita inferior, las partículas de cementita precipitan con una distribución única en su relación de orientación, tal que permite formar arreglos paralelos de 60° con respecto al eje de la placa de bainita. Este comportamiento también está relacionado con la transformación adifusional y con los esfuerzos asociados al crecimiento de la bainita inferior.

Los carburos que se presentan en la bainita inferior son pequeños, de unos cuantos nanómetros de espesor y hasta 500 nm de longitud. Debido a

que parte de estos carburos nuclean en el interior de la ferrita bainítica, la cantidad de carbono disponible para enriquecer la austenita es reducida, por lo que el tamaño de las partículas de cementita que precipitan entre las placas de ferrita bainítica es muy pequeño, comparado con los carburos que se presentan en la bainita superior. Una consecuencia de esto, es que la bainita inferior tiende a ser más tenaz, mientras que la bainita superior tiende a ser más resistente.

2.3.4 Carbono en la Bainita.

La presencia de carbono en la bainita puede deberse a tres circunstancias: 1) que el carbono provenga de la transformación de austenita a ferrita bainítica, la cual no puede contener el exceso en carbono; 2) que la transformación se efectúe sin difusión y que el carbono sea atrapado por el avance de una interfase de transformación; 3) una situación intermedia en que parte del carbono puede difundir mientras el resto queda atrapado en ferrita parcialmente saturada. Por lo tanto, es difícil determinar el rol del carbono durante el crecimiento de la ferrita bainítica.

Cuando se presenta el crecimiento sin difusión, la transformación debe efectuarse por debajo de la temperatura en la que la bainita tiene una menor energía libre que la austenita de la misma composición química. Esta temperatura se denomina T_0 y es función de la concentración de carbono, un esquema de su localización puede apreciarse en la Figura 2.11.

Se puede observar que para que se presenten fenómenos de crecimiento sin difusión, es necesario que la concentración de carbono en la austenita se localice a la izquierda de la curva T_0 . Así, cuando una placa de bainita se forma sin difusión y el exceso de carbono es segregado hacia la austenita residual, otra placa de bainita se formará de la austenita enriquecida con carbono.

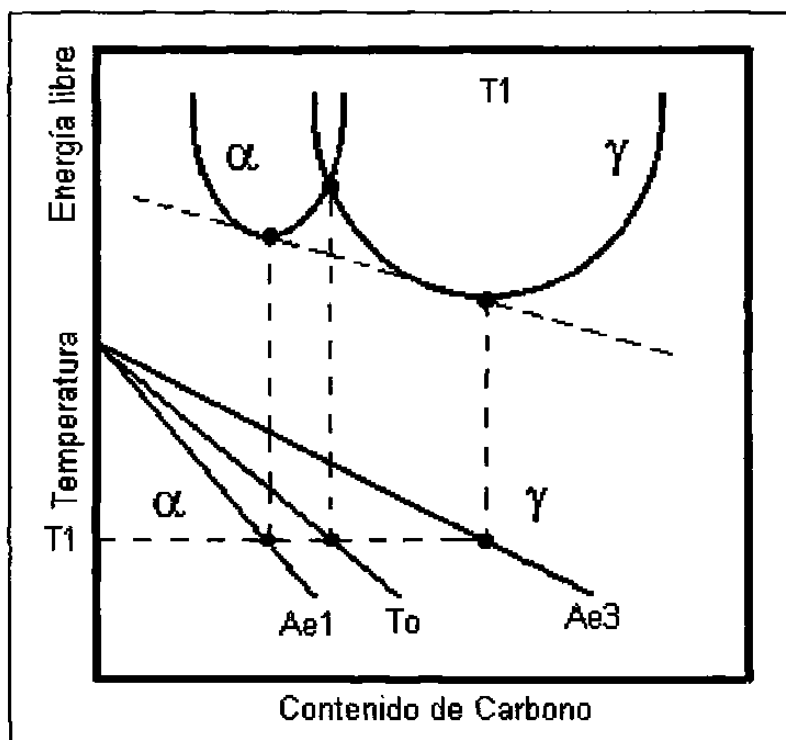


Figura 2.11 Esquema del origen para la temperatura T_0 sobre un diagrama Fe-C. La austenita con una concentración de carbono a la izquierda del límite T_0 puede transformarse sin difusión. Cualquier transformación sin difusión es termodinámicamente imposible si la concentración de carbono en la austenita excede la curva T_0 [9]

Este proceso se detendrá cuando la concentración de carbono alcance la curva T_0 . La reacción es incompleta debido a que la austenita no ha alcanzado su composición de equilibrio (dada por la curva Ae3) en el punto en el que la reacción se detiene. Por otro lado, si la ferrita crece con una concentración de carbono en equilibrio, la transformación se detendrá cuando la concentración de carbono alcance la curva Ae3. Esto se esquematiza en la Figura 2.12.

Así, el crecimiento de la bainita por debajo de la temperatura B_s involucra una nucleación sucesiva y crecimiento de tipo martensítico de sub-unidades de bainita, seguida de la difusión de carbono a partir de bainita superior que se forma en la austenita que la rodea.

La cantidad de bainita que pueda formarse se incrementa conforme disminuye la temperatura de transformación por debajo de B_s . La fracción de bainita transformada se incrementa durante la Etapa Isotérmica siguiendo una curva senoidal en función del tiempo, alcanzando un límite asintótico que no cambia a pesar de un tratamiento térmico prolongado y de que existan cantidades importantes de austenita sin transformar.

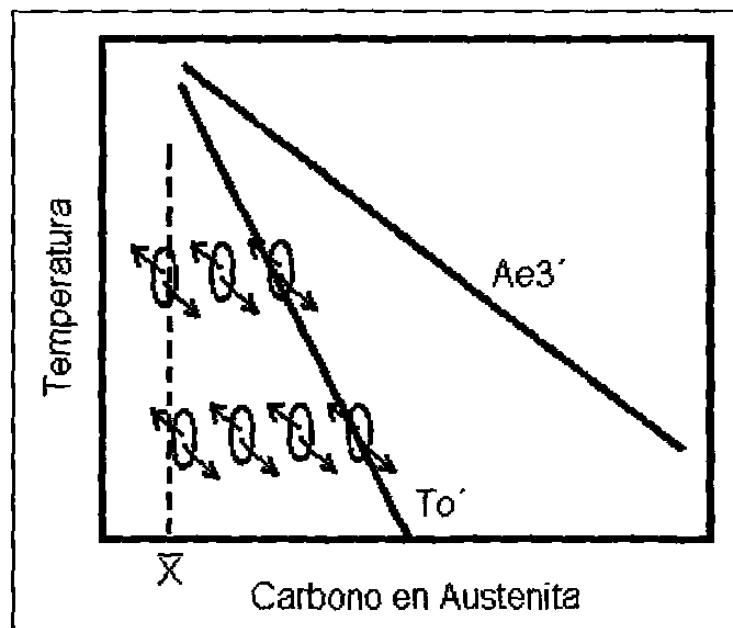


Figura 2.12 Ilustración para un fenómeno de transformación incompleta. Durante la transformación isotérmica, una placa de bainita crece sin difusión, entonces el exceso de carbono es segregado hacia la austenita residual. Entonces otra placa de bainita crece a partir de la austenita enriquecida con carbono. El proceso continúa hasta que la transformación sin difusión es termodinámicamente posible, es decir, se detiene cuando la composición de la austenita residual alcanza el límite T_0 [9].

La transformación cesará antes de que la austenita alcance su composición de equilibrio, que es cuando se presenta el fenómeno de reacción incompleta presentado en la Figura 2.12. Esto se visualiza al considerar que el crecimiento de la placa de bainita se detendrá si el contenido de carbono en la austenita alcanza la curva de la temperatura T_0 del diagrama de fases.

La concentración de carbono se incrementa cuando la temperatura de transformación es reducida y mayores cantidades de bainita pueden formarse con mayores subenfriamientos por debajo de B_s . Sin embargo, la curva T_0 indica una restricción que significa que el equilibrio no puede ser alcanzado, cuando la austenita alcanza una composición dada por el límite de fase Ae_3 .

2.3.5 Cinética de Transformación.

Las velocidades de transformación de austenita a bainita están en función de distintos fenómenos. El proceso empieza cuando una sub-unidad de bainita comienza a nuclear en el límite de un grano de austenita y se extiende a una velocidad determinada hasta que su crecimiento es detenido por una deformación plástica dentro de la austenita.

Entonces otras sub-unidades de bainita comienzan a nuclear de la misma manera y el agrupamiento de sub-unidades se forma conforme este proceso continua. La velocidad de crecimiento de un acumulamiento de sub-unidades de bainita es menor que la velocidad de crecimiento de cada sub-unidad, ya que existe un intervalo de tiempo entre la formación de las sub-unidades que la componen. La fracción volumétrica de bainita transformada depende del total de acumulamientos de bainita que crecen desde distintos puntos en el interior de los granos de austenita. Un esquema del proceso se observa en la Figura 2.13.

Otro factor que afecta la velocidad de crecimiento de los acumulamientos de la bainita, es la precipitación de carburos. Esto debido a que dicha precipitación toma carbono de la austenita residual que ha sido enriquecida en el proceso de formación de la bainita. Los carburos que precipitan también pueden tomar carbono de la ferrita supersaturada.

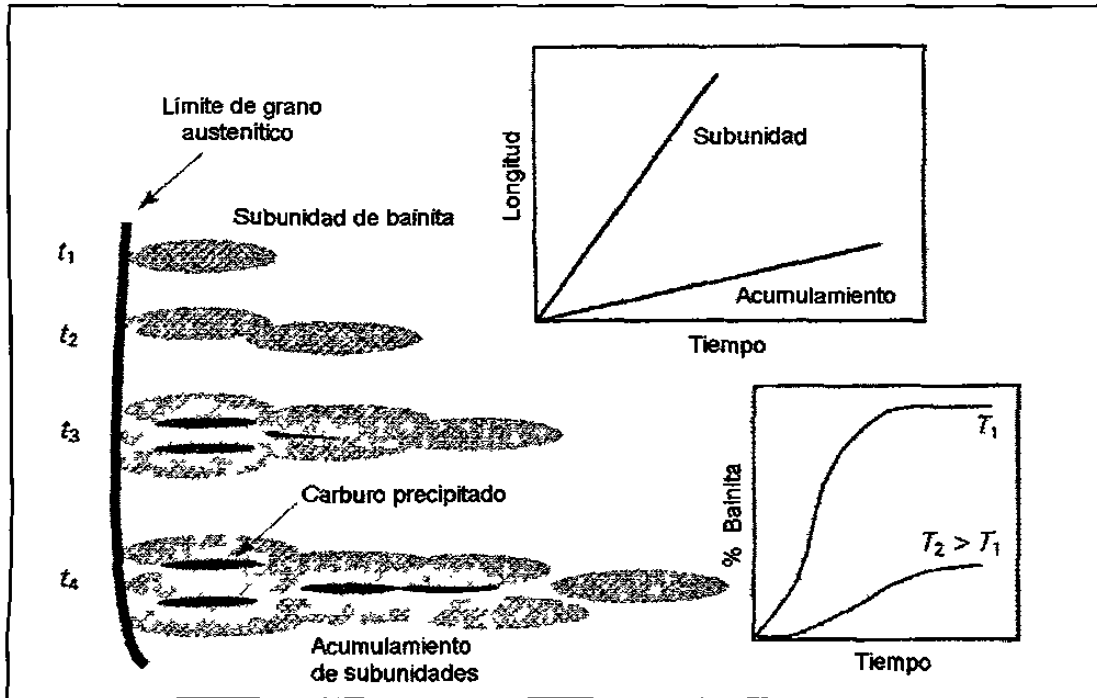


Figura 2.13 Esquema de la cinética de transformación para la bainita [9].

La velocidad de crecimiento de la bainita es mucho mayor que la esperada para un proceso que fuese controlado por un mecanismo de difusión, y se considera que las velocidades de crecimiento son un orden de magnitud mayores que las esperadas en los procesos de difusión. Sin embargo, esta velocidad es menor que la presente en la formación de martensita, ya que la fuerza directriz para la formación de bainita es menor debido a las relativamente altas temperaturas de transformación. Así, las placas de bainita tienden a crecer a una velocidad constante hasta que son detenidas antes de que puedan atravesar un grano de austenita.

La reacción bainítica se caracteriza por el proceso de nucleación y crecimiento que presenta. Estas etapas ocurren isotérmicamente, comenzando con un periodo de incubación en el que no se presenta ninguna transformación. Después se presenta la etapa de transformación, que alcanza un máximo para luego disminuir. Es por medio de técnicas dilatométricas o de experimentos isotérmicos que es posible evaluar esta información para cualquier aleación.

2.3.6 Transición de Bainita Superior a Bainita Inferior.

Conforme la temperatura de transformación isotérmica cae por debajo de B_s , es posible obtener bainita inferior resultado de la precipitación de carburos en la ferrita y de una reducida precipitación de éstos a partir de la austenita que se encuentre entre la ferrita.

La transformación de bainita superior a bainita inferior puede explicarse como un proceso de revenido que se presenta después del crecimiento de una placa de bainita supersaturada. El exceso de carbono tiende a ser segregado a la austenita por difusión, pero la supersaturación de este elemento puede disminuir mediante su precipitación en la ferrita. La Figura 2.14 presenta un esquema de esto.

El tiempo necesario para que una placa de ferrita supersaturada segregue carbono en la austenita que la rodea por mecanismos de difusión depende de la composición química de la aleación. A temperatura elevadas, la velocidad de difusión es tal, que no hay oportunidad de que precipiten carburos en la ferrita, dando por resultado la formación de bainita superior. La cementita precipitará posteriormente desde los granos de austenita enriquecidos con carbono.

Si la temperatura de transformación se reduce y el tiempo para que la decarburación de la ferrita se incremente, parte del carbono tenderá a precipitar en forma de carburos finos dentro de los granos de ferrita. El resto del carbono será segregado a los granos de austenita, los cuales precipitarán en forma de carburos entre las placas de ferrita.

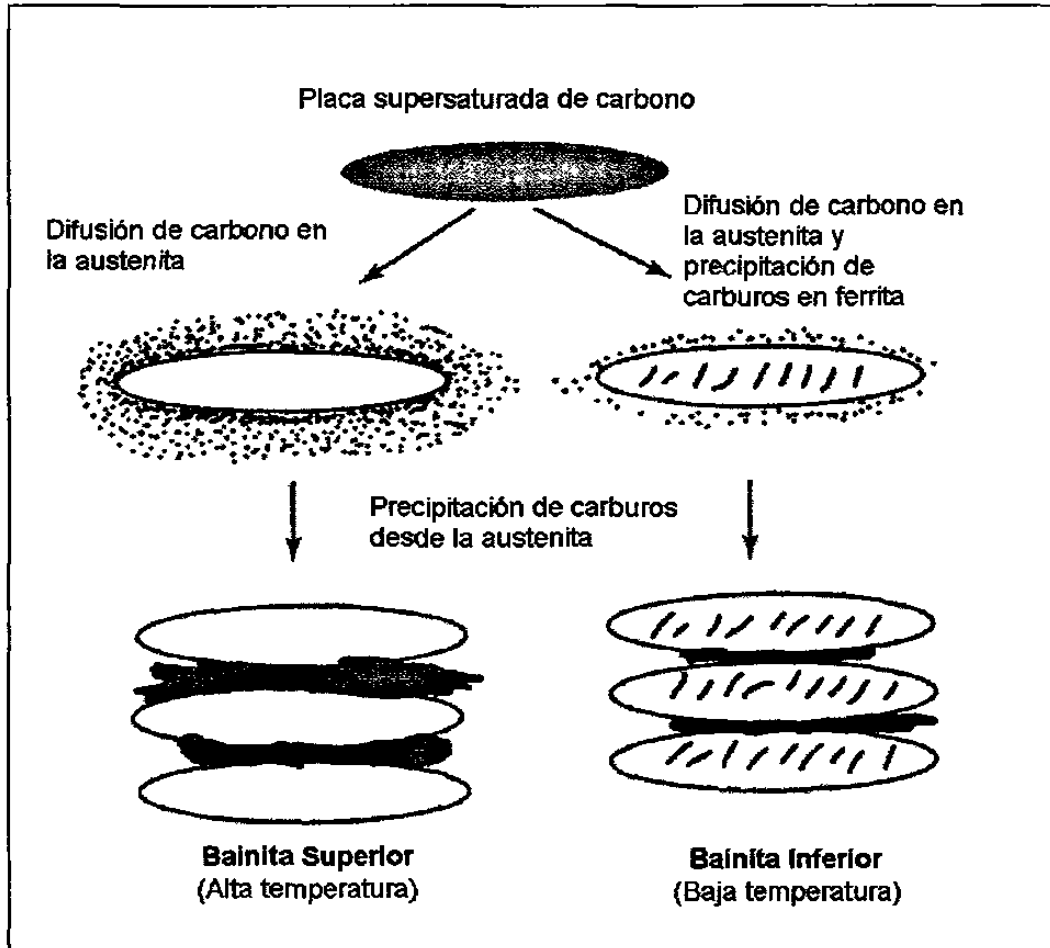


Figura 2.14 Representación de la transición de bainita superior a bainita inferior [9].

De esta forma, la bainita inferior presenta una microestructura refinada, característica que incrementa su tenacidad con respecto a la bainita superior. Es importante recordar que en aceros con alto contenido de carbono, sólo es posible obtener bainita inferior, ya que la cantidad de carbono atrapado en la

ferrita durante la transformación no puede escapar lo suficientemente rápido a la austenita presente. Por otro lado, en aceros con bajo contenido de carbono, la bainita superior se presenta predominantemente, ya que el tiempo necesario para la decarburación es muy pequeño.

Es posible obtener mezclas de bainita superior y de bainita inferior en tratamientos térmicos isotérmicos; la bainita superior se forma primero mientras que la austenita residual se enriquece con carbono, incrementando la tendencia a formar bainita inferior conforme la reacción progresa.

2.3.6 Ferrita Acicular.

2.3.6.1 Características de la Ferrita Acicular

La ferrita acicular es una estructura que puede observarse comúnmente en las reacciones de transformación de la austenita durante su enfriamiento en soldaduras de aceros de baja aleación [2]. Puede describirse como una microestructura caótica, que nuclea heterogéneamente a partir de inclusiones no metálicas y crece a partir de sus puntos de nucleación. Un ejemplo de este tipo de microestructura se observa en la Figura 2.15.

Los mecanismos de transformación de la ferrita acicular son similares a los de la bainita. Sus microestructuras apenas difieren: en el caso de la bainita, los acumulamientos de sub-unidades de bainita crecen en forma de placas paralelas que parten de las superficies de los límites de grano de austenita. En el caso de la ferrita acicular, ésta nuclea dentro de los granos de austenita en sitios específicos, de tal forma, que las placas no son paralelas. Estos sitios específicos de nucleación generalmente son inclusiones no metálicas.

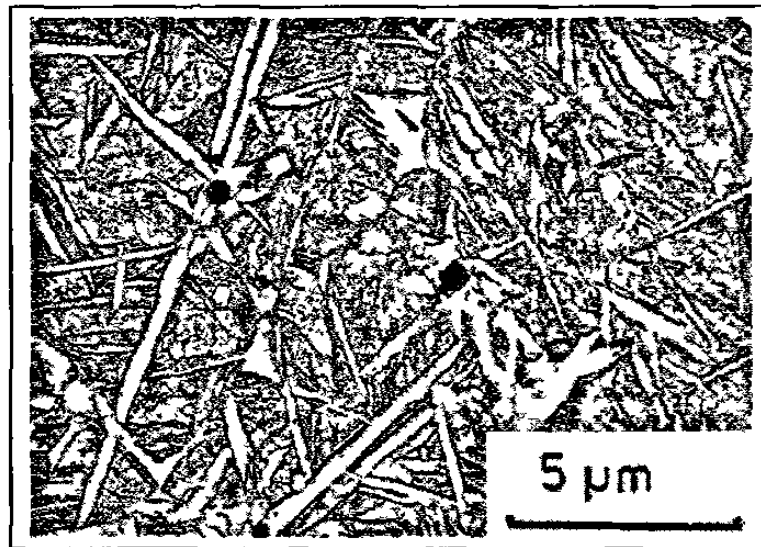


Figura 2.15 Fotomicrografía de placas de ferrita acicular en una matriz de martensita [2].

La ferrita acicular también presenta un plano invariante de corte durante su crecimiento y otra característica es que las placas formadas no pueden pasar de un grano de austenita a otro. Así, la ferrita acicular es formada mediante mecanismos sin difusión, con un movimiento coordinado de los átomos de la estructura, cuya red es producto de la deformación de la estructura atómica original de austenita.

La deformación que cambia la austenita en ferrita acicular se presenta en planos y direcciones que dependen del tipo de inclusión que actúa como punto de nucleación. Estos planos generalmente corresponden a las direcciones $\{1\ 0\ 0\}$ y $\{1\ 1\ 1\}$, por lo que la orientación de las placas de ferrita acicular está íntimamente ligada a la de la austenita.

Durante la transformación isotérmica, la reacción de transformación de la ferrita acicular se detiene cuando el contenido de carbono en la austenita restante impide su descomposición sin difusión. Esto implica que las placas de ferrita acicular crecen mientras se supersaturan con carbono, el cual es

fácilmente segregado a la austenita presente. Este mecanismo es similar al fenómeno de transformación incompleta presente en la transformación de la austenita a bainita. En consecuencia, la ferrita acicular no puede transformarse a partir de austenita a temperaturas superiores a la de B_s .

2.3.7.2 La Ferrita Epitaxial.

Un producto de transformación de la austenita durante su enfriamiento, es la ferrita epitaxial, la cual se convierte en ferrita acicular al progresar la transformación [15]. Este tipo de ferrita se presenta en zonas de transformación austenítica donde se ha presentado además martensita. La ferrita epitaxial puede presentarse en forma un anillo que rodea a zona martensítica, o como zonas discontinuas en los límites de grano austenítico. Un ejemplo es la microestructura que se presenta en la Figura 2.16.



Figura 2.16 Formación de un anillo de ferrita epitaxial (color blanco) alrededor de martensita (negro) en una matriz ferrítica (gris). [16]

La composición química y las condiciones de tratamiento térmico a las que sea sujeta una aleación, determinará la presencia de este tipo de ferrita. Sin embargo, velocidades de enfriamiento de hasta 1000 °C/s desde

temperaturas intercríticas, permiten su formación. Así un amplio intervalo de fases y morfologías de productos de transformación pueden formarse a partir del enfriamiento de austenita que haya sido formada en la Etapa Intercrítica de un tratamiento térmico, dependiendo de las condiciones de temperatura, tiempo y velocidad de enfriamiento [16].

En la Figura 2.17 se presentan los posibles efectos de la variación en las velocidades de enfriamiento de austenita formada durante la Etapa Intercrítica de un tratamiento térmico. Velocidades de enfriamiento elevadas causarán que la austenita transforme a martensita. Velocidades intermedias de enfriamiento o temples interrumpidos pueden propiciar la formación de ferrita epitaxial y de otras fases, además de la martensita. Velocidades de enfriamiento lentas permiten la formación de perlita y de ferrita epitaxial. Así, se puede considerar a la de ferrita epitaxial como un producto de transformación de la austenita durante su enfriamiento en un tratamiento térmico TRIP.

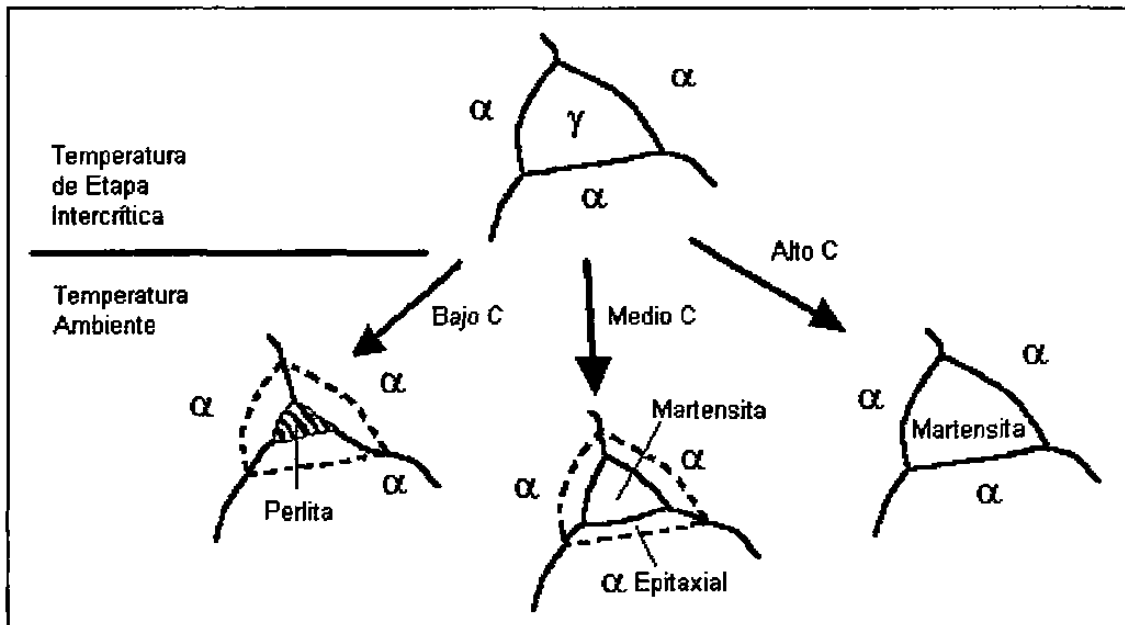


Figura 2.17 Diagrama del efecto de la velocidad de enfriamiento en la transformación de un grano de austenita durante su enfriamiento desde la temperatura de tratamiento térmico intercrítica [15].

2.4 Transformaciones Martensíticas: El Efecto TRIP

2.4.1 Antecedentes.

El nombre martensita se ha utilizado para describir a la fase de elevada dureza encontrada en aceros cuya composición química permite un tratamiento térmico de temple [1]. Además del acero, otras aleaciones no ferrosas, metales puros, cerámicos, minerales, compuestos inorgánicos y ciertos polímeros, presentan un cambio de fase en estado sólido, conocido como transformación martensítica (llamada también transformación de corte o transformación adifusional) cuyo producto resultante es la martensita.

Las transformaciones martensíticas en las aleaciones ferrosas son fenómenos sin difusión; esta característica implica la deformación del cristal transformado debido a un componente de deformación cortante en el que no se presenta difusión de los átomos de hierro o de otros elementos sustitucionales [2,3]. Cuando una fase se ha formado a partir de una transformación martensítica, regiones discretas del cristal se transforman a alta velocidad independientemente de la temperatura. En la mayoría de los casos, la cantidad de fase transformada resultante es función de la temperatura a la cual se lleva la transformación y no se incrementa con el tiempo.

En los aceros, la martensita puede ser formada debido a un proceso de corte rápido en la red atómica de la austenita (fase previa) sin que intervengan fenómenos de difusión, que da por resultado la formación de placas o tiras.

Esta reacción de transformación se lleva a cabo a térmicamente durante el enfriamiento de la aleación en cuestión desde la temperatura de austenitización. La reacción comienza a la temperatura martensítica inicial M_s , la cual puede encontrarse en un intervalo de temperaturas desde los 500 °C

hasta temperaturas por debajo de los 0 °C, dependiendo de la composición química de la austenita inicial. La reacción termina en la temperatura M_f , que es la temperatura martensítica final.

2.4.2 Características de la Martensita.

La martensita puede ser identificada por su apariencia. Cada grano de austenita puede transformarse rápidamente en placas o tiras de martensita, las cuales tiene un plano de hábito definido, el cual puede variar en función de la composición química de la aleación ferrosa. Una imagen de esta fase se observa en la Figura 2.18.

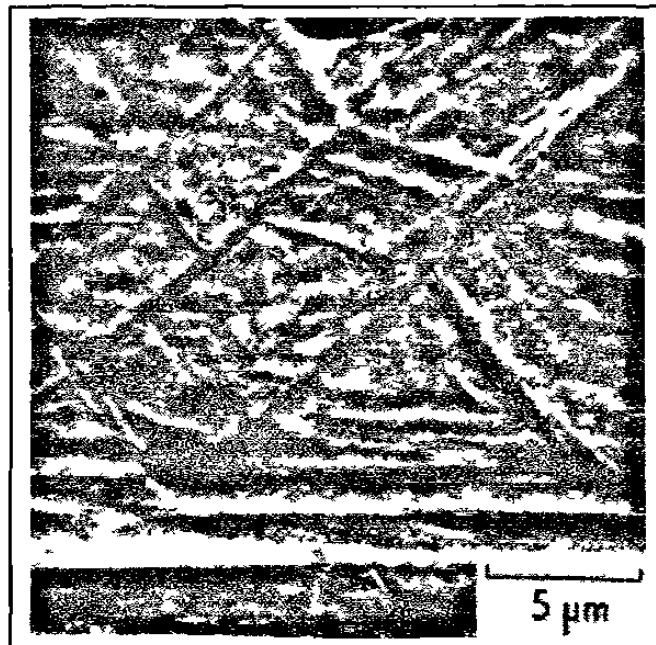


Figura 2.18 Martensita en un acero al medio de carbono [9].

Para aceros con bajo contenido de carbono, los índices de Miller del plano de hábito pueden ser $\{1\ 1\ 1\}$, mientras que para un acero al medio carbono pueden ser $\{2\ 2\ 5\}$ y para un acero al alto carbono pueden ser $\{2\ 5\ 9\}$. Estos valores son aproximados, ya que los verdaderos planos son irracionales.

La cinética de transformación de la reacción martensítica depende de las etapas de nucleación y crecimiento, y esta cinética de transformación es limitada por la etapa que se presente de manera más lenta. Durante la transformación martensítica se presenta una interfase entre la martensita y la fase previa. Esta interfase es altamente móvil y no requiere de activación térmica para su movimiento. La interfase martensita-fase previa puede ser coherente o semi-coherente dependiendo de la transformación particular del material. Para la mayoría de las aleaciones ferrosas, esta interfase puede catalogarse como semi-coherente y las estructuras de las fases previa y resultante presentan un orden coherente sólo en regiones localizadas de la frontera, lo cual conduce a la acumulación de desajustes o imperfecciones que deben ser aliviadas periódicamente mediante un proceso auxiliar de deformación.

Las transformaciones martensíticas se distinguen de otros cambios de fase en estado sólido por sus características cristalográficas, las cuales implican un cambio ordenado de la estructura de los átomos de la fase no transformada a la fase transformada mediante mecanismos sin difusión. En estas transformaciones se presenta un cambio estructural coordinado que involucra la correspondencia estructural y una interfase idealmente planar entre la fase previa y el producto que, durante el movimiento (transformación), genera un plano invariante de deformación (PID), similar al de una dislocación o al de maclaje. Estas deformaciones están íntimamente ligadas al proceso de transformación y el resultado es la formación de interfases semi-coherentes móviles entre la martensita y la fase previa. Estas deformaciones se ha definido como planos invariantes de deformación y un esquema de los mismos se presenta en la figura 2.19.

Si se supone un grano cuyas características permiten una transformación martensítica, y al cual se le hace una marca en forma de línea en la superficie antes de dicha transformación, una vez efectuada la transformación de fase, se

observará un fenómeno como el indicado en la Figura 2.19, en la que la marca original ha sido distorsionado y aparenta una deformación cortante.

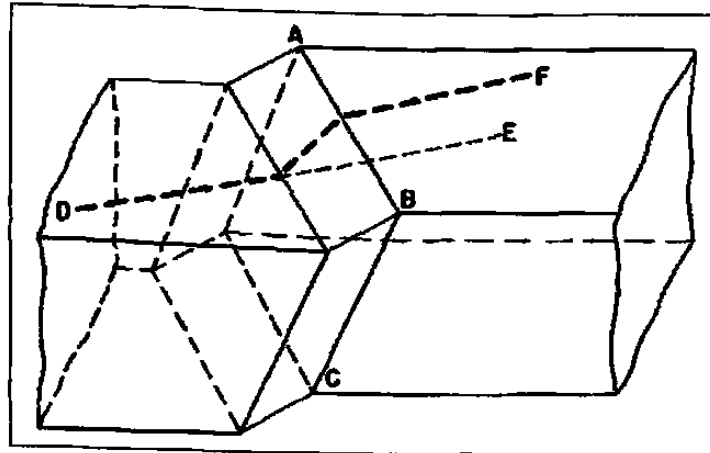


Figura 2.19 Representación esquemática de un plano invariante de deformación característico de una transformación martensítica. La línea original DE es desplazada a la posición DF cuando la placa de martensita forma el plano de hábito ABC. El plano ABC es invariante (sin distorsión ni rotación) como resultado de la transformación martensítica.

Este cambio es debido al plano invariante de deformación, el cual puede interpretarse como una distorsión homogénea cuyo desplazamiento en cualquier punto es común a una dirección y proporcional a un plano de referencia determinado, que es el plano invariante. En la mayoría de las transformaciones martensíticas se presenta un cambio de volumen que acompaña al cambio estructural, situación que genera una componente normal a la deformación del plano invariante.

Otra manera de visualizar un plano invariante de deformación es a partir de la Figura 2.20. En ella se representan tres tipos de deformación con respecto a una base ortonormal con base en Z, de tal forma que la dirección \underline{z}_3 es paralela a la normal \underline{p} del plano invariante; \underline{z}_1 y \underline{z}_2 están sobre el plano invariante, \underline{z}_1 es paralela a la componente cortante de la deformación.

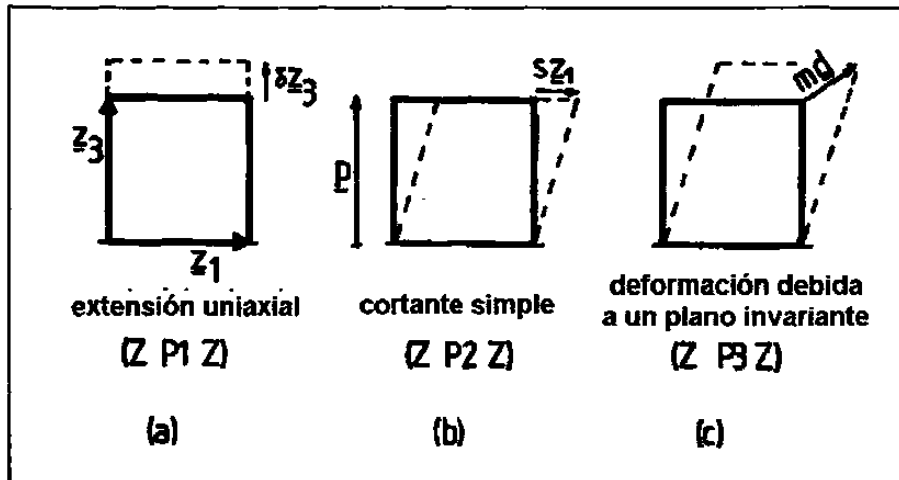


Figura 2.20 Tres tipos de deformación. Las líneas gruesas indican al cristal antes de la deformación.

La deformación del cristal en la Figura 2.20(a) es de tipo dilatacional y se presenta cuando una estructura en forma de placa precipita y crece en forma difusional. En la Figura 2.20(b) se representa una deformación de plano invariante que actúa bajo condiciones de corte simple, sin involucrar cambios de volumen en el cristal, pero sí por la distorsión por deslizamiento. Por último, en la Figura 2.20c se observa una deformación de plano invariante en el que el cristal experimenta cambio de volumen y la distorsión por un componente cortante. Si se considera que d es un vector de dirección para el desplazamiento involucrado, entonces md es el vector de desplazamiento con una magnitud m . md puede factorizarse como

$$md = s z_1 + \delta z_3, \quad (2.1)$$

donde s y δ con las componentes de corte y de dilatación de la deformación de plano invariante. La descripción de la deformación en Figura 2.20(c) está asociada a las transformaciones martensíticas del hierro de austenita a una estructura tetragonal, con un cortante en el plano $\{1 1 1\}$ y con dirección $\langle 1 1 2 \rangle$. Además debe considerarse que la estructura hexagonal compacta es más densa que la de la austenita, por lo que se presenta una contracción en esta

transformación martensítica, en forma de un desplazamiento δ normal al plano $\{1\ 1\ 1\}$ de la austenita.

2.4.3 Interfase entre la Austenita y la Martensita.

El hecho de que la martensita puede obtenerse a temperaturas bajas también indica que cualquier mecanismo que sea parte del proceso de formación no depende de activación térmica [3]. En consecuencia, la interfase que conecta a la martensita con la austenita debe ser capaz de moverse fácilmente a bajas temperaturas y sin ayuda de activación térmica.

Esta alta movilidad y velocidad a bajas temperaturas no es propicia en un sistema cristalino incoherente, por lo que debe presentarse en un sistema semi-coherente o completamente coherente. Fases completamente coherentes sólo son posibles cuando las estructuras cristalinas de la fase previa y de la fase producto pueden ser relacionadas mediante una deformación de plano invariante.

Una interfase semi-coherente puede consistir de regiones coherentes separadas periódicamente por discontinuidades que previenen que la interfase se sature de imperfecciones, minimizando las deformaciones elásticas presentes. Existen dos tipos de semi-coherencia: si las discontinuidades mencionadas son dislocaciones intrínsecas con un vector de Burgers en el plano de la interfase, no paralelo a la línea de la dislocación, se dice que la interfase es semi-coherente epitaxialmente. El término *intrínseco* indica que las dislocaciones son parte de la estructura de la interfase y que no sólo están dispersas en la misma. En este tipo de interfases, su desplazamiento normal requiere de activación térmica para lograr el movimiento de las dislocaciones intrínsecas. A bajas temperaturas la interfase está restringida y en

consecuencia, una interfase martensítica no puede ser epitaxialmente semi-coherente.

En el segundo tipo de semi-coherencia, las discontinuidades son dislocaciones de tornillo o dislocaciones cuyo vector de Burgers no se haya en el plano de la interfase. Este tipo de semi-coherencia está asociada a la alta movilidad de las interfases martensíticas, cuyo movimiento es de carácter conservativo (la movilidad no crea o destruye sitios o dislocaciones en la red del cristal). Esta interfase debe tener una alta movilidad ya que no requiere de la migración de átomos para su desplazamiento.

Para ello, deben cumplirse dos características:

1) Los planos de deslizamiento de las dislocaciones asociadas con la red del producto deben tener correspondencia con los planos de deslizamiento de la red previa, a lo largo de las líneas de dislocación.

2) Si existen uno o más conjuntos de dislocaciones intrínsecas, éstos deben tener sus vectores de Burgers paralelos. Esta condición asegura que la interfase puede desplazarse como una unidad. Además, al desplazarse la interfase, la deformación causada por las dislocaciones intrínsecas puede describirse como un cortante simple en un plano determinado, causado por la resultante de las dislocaciones intrínsecas. Este cortante simple forma un ángulo determinado con el plano de la interfase y la intercepta a lo largo de la resultante de las dislocaciones intrínsecas.

Si la estructura de la dislocación intrínseca consiste de un juego de dislocaciones paralelas, o de un conjunto de dislocaciones diferentes cuya sumatoria promueve una dislocación intrínseca de alta movilidad, entonces deberá existir en la interfase una línea que es paralela al vector lineal resultante de la dislocación intrínseca, a lo largo de la cual no hay distorsión. Debido a

que esta línea está en la interfase no presenta rotación. Así, esta es una línea invariante en la interfase entre las red del producto y la red previa.

Cuando no es posible la coherencia total en las redes cristalinas de la austenita y las redes de la martensita, debido a la alta movilidad de la interfase, la deformación de transformación relacionada a las dos redes debe ser un plano invariante, con la línea invariante localizada en el plano de la interfase.

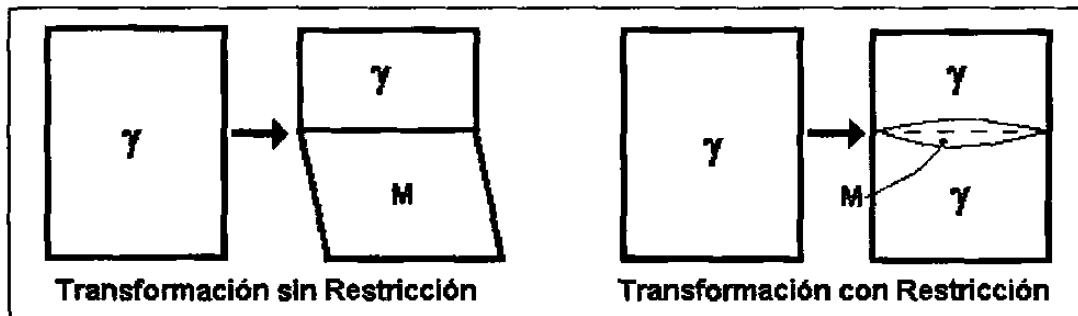


Figura 2.21 El plano de hábito de la martensita (α') bajo condiciones de transformación sin restricción (a) y con restricción (b). En el segundo caso, la línea punteada indica el trazo del plano de hábito.

La interfase entre la martensita y la fase previa se denomina plano de hábito. Cuando la transformación ocurre sin ninguna restricción, el plano es macroscópicamente plano, como se ilustra en la Figura 2.21. Cuando la martensita se forma en un ambiente con restricciones, su crecimiento es en forma de una delgada placa lenticular y el plano de hábito es difícil de identificar, ya que su forma es curva en una escala macroscópica.

El grado de restricción que se presente en una transformación estará relacionado con la cantidad de imperfecciones cristalinas presentes que limiten dicha transformación. Así, en una transformación sin restricciones, desde el punto de vista cristalográfico, se introduce un cortante no homogéneo que asegura que el plano de hábito no es distorsionable macroscópicamente.

2.4.4 Deformación del Cristal debido a la Transformación Martensítica.

En los aceros, las transformaciones martensíticas involucran el movimiento coordinado de los átomos en las redes cristalinas, movimiento que se lleva a cabo sin difusión para los átomos de Fe y otros elementos sustitucionales. Debido a que el patrón en el que los átomos están acomodados en la fase previa o inicial no cambia con la transformación martensítica, debe presentarse una modificación perceptible a escala macroscópica en la forma del cristal original. Esto puede comprenderse mejor al observar la Figura 2.22, en donde se presenta una comparación gráfica de una transformación con difusión y una transformación sin difusión.

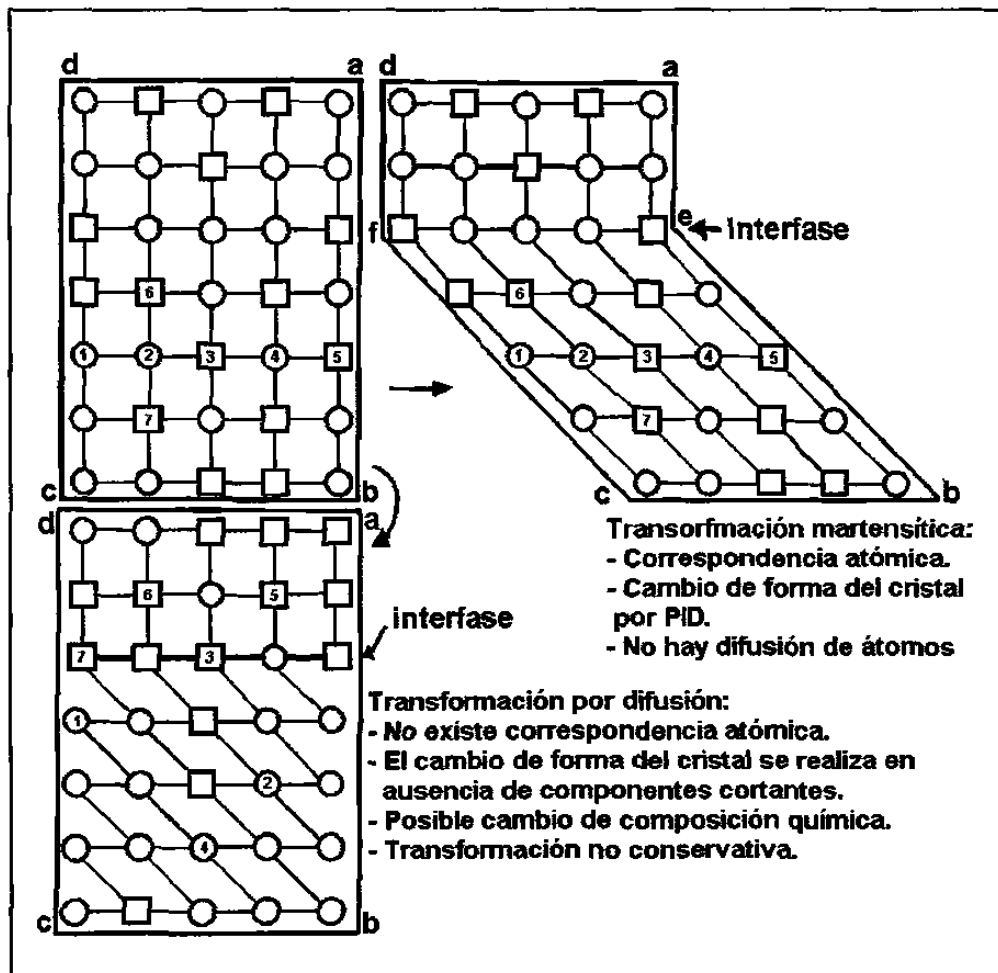


Figura 2.22 Ilustración que presenta los mecanismos de transformación por difusión y martensítica [3].

Cuando se presentan transformaciones por medio de difusión, la fase producto puede incluso experimentar cambios significativos en su composición química. Así, la combinación posible de átomos en la estructura cristalina puede ser tal que no exista prácticamente correspondencia con la red cristalina de la fase inicial.

En el caso de una transformación martensítica, la falta de difusión permite que los átomos de la red cristalina sigan la misma secuencia que la que tuvieron en la estructura de la fase previa a pesar de la transformación. Por lo tanto, existe correspondencia atómica o cierta coherencia entre los átomos de la fase producto (martensita) y de la fase previa (austenita). Las transformaciones martensíticas están acompañadas de una deformación del cristal original, deformación que tiene las características de un plano invariante de deformación.

2.4.5 Cristalografía de la Martensita.

Se considera que la martensita en el acero es una solución sólida supersaturada de carbono en hierro. Dependiendo de la composición química en la aleación, los átomos de carbono tienden a ordenarse siguiendo un patrón que hace que la estructura del cristal cambie de cúbico centrado en el cuerpo a tetragonal de cuerpo centrado. La tetragonalidad de la martensita es una función de la relación c/a , la cual se incrementa cuando el contenido de carbono es mayor:

$$\frac{c}{a} = 1 + (0.045)\%C \quad (2.2)$$

indicando que la estructura será cúbica centrada en cuerpo y libre de distorsión cuando el contenido de carbono sea cero. El efecto del contenido de carbono en la estructura de la martensita se observa en la Figura 2.14 [9]. Así, la

tetragonalidad de la martensita es resultado directo de la solución intersticial del carbono en la estructura bcc del hierro.

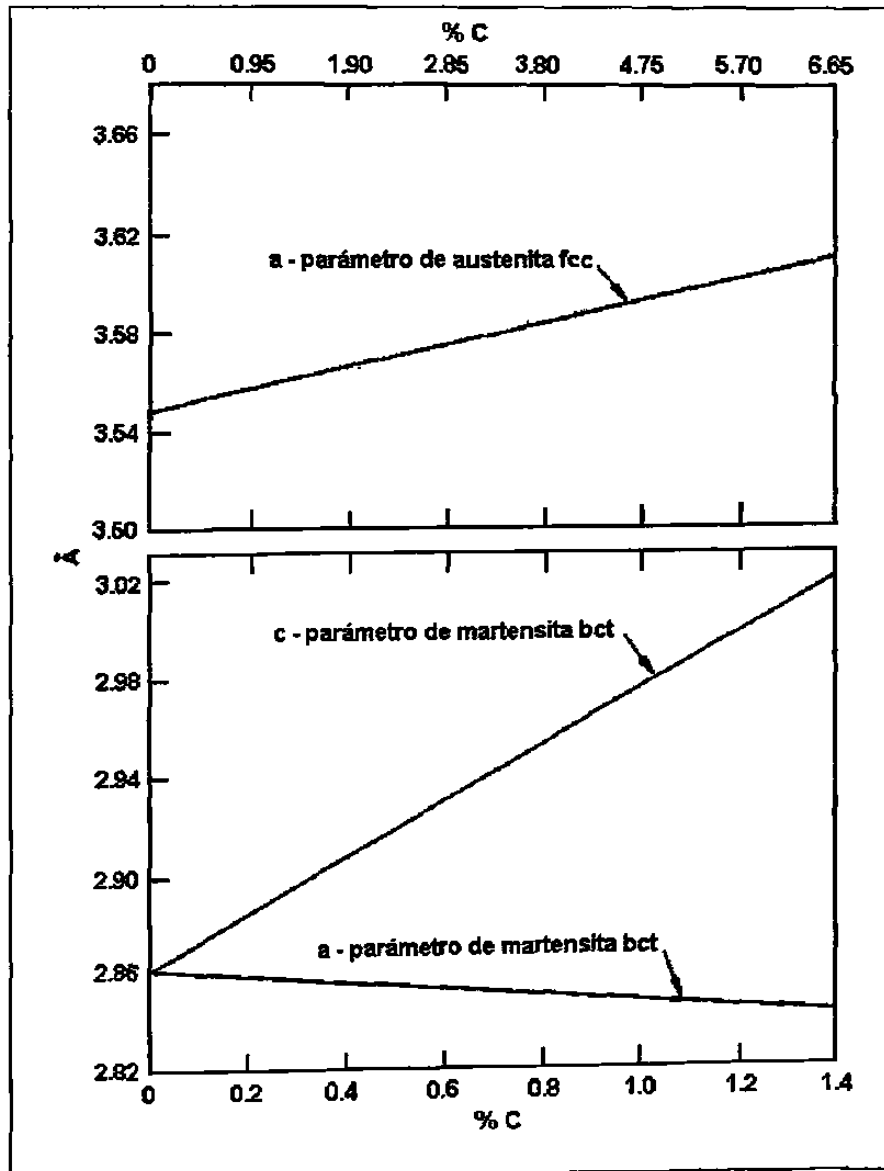


Figura 2.23 Efecto del carbono en los parámetros de las estructuras de la austenita (fcc) y de la martensita (bct) [9,17].

El cambio de orientación de la estructura que se presenta cuando una placa de martensita se transforma dentro de un grano de austenita puede variar

en función de la composición química de la aleación, sin embargo, en todos los sistemas cristalinos del hierro los planos donde se presenta el mayor factor de empaquetamiento atómico tienden a ser paralelos, por ejemplo el plano $\{1\ 1\ 1\}_\gamma$ respecto al plano $\{1\ 1\ 0\}_M$.

Para que una celda atómica de austenita se transforme a una celda de martensita, se requiere una deformación de un 17% a lo largo de la dirección $[0\ 0\ 1]_\gamma$ que corresponde al eje c de la celda de la martensita, y una expansión de un 12% en el plano $(0\ 0\ 1)_\gamma$. Entonces se presenta correspondencia atómica y cada átomo de la austenita puede relacionarse a un átomo en particular de la martensita, aunque los vectores y las relaciones angulares entre los planos de estas dos estructuras no se conservan. Esto se esquematiza en la Figura 2.24.

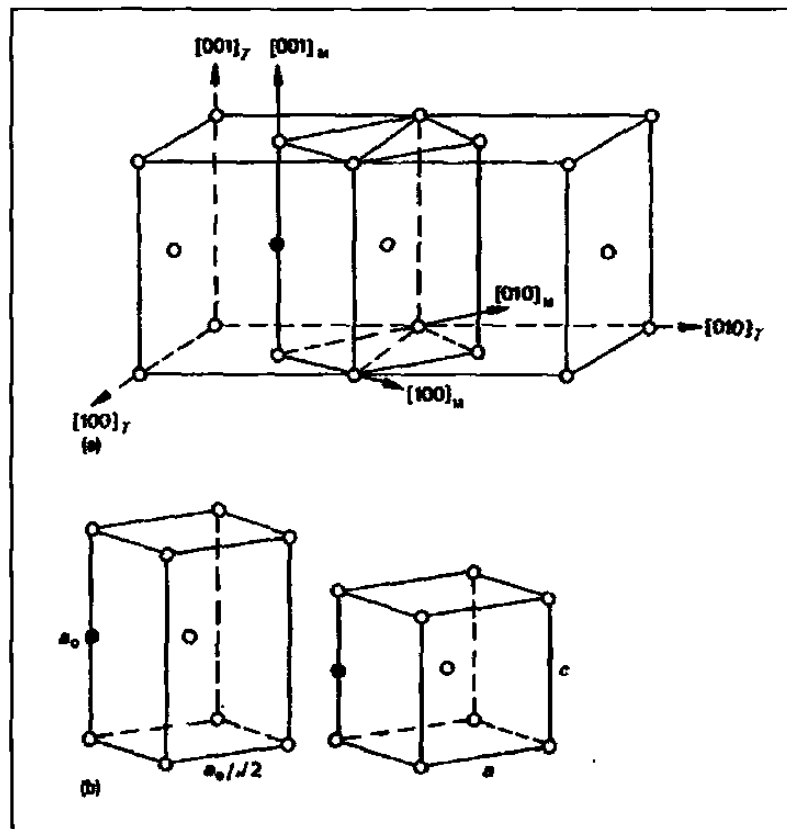


Figura 2.24 Correspondencia de estructuras para la formación de martensita a partir de austenita: (a) Celda unidad tetragonal delineada por austenita. (b) Deformación de la estructura para formar martensita con una razón c/a [9].

Los desplazamientos que dan lugar a la nueva estructura son paralelos a la dirección de las deformaciones principales y para que estas deformaciones principales sean mínimas, se requiere que los desplazamientos atómicos también sean mínimos, lo cual aumenta la correspondencia entre las dos estructuras. Ajustes locales de los átomos involucrados en la transformación martensítica permiten esto.

De esta manera es posible considerar una deformación de la estructura de carácter homogéneo, que puede ser referida como una deformación pura, la cual también es llamada deformación de Bain. La relación de orientaciones indicadas en la Figura 2.24 es ligeramente diferente a la observada experimentalmente, debido a que la deformación de Bain y otras ligeras rotaciones de los cristales reducen las deformaciones asociadas a las transformaciones.

La deformación de Bain o cualquier rotación que se presente durante la transformación constituyen una deformación de transformación homogénea, sin embargo las transformaciones martensíticas no cumplen estrictamente con este tipo de deformación. Lo que una transformación martensítica presenta en realidad es un plano invariante de deformación que involucra un cortante sobre el plano de hábito, además de una ligera expansión normal a dicho plano. Por lo tanto se ha propuesto la existencia de la deformación de plano invariante, cuyo desplazamiento no es posible de observar macroscópicamente debido a que tienden a ser cancelados periódicamente cuando la martensita se deforma o forma maclas. Este fenómeno es llamado deformación de red invariante, ya que cualquier deslizamiento o maclaje no cambia la naturaleza de la red atómica.

En la figura 2.25 se observan los dos tipos de deformación de red invariante que se pueden presentar en una placa de martensita. Debe notarse que la martensita formada produce un declive superficial y que el plano de

hábito se mantiene gracias al deslizamiento (Figura 2.25a) o al maclaje (Figura 2.25b), cuyo resultado es una interfase planar que puede observarse macroscópicamente

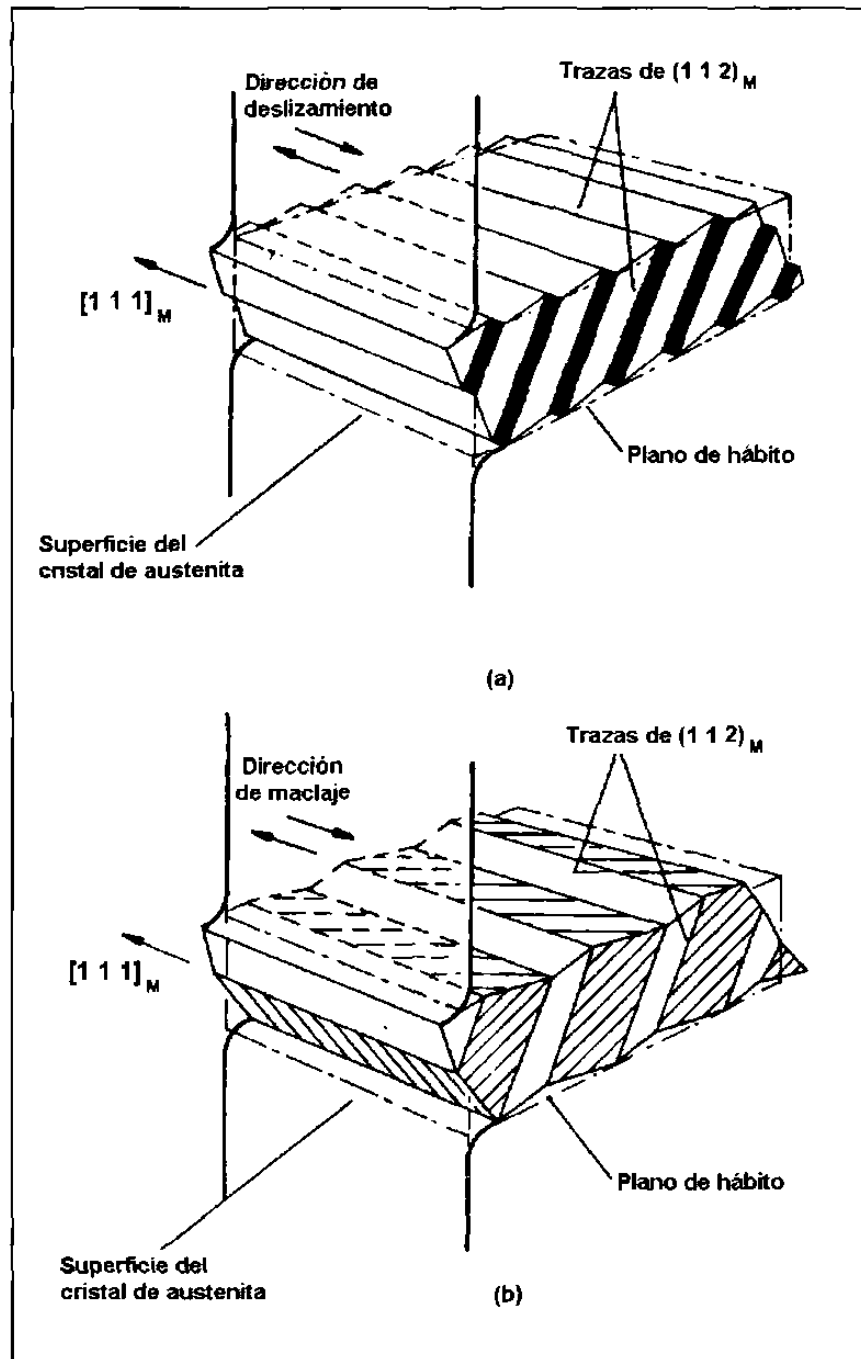


Figura 2.25 Formación de una placa de martensita mediante dos tipos de deformación de red: a) deslizamiento y b) maclaje [9].

2.4.6 Cambio de Energía Libre de una Transformación Martensítica.

En la Figura 2.26 se presenta un esquema de las energías libres para la martensita (fase producto) y la austenita (fase previa) con respecto a la temperatura. T_0 es la temperatura a la que la austenita y la martensita están en equilibrio termodinámico y M_s es la temperatura a la que la transformación de austenita a martensita se presenta durante el enfriamiento.

La diferencia existente entre las energías libres de la austenita y de la martensita $\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow M}$ a la temperatura M_s , es la fuerza directriz crítica para el inicio de la transformación martensítica.

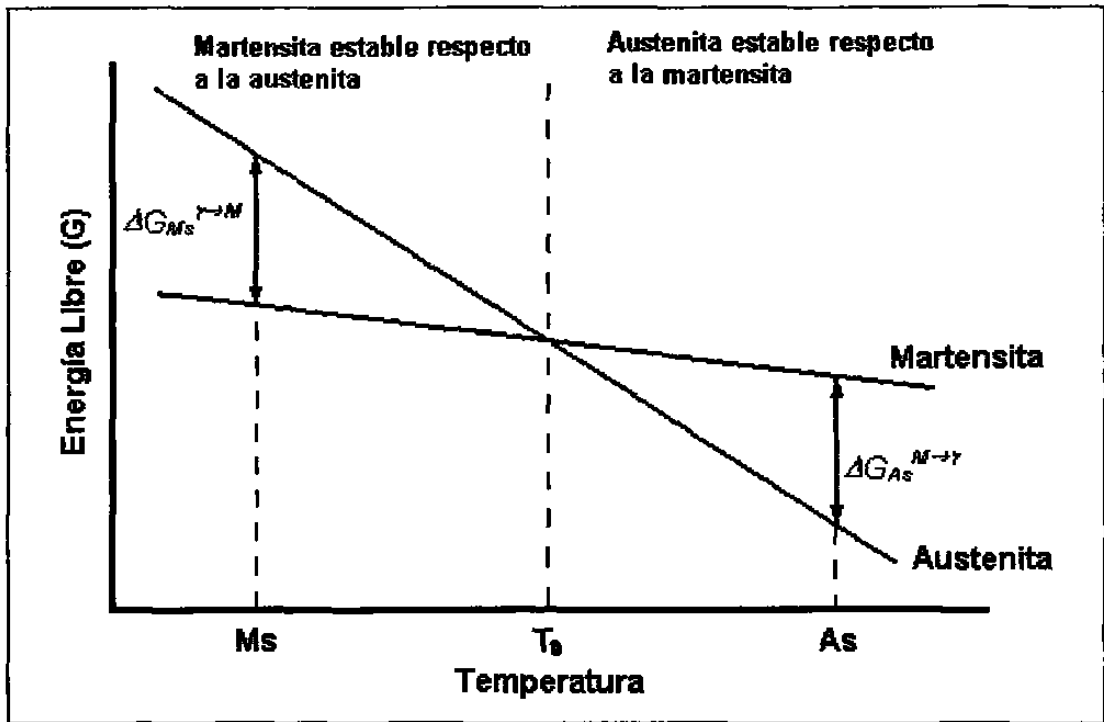


Figura 2.26 Diagrama que ilustra el cambio de energía libre para una reacción martensítica [1, 8-9].

El cambio de energía libre asociado a una transformación martensítica puede describirse como:

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow M} = \Delta G_C^{\gamma \rightarrow M} + \Delta G_{NC}^{\gamma \rightarrow M} \quad (2.3)$$

donde

$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow M}$ es el cambio de energía libre asociado con la transformación de la austenita a la martensita y que es proporcional a la cantidad de martensita formada.

$\Delta G_{NC}^{\gamma \rightarrow M}$ es el cambio de energía libre que se opone a la transformación de fase. Esta parte de la energía libre está formada por la deformación elástica principalmente.

La transformación martensítica se describe como atérmica, y su inicio se localiza a la temperatura definida M_s , con su término a la temperatura M_f . De la Figura 2.17, puede observarse que en función de la temperatura, la estructura buscará su nivel de energía más estable: martensita por debajo de T_0 y austenita por encima de esta temperatura.

Aunque existen teorías que tratan de explicar los fenómenos de nucleación de la martensita, no ha podido llegarse a una conclusión definitiva [1,8-9]. Sin embargo, se considera que los sitios de nucleación se crean a la temperatura M_s . Otra teoría supone que los sitios de nucleación pre-existen antes de que se lleve a cabo la transformación y es en la temperatura M_s cuando alcanzan un nivel de energía crítico que desencadena la transformación martensítica.

2.4.7 Transformación Inducida por Deformación.

Se ha expuesto que las transformaciones martensíticas pueden tener un mecanismo displasivo, que puede describirse como una deformación de plano invariante. Si una transformación martensítica de tales características es unida a un esfuerzo externo, se puede presentar la transformación a temperaturas superiores a M_s . Este fenómeno es posible debido a que la deformación plástica en la austenita permite que se generen mecanismos de corte, en los que los átomos deben moverse de una manera ordenada, condiciones necesarias para que se presente un plano invariante de deformación, característico de una transformación martensítica.

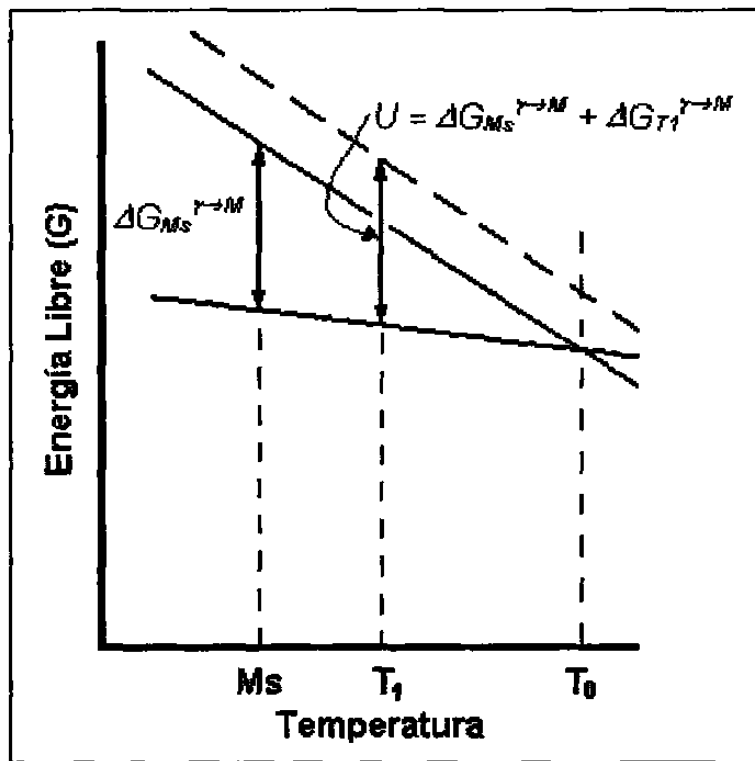


Figura 2.27 Detalle de la Figura 2.26 que ilustra el efecto de un esfuerzo mecánico en el cambio de energía interna de la austenita en una transformación martensítica.

Para comprender este mecanismo, es necesario considerar que cuando un esfuerzo mecánico es aplicado a la austenita a una temperatura T_1 (entre M_s y T_0), se presenta una fuerza mecánica U , que es agregado a la fuerza directriz como $\Delta G_{T_1}^{\gamma \rightarrow M}$, incrementando la energía interna de la austenita. La transformación martensítica comenzará cuando el esfuerzo aplicado alcance un valor crítico equivalente a $\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow M}$. Considerando esto, la Ecuación 2.2 puede escribirse como:

$$U = \Delta G_M^{\gamma \rightarrow M} + \Delta G_{T_1}^{\gamma \rightarrow M} \quad (2.4)$$

Así, U es la fuerza mecánica directriz crítica necesaria para que se efectúe la transformación martensítica inducida por deformación, la cual se efectuará a la temperatura T_1 . La Figura 5.27 esquematiza esto.

Así, bajo el efecto de un esfuerzo aplicado, la energía libre de la austenita se incrementa y tendrá tendencia a transformarse a martensita a una temperatura T_1 en un intervalo de temperaturas entre la temperatura M_s y la temperatura de equilibrio T_0 . Esta tendencia dependerá de la energía interna de la austenita y de la magnitud del esfuerzo aplicado. La fuerza directriz mecánica U es una función del esfuerzo y de la orientación de cada placa de martensita que se transforma y, desde un punto de vista mecánico, puede expresarse como:

$$U = \tau \gamma_0 + \sigma \epsilon_n \quad (2.5)$$

donde τ es el esfuerzo cortante que se presenta durante la transformación a lo largo de la dirección de corte en el plano de hábito de la martensita, γ_0 es la deformación debida al esfuerzo cortante en la dirección del mismo plano, σ es el esfuerzo perpendicular al plano, y ϵ_n es la componente de dilatación debida al cambio de microestructura. Cuando un espécimen queda sujeto a un esfuerzo

de magnitud σ_1 , como se esquematiza en la Figura 2.28, para cualquier dirección en una placa de martensita τ y σ se expresan como [1]:

$$\tau = (1/2)\sigma_1 (\text{sen}2\theta) \cos \alpha \quad (2.6)$$

$$\sigma = \pm(1/2)\sigma_1(1 + \cos 2\theta) \quad (2.7)$$

donde σ_1 es la magnitud absoluta del esfuerzo aplicado (a tensión o compresión), θ es el ángulo entre el eje del esfuerzo aplicado y la normal al plano de hábito, y α es el ángulo entre la dirección de corte de la transformación y la dirección del cortante máximo en el plano de hábito del esfuerzo aplicado. Los signos \pm indican tensión o compresión. Así, la fuerza mecánica directriz de un esfuerzo σ_1 puede escribirse como:

$$U = (1/2)\sigma_1 [\gamma_0 (\text{sen}2\theta) \cos \alpha \pm \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta)] \quad (2.8)$$

Cuando una transformación martensítica comienza por la aplicación de un esfuerzo sobre granos de austenita policristalina con una orientación al azar, es posible obtener una transformación a martensita. Para ello es necesario alcanzar una cantidad crítica de energía, que se define como U' :

$$U' = (1/2)\sigma_1' [\gamma_0 (\text{sen}2\theta') \cos \alpha \pm \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta')] \quad (2.9)$$

donde σ_1' es el esfuerzo crítico aplicado para el inicio de la transformación martensítica.

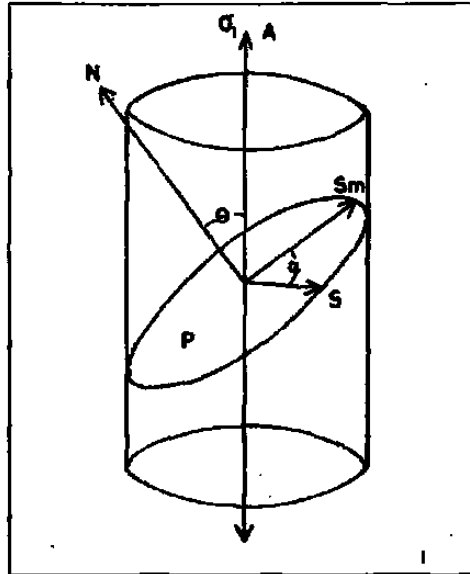


Figura 2.28 Diagrama que esquematiza un esfuerzo aplicado a lo largo del eje A y que induce una transformación martensítica sobre el plano de hábito P con normal N. S es la dirección del cambio de dimensión o forma del cristal para la martensita y S_m es la elongación máxima del cambio de dimensión de la estructura paralela al plano de hábito [1, 13].

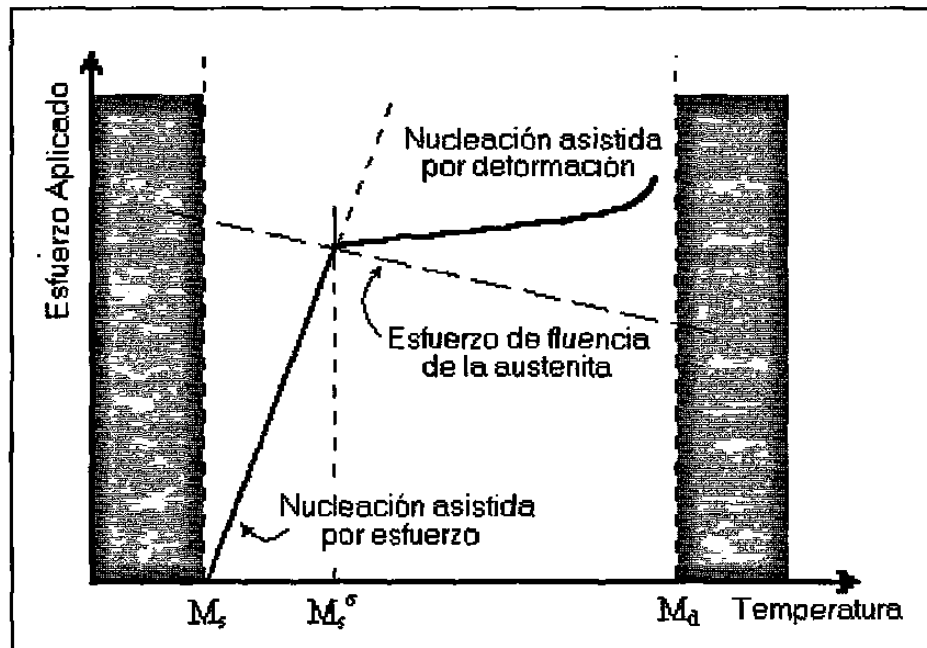


Figura 2.29 Diagrama esfuerzo-temperatura que esquematiza el esfuerzo crítico necesario para iniciar la transformación de austenita a martensita.

Al graficar esfuerzos aplicados e inicios de transformación, es posible obtener un gráfico similar al de la Figura 2.29 [1,13]. La temperatura a la que la transformación martensítica inicia puede definirse como:

- Por debajo de la temperatura M_s , la transformación de austenita a martensita es espontánea y es propiciada por sitios de nucleación existentes en la austenita
- Entre la temperatura M_s y la temperatura M_s^σ , la nucleación de martensita asistida por deformación se lleva a cabo. Además de la transformación debida a la deformación, la fluencia de la austenita se inicia debido a la transformación martensítica.
- A la temperatura M_s^σ , el esfuerzo crítico necesario para propiciar la transformación martensítica alcanza el límite de cedencia σ_Y para que la estructura de la austenita presente fenómenos de deslizamiento.
- Por encima de la temperatura M_s^σ y por debajo de la temperatura M_d , ocurre la fluencia de la austenita por deslizamiento, introduciendo así sitios de nucleación martensítica debidos a la deformación plástica.
- A la temperatura M_d , el esfuerzo de cedencia de la austenita disminuye debido al incremento de temperatura y el esfuerzo aplicado no es capaz de estimular la transformación de austenita a martensita.

2.5 Referencias Bibliográficas.

- [1] R. W. Cahn y P. Haasen, *Physical Metallurgy*, pp 1033 - 1072, Elsevier Science Publishers B. V., 1983, Holanda.
- [2] H. K. D. H. Badeshia, *Bainite in Steels*, The Institute of Materials, Cambridge University Press, 1992, Gran Bretaña.

- [3] H. K. D. H. Badeshia, *Geometry of crystals*, The Institute of Materials, The Chameleon Press Ltd, 1987, Gran Bretaña.
- [4] S. H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, pp 237-238, McGraw Hill, 2da. Edición, 1986, México.
- [5] D. M. K. de Grinberg, *Tratamientos Térmicos de Aceros*, pp 69-71, Editorial LIMUSA, 1994, México.
- [6] L. E. Samuels, *Optical Microscopy of Carbon Steels*, pp 247-262, American Society for Metals, 1980, E.U.A.
- [7] G. R. Speich, V. A. Demarest y R. L. Miller, *Formation of Austenite During Intercritical Annealing of Dual-Phase Steels*, Metallurgical Transactions A, V 12A, pp 1419-1428, The American Society for Metals, August 1981, E.U.A.
- [8] J. D. Verhoeven, *Fundamentos de Metalurgia Física*, pp 222-223, Editorial LIMUSA, 1987, México.
- [9] R. W. K. Honeycombe y H. K. D. H. Badeshia, *Steels, Microstructure and Properties*, J. W. Arrowsmith Ltd, 1995, Great Britain.
- [10] G. R. Speich, *Physical Metallurgy of Dual-Phase Steels*, en *Fundamentals of Dual-Phase Steels*, pp 3-45, United States Steel Corporation, 1981, E.U.A.
- [11] D. K. Matlock, F. Zia-Ebrahimi y G. Krauss, *Structure, Properties, and Strain Hardening of Dual-Phase Steels*, transactions of the Deformation, Processing and Structure of the 1982 ASM Materials Science Seminar, pp 47-87, St. Louis Missouri, ASM 1984, E.U.A.
- [12] G. S. Melloy, *Heat Treatment of Steel. Austenite and its Transformation*, Lesson three, American Society for Metals, 1957, E.U.A.
- [13] E. Girault, tesis doctoral, "*Bainitic Transformations in TRIP-assisted steels and its influence on mechanical properties*", K. U. Leuven, 1999, Bélgica.
- [14] ASM Handbook, *Metallography and Microstructures*, Volume 9, ASM International, 1985, E.U.A.
- [15] D. K. Matlock, F. Zia-Ebrahimi y G. Krauss, *Structure, Properties, and Strain Hardening of Dual-Phase Steels*, transactions of the Deformation, Processing and Structure of the 1982 ASM Materials Science Seminar, pp 47-87, St. Louis Missouri, ASM 1984, E.U.A.

- [16] G. R. Speich, *Physical Metallurgy of Dual-Phase Steels, Fundamentals of Dual-Phase Steels*, pp 3-45, United States Steel Corporation, 1981, E.U.A.
- [17] S. H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, McGraw Hill, 2da. Edición, 1986, México.

CAPÍTULO 3

DILATOMETRÍA

3.1 Introducción

Muchos materiales sólidos presentan cambios microestructurales cuando son sometidos a la variación en la temperatura. Estos cambios están relacionados con la transformación de fase y, en consecuencia, con cambios en su volumen específico. La variación en volumen pueden detectarse al monitorear las dimensiones de un espécimen adecuado, por ejemplo su longitud. Este es el principio de operación de la dilatometría, la cual se ha revelado como una técnica útil en el estudio de los aceros, entre otros materiales. Básicamente, esta técnica se ha utilizado para estudiar las transformaciones de fases de los aceros al efectuar procedimientos de calentamiento, enfriamiento o mantenimiento isotérmico a una temperatura determinada[1].

Al capturar los datos de las transformaciones de fase en una aleación metálica que se presentan como variaciones de longitud y temperatura, es posible presentar los resultados en una forma gráfica, que permiten inferir las microestructuras que se presentarán dentro de un proceso de enfriamiento determinado para esa aleación metálica. Estas gráficas de transformación, o diagramas de transformación son de mucho valor dentro de la metalurgia, ya

que pueden utilizarse en aplicaciones como soldadura y tratamientos térmicos, además de ayudar a caracterizar aleaciones metálicas.

3.2. Diagramas de Transformación.

3.2.1 Desarrollo de los Diagramas de Transformación.

El diagrama metaestable de fases Fe-Fe₃C puede utilizarse para predecir los cambios de fase que ocurrirían en aleaciones Fe-C bajo condiciones de enfriamiento cercanas al equilibrio, es decir, a velocidades extremadamente lentas.

Bajo circunstancias en las que se presentan velocidades de enfriamiento más rápidas, como en condiciones industriales, por ejemplo, estos cambios de fase se presentan a temperaturas más bajas, o pueden incluso ser suprimidas. Por lo que es preferible utilizar diagramas que describan adecuadamente los procesos de transformación de fase que se presentan en los aceros con velocidades de enfriamiento similares a las que se encuentran en la práctica industrial.

El desarrollo de estos diagramas comienza durante la década de 1930 por Weber y Engel [2] cuando introducen las velocidades de enfriamiento como otra variable en los diagramas de fases, además de considerar la temperatura y la composición química. Estos autores examinaron la influencia de la velocidad de enfriamiento sobre las temperaturas de transformación y las microestructuras de aceros al carbono convencionales.

3.2.2 Diagramas Isotérmicos (Diagramas TTT).

Investigaciones realizadas por Davenport y Bain [3] concernientes a la cinética de transformación de la austenita, dieron por resultado los diagramas TTT (Tiempo – Temperatura – Transformación) o diagramas isotérmicos de transformación. Estos diagramas permiten observar el inicio y el término de transformaciones de fase a temperaturas isotérmicas como una característica de la curva "C". Posteriormente Cohen [4] agregó líneas horizontales que muestran la temperatura a la que comienza a formarse la martensita (M_s) y a la cual termina su transformación (M_f). Estos diagramas describen los productos de la transformación isotérmica del acero, como la ferrita y los carburos, incluyendo perlita y bainita, pero sin diferenciar estas últimas. En la figura 3.1 se muestra el diagrama TTT para un acero eutéctico [5].

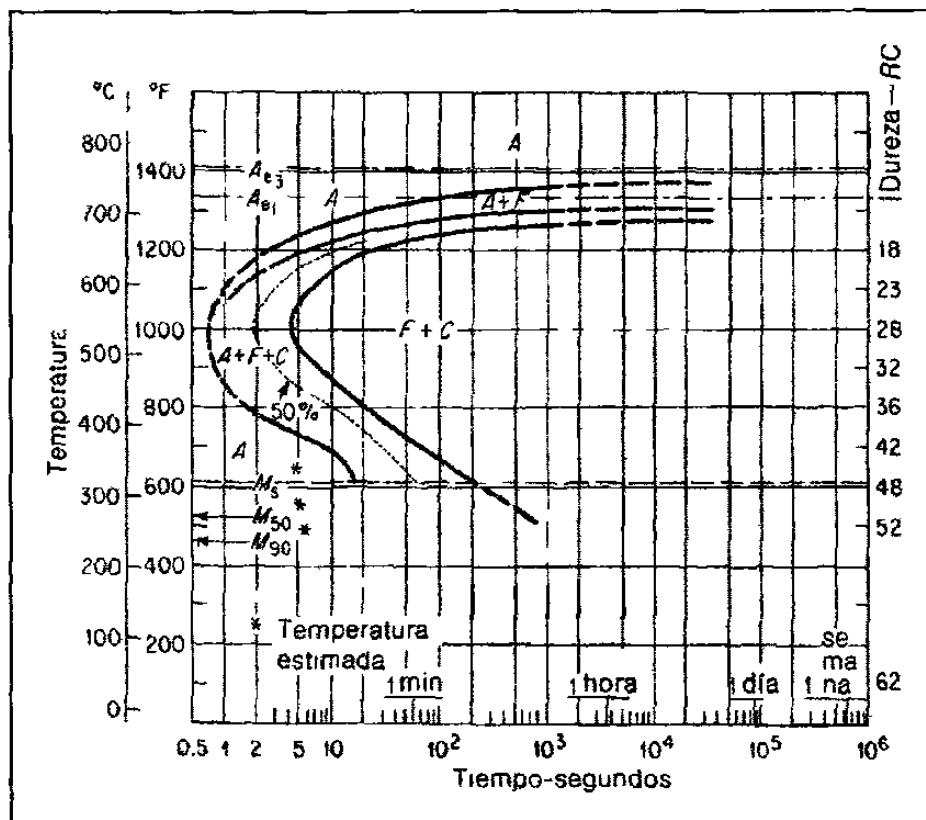


Figura 3.1 Diagrama TTT para un acero eutéctico. A, austenita; F, ferrita; C, carburo.

Los diagramas TTT han sido ampliamente aceptados y están disponibles para la mayoría de los aceros estructurales y aceros grado herramienta del mercado, y pueden ser consultados en distintas fuentes bibliográficas [6].

El método de construcción para estos diagramas involucra el análisis metalográfico de especímenes que son enfriados rápidamente desde la zona austenítica en baños de plomo o sales fundidas a diferentes temperaturas. Los especímenes se mantienen a la temperatura del baño durante distintos periodos de tiempo antes de ser sumergidos bruscamente en agua. Cualquier cantidad de austenita que no se haya transformado en otra fase durante la etapa isotérmica se transformará a martensita. Es posible construir los diagramas TTT al analizar las microestructuras resultantes de los especímenes.

Los diagramas isotérmicos son, en esencia, mapas que muestran las relaciones tiempo – temperatura durante la transformación de la austenita a una temperatura constante. Estos diagramas son una herramienta que permite comprender las transformaciones austeníticas y estudiar sus efectos. Sin embargo, estos diagramas sólo son aplicables en condiciones isotérmicas. Aunque la mayoría de los tratamientos térmicos no se realizan bajo condiciones isotérmicas, involucran transformaciones que toman lugar durante el enfriamiento continuo, por lo que los diagramas TTT permiten obtener información al respecto, aunque limitada. Por ello y para resolver problemas prácticos dentro del campo de los tratamientos térmicos, deben utilizarse otro tipo de diagramas que permitan predecir las posibles microestructuras formadas durante un proceso de enfriamiento continuo.

3.2.3 Diagramas de Enfriamiento Continuo (Diagramas CCT).

Los diagramas CCT (*Continuous Cooling Transformation*) o diagramas de enfriamiento continuo involucran el uso de curvas de enfriamiento en las que se

localizan los puntos donde ocurren los cambios de fase en una aleación determinada. Estos diagramas muestran claramente el efecto de la velocidad de enfriamiento al inicio y término de una transformación de fase. Esta información se complementa con metalografía y ensayos de dureza de las fases presentes en los especímenes involucrados [7].

3.3 Dilatometría y Diagramas de Enfriamiento Continuo (CCT).

3.3.1 Generalidades.

El dilatómetro es un instrumento que mide de manera precisa (± 0.0005 mm) el cambio en longitud de un espécimen apropiado durante su calentamiento, enfriamiento o mantenimiento isotérmico. El fenómeno de expansión debido al calor es bien conocido en los metales y, este fenómeno, se utiliza como principio de operación para otros instrumentos de medición como termómetros y termostatos [8]. Esta expansión del metal es resultado del movimiento de la posición promedio de los átomos que forman las estructuras de sus cristales, lo que da por consecuencia un cambio en sus dimensiones de acuerdo al cambio en temperatura que afecte al metal.

Al suponer que se tuviera una varilla con dimensiones definidas e iguales para cada una de las aleaciones metálicas más comunes y se les aplicara un mismo incremento en temperatura, se observaría que la expansión lineal es diferente para cada una de estas aleaciones, por lo que sus características en este aspecto pueden ser diferenciadas y caracterizadas por medio de un término llamado coeficiente de expansión lineal.

En un metal, el coeficiente de expansión lineal puede definirse como la fracción en longitud que se expande por efecto de la temperatura, al comparar

la longitud final con la longitud inicial de un espécimen. Para la mayoría de las aleaciones metálicas, la expansión puede expresarse mediante la siguiente ecuación:

$$l_2 = l_1(1 + \alpha\theta) \quad (3.1)$$

donde l_2 = longitud final
 l_1 = longitud original
 α = coeficiente de expansión térmico
 θ = incremento en temperatura °C

En la Tabla 3.1 se presentan valores de coeficientes de expansión térmica para algunos materiales.

Tabla 3.1 Comparación de coeficientes de expansión térmica para diferentes materiales.

<i>Material</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>$\alpha \times 10^6 / ^\circ\text{C}$</i>
Aluminio	140	23.90
	400	26.49
Cobre	100	17.10
	500	18.30
Hierro	100	12.20
	400	13.80
Zinc	100	31.00
	300	34.00
Titanio	100	8.80
	400	9.40
Acero bajo C (0.06 C, 0.40 Mn)	100	12.62
	400	13.83
Acero Inoxidable 18/8	100	14.82
	400	17.61
Carburo de Silicio	500	4.60
Alúmina	500	7.60
Sílice fundida	1000	0.55

En el caso de las aleaciones ferrosas, conforme un acero es calentado, presentará una expansión térmica o dilatación, la cual es proporcional al incremento de temperatura que se aplique. Este comportamiento continuará hasta que el acero alcance la temperatura de transformación en la que el hierro alfa (α bcc, estructura cúbica centrada en el cuerpo) cambia a hierro gama (γ fcc, estructura cúbica centrada en las caras); el reacomodo de átomos que presenta la red atómica hace que ésta sea más compacta y se presentará una contracción volumétrica del acero.

Esta contracción es suficiente para cambiar la curva dilatación / temperatura y se observa entonces una caída de la pendiente (figura 3.2). Este fenómeno de contracción continua a pesar del incremento en temperatura que el metal experimenta. Una vez que la transformación de hierro alfa a hierro gamma ha concluido, el acero continúa con su expansión térmica normal.

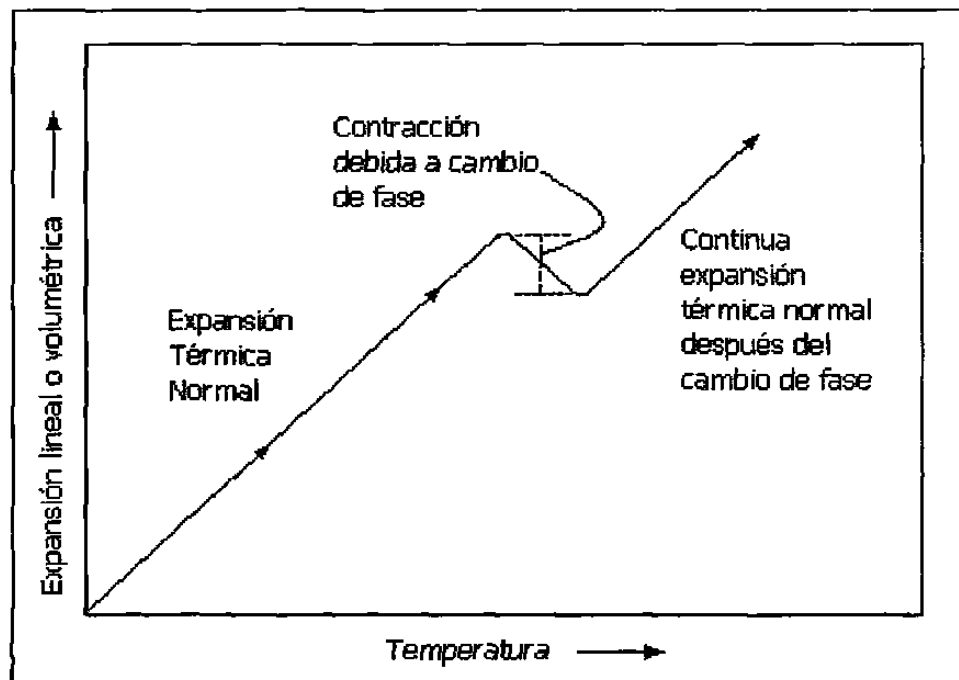


Figura 3.2 Diagrama que muestra cómo una contracción causada por un cambio de fase puede modificar la expansión térmica de una aleación ferrosa durante su calentamiento.

Al observar la línea que representa el cambio de dilatación vs. temperatura durante el calentamiento, es sencillo determinar la temperatura en la que se presenta el inicio de transformación de fase, la cual se denomina Ac_1 . La temperatura que indica el término de esta transformación se presenta cuando la contracción ha terminado, se denomina Ac_3 . Después de la transformación de fase, el metal seguirá presentando la misma pendiente de expansión térmica que se había observado antes de la contracción por la transformación de fase [9].

La letra "A" de estas designaciones corresponde a la palabra francesa *arrêt*, que significa alto; la letra "c" representa la palabra *chauffage* o calentamiento. La temperatura Ac_2 indica la temperatura a la cual se presenta un cambio en las propiedades magnéticas en el hierro alfa.

Cuando el metal se enfría, se presenta el fenómeno de manera inversa. A pesar del enfriamiento, se presenta una expansión térmica. Esta expansión comienza cuando la aleación ferrosa alcanza la temperatura en la que el hierro gamma comienza a transformarse en hierro alfa, de tal forma que ocurre un *reacomodo* de los átomos de la red cristalina, pasando de una estructura cúbica centrada en las caras a una estructura cúbica centrada en el cuerpo, dando por resultado una expansión de la red cristalina.

Esta expansión es suficiente para causar una *distorsión* en la curva dilatación / temperatura durante el enfriamiento del espécimen, y se presenta un nuevo cambio en la pendiente, el cual continúa hasta que la transformación de fase ha concluido. Después de esto, la curva de enfriamiento vuelve a presentar su comportamiento original (figura 3.3).

Para una aleación ferrosa, es durante el enfriamiento que pueden determinarse las temperaturas de transformación de fase. Así, al inicio de la transformación de hierro gamma a hierro alfa, se le denomina Ar_3 y el término

de la transformación se llama Ar1 (la letra "r" representa la palabra francesa *refroidissement* para enfriamiento).

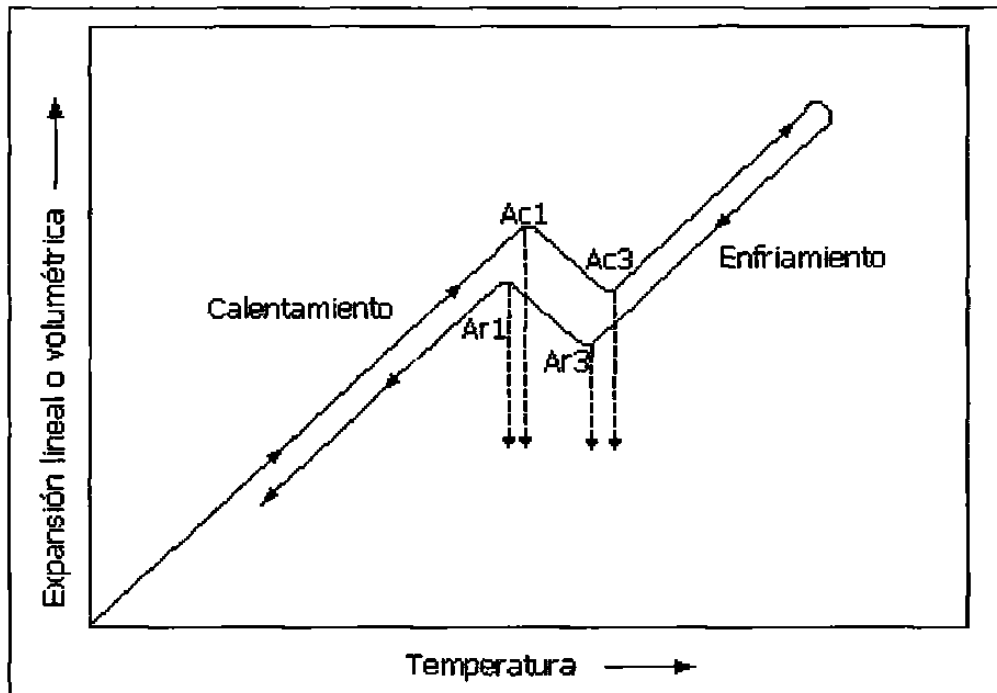


Figura 3.3 Curva esquemática típica de un dilatómetro para una aleación ferrosa en la que se muestran los efectos de calentamiento y enfriamiento.

Es importante resaltar que los especímenes utilizados en la dilatometría son relativamente pequeños, por lo que los instrumentos de medición y captura de datos del equipo deben ser muy sensibles. En los últimos 50 años se han utilizado diversos sistemas de medición y captura de datos para registrar la expansión térmica de los materiales, incluyendo sensores ópticos y mecánicos. Sin embargo, el sistema más utilizado ha sido el medidor de respuesta, en el que una varilla de sílica (material que presenta un bajo coeficiente de expansión) se utiliza para transmitir la dilatación que presente un espécimen a un medidor. La técnica para medir las dilataciones involucra el uso de un transformador diferencial lineal variable (LVDT).

El LVDT es un instrumento electromecánico que produce una salida de voltaje proporcional al desplazamiento de una varilla móvil de hierro a través de un embobinado. El esquema de este dispositivo se muestra en la figura 3.4, el cual consiste de un embobinado *primario* y dos embobinados *secundarios*, los cuales están simétricamente espaciados. Una varilla magnética tiene libre movimiento a lo largo del arreglo de los embobinados, y provee un patrón de flujo magnético que une de esta manera los embobinados primario y secundario.

El embobinado primario es energizado mediante una fuente de corriente alterna, la cual induce una corriente en los embobinados que forman el secundario. Debido a que los embobinados secundarios se conectan de forma opuesta y en serie, el voltaje tiene una polaridad inversa. La salida del transductor es una diferencia entre voltajes, que es cero cuando la varilla de hierro está en la posición central.

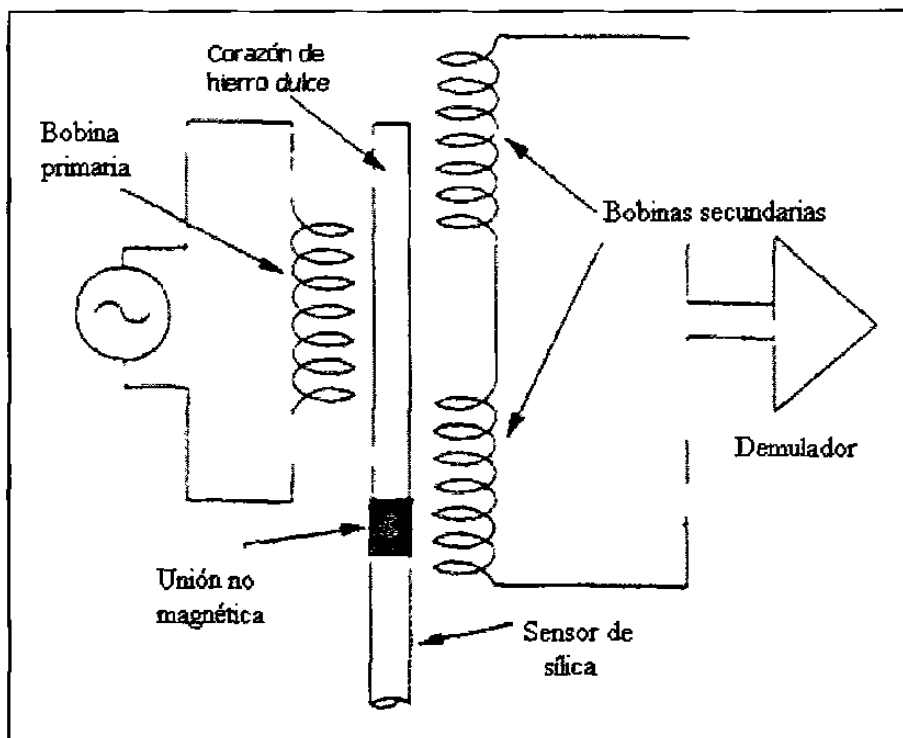


Figura 3.4 Esquema del circuito eléctrico de un transformador diferencial lineal variable (LVDT).

Cuando esta varilla se mueve, se incrementa el voltaje inducido en el embobinado secundario, mientras que el voltaje inducido en el otro embobinado secundario se reduce. Así se presenta un diferencial de salida en el transformador que varía linealmente con respecto a los cambios de posición de la varilla de hierro.

La fase de la salida del voltaje cambia hasta 180° conforme la varilla se desplaza a cualquier lado de su posición nula o cero. De esta manera, estos instrumentos pueden detectar cambios en longitud de $0.1 \mu\text{m}$. En la figura 3.5 se muestra el arreglo de un dispositivo LVDT.

El LVDT de un dilatómetro convencional presenta las siguientes características. El espécimen debe colocarse entre dos platinas de cuarzo de sílice electrofundido, el cual presenta un bajo coeficiente de expansión térmica, $0.55 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$. Otra ventaja de este material es que tiene una baja conductividad térmica. Esto es importante ya que en los puntos de contacto entre estas platinas y el espécimen se debe evitar cualquier efecto de enfriamiento, lo cual puede causar errores en las lecturas obtenidas.

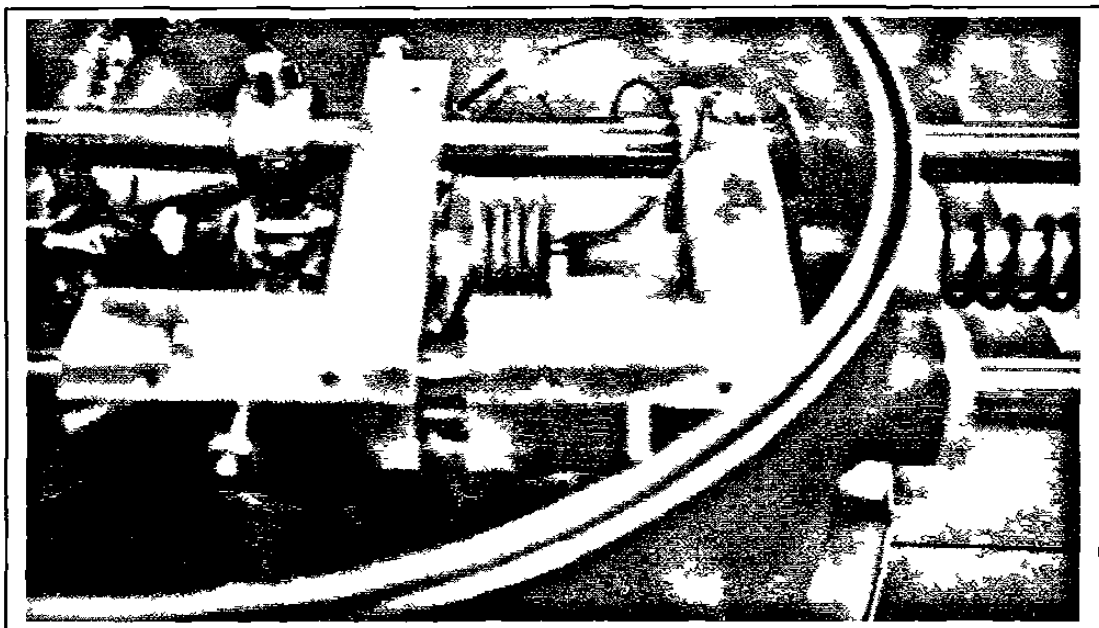


Figura 3.5 Imagen que muestra el arreglo del LVDT de un dilatómetro.

3.3.2 Calentamiento y Vacío.

Prácticamente todos los dilatómetros utilizan como fuente de calor el calentamiento por inducción, el cual permite obtener velocidades de calentamiento de hasta 800 °C/s. El inductor de calentamiento se coloca en una cámara de vacío para evitar oxidaciones o decarburaciones en los especímenes. Una bomba rotatoria permite generar vacíos de hasta 1.33×10^{-1} Pa (10^{-1} Torr); el vacío necesario para operar el equipo se obtiene mediante una bomba de difusión o una bomba turbomolecular, capaces de generar vacíos de hasta 1.33×10^{-4} Pa (10^{-6} Torr) o menos.

3.3.3 Enfriamiento.

La velocidad de enfriamiento natural para un espécimen cilíndrico hueco en vacío es del orden de 5-7°C/s (considerando una temperatura inicial de 800°C y enfriar hasta los 650°C). La velocidad de enfriamiento puede mantenerse a cualquier velocidad, incluso debajo de la velocidad de enfriamiento natural. Además, la curva de enfriamiento debe ser lineal, es decir, muy aproximada a un comportamiento Newtoniano.

Velocidades de enfriamiento rápidas pueden obtenerse por medio del enfriamiento brusco utilizando chorros de algún gas inerte. El gas puede ser He, Ar o mezclas de H_2 y N_2 . Para obtener mayores velocidades de enfriamiento, se utiliza sólo H_2 . El gas se suministra por medio de un embobinado separado incorporado al inductor. Utilizando agujeros pequeños separados uniformemente en la superficie interior del embobinado de enfriamiento, se dirige el gas contra el espécimen enfriándolo a una velocidad determinada por el flujo de gas, velocidad que puede controlarse utilizando medidores de flujo y válvulas, de tal forma que se puede obtener una alta repetibilidad en los experimentos.

3.3.4 Control.

Para asegurar un control preciso del dilatómetro, se utilizan sistemas de control computarizados. Al soldar un termopar al espécimen, es posible controlar las velocidades de calentamiento, el mantenimiento a una temperatura determinada y las velocidades de enfriamiento. Los termopares más utilizados son del tipo K (Ni-Cr, Ni-Al) o R (Pt-13% Rh, Pt), dependiendo del intervalo de temperaturas en el cual se desea trabajar. Una computadora permite controlar el experimento, las válvulas de enfriamiento y la captura de información de las variables involucradas en la experimentación, tales como temperatura, longitud del espécimen y tiempo.

3.4 Derivación de los Diagramas de Enfriamiento Continuo.

3.4.1 Procedimiento Experimental de Estudio.

Para la construcción de un diagrama de enfriamiento continuo se requieren de 6 a 12 especímenes de la aleación ferrosa a estudiar. Cada espécimen se calienta a una velocidad moderada hasta la temperatura de austenitizado (hasta 30 °C/s son aceptables) y las velocidades de enfriamiento se seleccionan para analizar la zona de interés. La selección de la temperatura de austenitizado dependerá de la composición química de la aleación. El tiempo que deba permanecer el espécimen a una temperatura determinada de austenitización es función del tamaño del espécimen, además debe asegurarse una composición uniforme de la austenita que se forme.

Es necesario que al menos dos especímenes sean calentados a una velocidad lenta (cerca de 1°C/s) hasta la zona de transformación austenítica

para determinar las temperaturas Ac_1 y Ac_3 . Esta información debe incluirse en el diagrama para complementarlo.

Además de la dilatometría, es necesario el análisis metalográfico de cada uno de los especímenes, para tener una identificación apropiada de cada una de las fases presentes en sus microestructuras. Mediciones de dureza también son requeridas para cada uno de los especímenes.

3.4.2 Temperaturas de Transformación.

La amplia gama de microestructuras y propiedades que pueden encontrarse en las aleaciones ferrosas es consecuencia de su naturaleza alotrópica y de la solubilidad del carbono en el hierro. Las temperaturas de mayor interés para las diferentes aleaciones ferrosas son aquellas en las cuales comienza y termina la transformación de la austenita (Fe γ) a diferentes velocidades de enfriamiento. Una curva longitud/temperatura obtenida mediante un dilatómetro se muestra en la figura 3.6, en la cual se observan las curvas de calentamiento y de enfriamiento.

Haciendo a un lado el cambio en volumen específico, el cambio alotrópico de la estructura bcc (hierro alfa) a la estructura fcc (hierro gamma) es acompañada de una contracción significativa, mientras que la transformación inversa que ocurre durante el enfriamiento, da por resultado una expansión. El efecto de histéresis que se presenta entre la curva de calentamiento y la curva de enfriamiento es debido a un subenfriamiento de los cristales del espécimen, el cual se incrementa con la velocidad de enfriamiento. Otra explicación está relacionada con el posible reacomodo de los átomos en los cristales del espécimen.

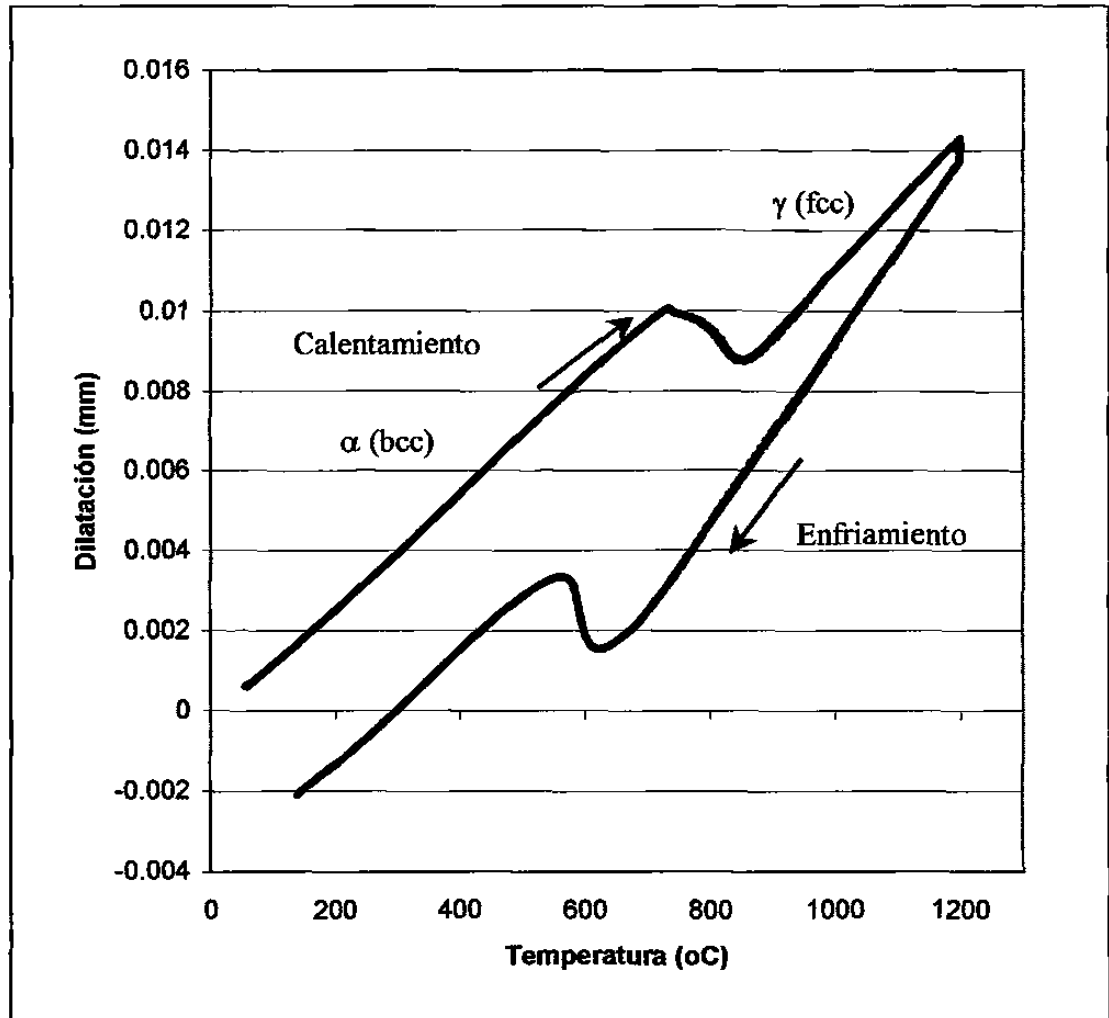


Figura 3.6 Curva dilatación/temperatura de una aleación ferrosa.

Debido a que el coeficiente de expansión térmica de la austenita (hierro gama) es 1.5 veces mayor que el de la ferrita (hierro alfa), el cambio en volumen es mayor al disminuir la temperatura de transformación. Valores comunes del coeficiente de expansión térmica para la ferrita son de $14.3-15.2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (700°C) y para la austenita, $21.0 - 22.5 \times 10^{-6} /^{\circ}\text{C}$ ($900-1000^{\circ}\text{C}$). Debe considerarse que al construirse un diagrama CCT, tienen prioridad las curvas de enfriamiento.

El inicio de la transformación se considera cuando la temperatura a la cual se presenta una contracción térmica hace que se pierda la linealidad de la

curva durante el enfriamiento. Este comportamiento es debido a la expansión en volumen asociada a la transformación de la austenita, que primero detiene y luego revierte la contracción normal del acero, a pesar de la caída de su temperatura. La localización del punto en el que ocurre la desviación se facilita al extrapolar la porción lineal de la contracción térmica (longitud/temperatura) en la curva, de acuerdo a como se muestra la figura 3.7.

El término de la transformación se determina de la misma manera, al extrapolar la porción lineal de la curva después de la transformación. Transformaciones intermedias, que pueden involucrar la formación de distintos tipos de ferrita, o incluso perlita, pueden no observarse de una manera clara. Esto no es debido a la pérdida de resolución del dilatómetro, sino a que las reacciones de transformación individuales de estas fases pueden enmascarse mutuamente conforme continúa el crecimiento de otras fases. Este comportamiento se presenta principalmente cuando el cambio de la fase representa menos de un 3 a un 5% del volumen de la microestructura final, en cuyo caso podría no ser detectado por el dilatómetro. Sin embargo esas fases pueden identificarse por medio de examinación metalográfica.

La determinación de las temperaturas de transformación puede estar sujeta a errores, principalmente porque en ocasiones la contracción térmica antes y después de la transformación no es lineal y el trazado del dilatómetro puede presentar cierto grado de curvatura. Las temperaturas de término de transformación tienden a presentar un mayor grado de incertidumbre y el margen de error varía de acuerdo a la aleación que se está estudiando. Generalmente el error al determinar las temperaturas de inicio de transformación puede ser de ± 5 °C, mientras que las temperaturas de término de transformación pueden presentar variaciones de hasta ± 20 °C en aceros con bajo contenido de carbón.

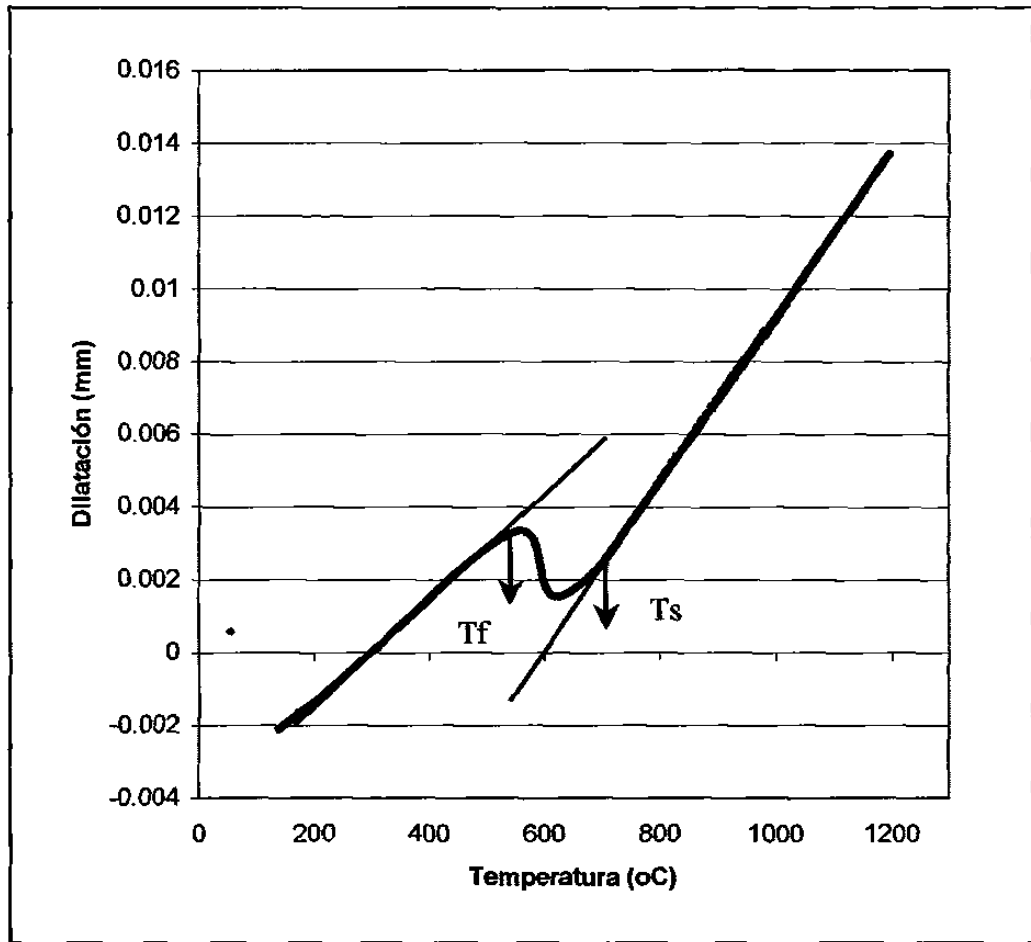


Figura 3.7 Curva dilatación/temperatura en enfriamiento, que muestra la extrapolación utilizada para determinar las temperaturas de inicio y fin de transformación de fase.

El progreso de las transformaciones puede seguirse mediante una simple construcción geométrica de la curva longitud/temperatura, la cual se ejemplifica en la figura 3.8. En esta figura se puede suponer que el cambio en la longitud de un espécimen es directamente proporcional a la fracción volumétrica de austenita que se ha transformado. La porción lineal de la contracción térmica se extrapola antes y después de la transformación. A cualquier temperatura T , se dibuja una línea vertical para interceptar la curva longitud/temperatura.

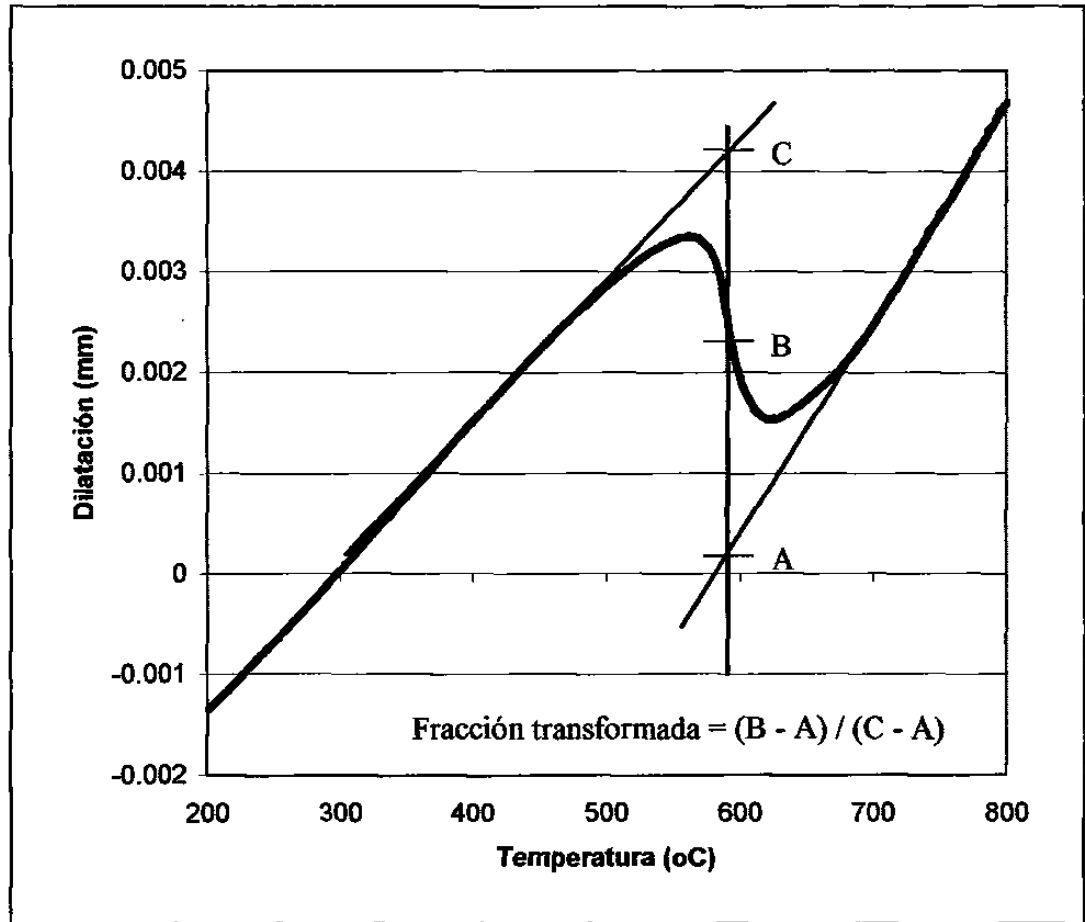


Figura 3.8 Fracción de la curva dilatación/temperatura mostrada en la figura 3.7 en la que se indica la manera como se determina la cantidad de fase transformada.

La línea AC representa el 100% de austenita transformada. La sección AB representa la austenita transformada como una fracción de AC a la temperatura T, y la sección BC es la cantidad de fase no transformada como una fracción de AC a la temperatura T. Esta suposición es correcta si el producto de transformación es un microconstituyente como la martensita.

En aquellos casos en que más de una fase esté presente, esta consideración tiene menor validez, ya que la fracción volumétrica de estas fases tiende a cambiar y será difícil determinar estos cambios con precisión mediante

esta técnica. Para aquellos casos en los que distintos microconstituyentes están presentes, habrá entonces variaciones en el volumen específico del espécimen y esta consideración tendrá menor validez.

Sin embargo, experimentos realizados mediante temples escalonados han confirmado que esta técnica permite obtener resultados adecuados y precisos. Así, es posible mostrar el progreso de la transformación como una función del tiempo y de la temperatura, información que es capturada junto con los datos de longitud y temperatura.

3.4.3 Construcción de diagramas CCT

Una vez que las temperaturas de inicio y término de transformación han sido determinadas para cada velocidad de enfriamiento, esas temperaturas son superimpuestas a su curva de enfriamiento correspondiente, la cual se grafica como temperatura vs. tiempo en segundos (logarítmicamente). Para corroborar esta interpretación de resultados, es necesaria la evaluación metalográfica de las microestructuras de cada uno de los especímenes. Los límites de transformación se grafican al unir las temperaturas de transformación mediante líneas. Otra manera de complementar este trabajo es mediante microdureza Vickers, cuyo resultado promedio para cada espécimen debe indicarse en la curva de enfriamiento correspondiente.

Debe incluirse también en el diagrama la velocidad de enfriamiento para cada espécimen, el cual se expresa como la velocidad de enfriamiento promedio entre los 800 a los 500 °C, que es el intervalo en el cual ocurren la mayor parte de las transformaciones de fase en las aleaciones ferrosas. Un ejemplo de un diagrama de enfriamiento continuo se muestra en la figura 3.9.

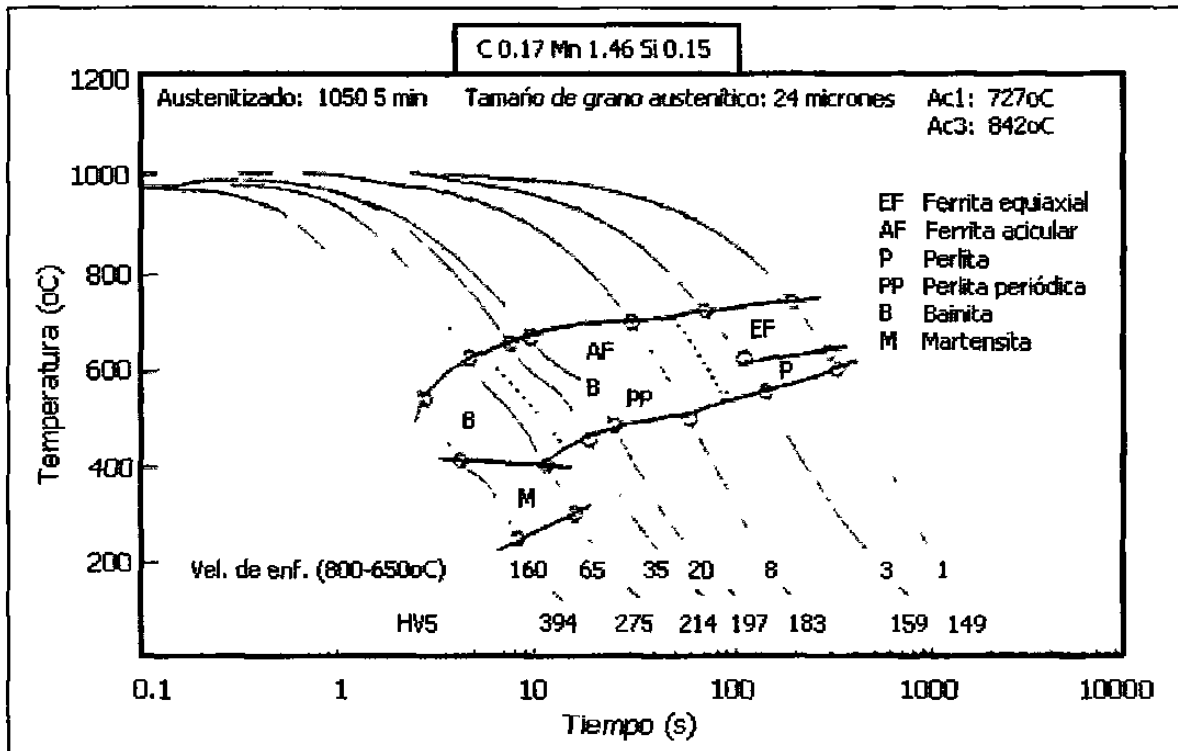


Figura 3.9 Diagrama de enfriamiento continuo (CCT) para un acero aleado al manganeso.

Otra información que debe tomarse en cuenta para la construcción de estos diagramas es el tamaño de grano austenítico inicial de la aleación a evaluarse, el cual tiene un efecto importante en la capacidad de endurecimiento o templabilidad del acero. La templabilidad puede definirse como la capacidad que tiene una aleación ferrosa de transformar su microestructura a martensita cuando es templada. Esta característica controla el tamaño y la profundidad de la sección que puede ser uniformemente tratada térmicamente para obtener altas durezas en una pieza de acero determinada.

Otro dato que puede obtenerse es la velocidad de enfriamiento crítica, la cual está definida como aquella velocidad de enfriamiento mediante la cual puede formarse un producto de transformación durante el enfriamiento de una aleación. Para efectos prácticos en las técnicas de construcción de diagramas CCT, la velocidad de enfriamiento crítica para obtener martensita es la mejor forma de medir la templabilidad de una aleación ferrosa. Cualquier cambio en

la composición química del acero evaluado que retarde la transformación de la austenita, contribuye a disminuir el valor de la velocidad crítica de enfriamiento y esto da por resultado una mejor templabilidad.

El efecto que el tamaño de grano inicial de la aleación tiene en la aleación se explica en base a la nucleación de productos de transformación suaves, como la ferrita y la perlita, nucleación que tiene lugar primero en las fronteras de grano. Si el tamaño de grano es grande, habrá una reducción en el área de la frontera de grano y en consecuencia, una reducción en la capacidad de nucleación. Así, la transformación es retardada y la templabilidad se incrementa. Otros ejemplos de diagramas de enfriamiento continuo típicos para aceros eutectoides y aceros hipoeutectoides se muestran en las figuras 3.10 y 3.11 [10].

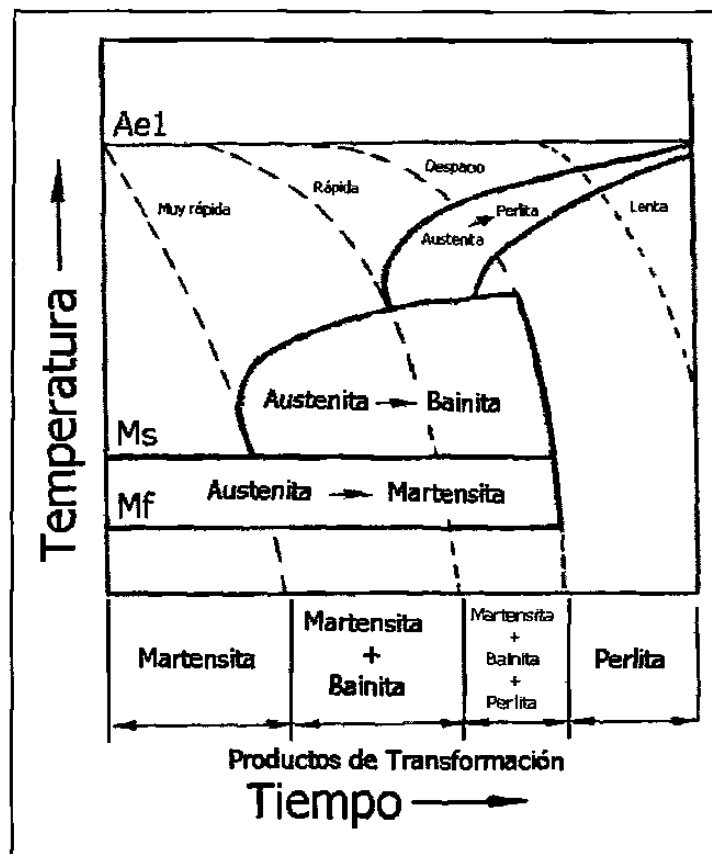


Figura 3.10 Diagrama CCT esquemático para un acero eutéctico. Las líneas punteadas indican velocidad de enfriamiento para los especímenes.

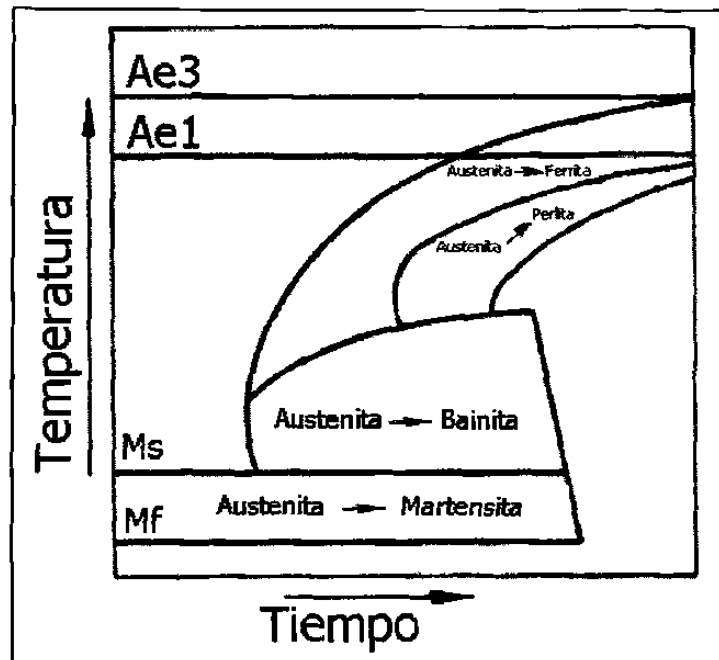


Figura 3.11 Diagrama CCT esquemático para un acero hipoeutéctico.

3.5 Referencias Bibliográficas.

- [1] G. K. Prior, *The Role of Dilatometry in the Characterisation of Steels*, Materials Forum, V 18, pp 265-276, 1994.
- [2] F. Wever y N. Engel, Mitt. K. Wilh. Inst. Eisenforschg, pp. 12, 1930.
- [3] E. S. Davenport and E. C. Bain, Transactions AIME 1930, V 90, pp 117.
- [4] M. Cohen, Transactions of the American Society of Metals 1940, V 28, pp 537.
- [5] S. H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, pp 279, McGraw Hill, 2da. Edición, 1986, México.
- [6] *Atlas of Isothermal Transformation Diagrams*, United States Steel Corporation, 1963, E.U.A.

- [7] D. M. K. de Grinberg, *Tratamientos Térmicos de Aceros y sus Prácticas de Laboratorio*, Págs. 48-54, Editorial LIMUSA, 1994, México.
- [8] R. A. Serway, *Física*, pp 526-529, McGraw Hill, 1992, México.
- [9] G. F. Melloy, *Heat Treatment of Steel Course*, Lesson 2 "Microstructure and Mechanical Properties", American Society of Metals, 1962, E.U.A.
- [10] G. F. Melloy, *Heat Treatment of Steel Course*, Lesson 3 "Austenite and its Transformation", American Society of Metals, 1962, E.U.A.

CAPÍTULO 4

DIFRACCIÓN DE RAYOS X

4.1 Antecedentes.

La herramienta más útil para estudiar la estructura de un sólido cristalino es la difracción de Rayos X [1]. Debido a que los Rayos X tienen una longitud de onda aproximadamente igual a la distancia que separa los átomos en los cristales metálicos, cuando un haz es dirigido contra un cristal con un ángulo apropiado, el haz será reflejado o difractado por los átomos de los planos de dicho cristal.

El equipo utilizado para realizar este tipo de análisis se denomina difractómetro, el cual está constituido por un generador de radiación, que suministra el haz de longitud de onda λ , cuyas ondas deben estar en fase. Al incidir sobre la superficie preparada de un espécimen, los haces difractados son capturados por un detector apropiado. Cada haz difractado tendrá un ángulo de difracción específico θ , que corresponde al sistema de planos cristalinos (hkl) de un tipo de cristal en particular. La intensidad de la difracción depende de la cantidad de cristales que tenga dicho sistema de planos que estén presentes en la muestra [2].

En la actualidad los equipos de difracción de Rayos X cuentan con equipos de cómputo y programas que permiten realizar el análisis de la información que el detector capta. Dichos programas cuentan con bases de datos que permiten clasificar dicha información y generar los resultados correspondientes en minutos.

4.2 Análisis de la Estructura Cristalina.

Cuando la energía en forma de radiación golpea un objeto, ésta puede ser dispersada o absorbida. Si la dispersión de esta energía se lleva a cabo de manera elástica, no se presentará ninguna pérdida en el proceso y la longitud de onda de las ondas de la radiación continuarán sin cambio [3].

Los átomos de las estructuras cristalinas de los metales pueden interactuar elásticamente con radiación, para dar lugar a la formación de un espectro de difracción, que no es más que una interpretación de la radiación que ha sido dispersada por un espécimen a partir de un haz. Un ejemplo de esto se presenta en la Figura 4.1.

Los ángulos de difracción y las intensidades de los haces difractados están en función de la estructura del cristal. Los ángulos de difracción dependen de la posición de los átomos en la estructura y de las dimensiones de las celdas en la misma, mientras que la intensidad de los haces difractados depende de los números atómicos de los átomos y de su relación geométrica con respecto a los puntos de la red cristalina. Un material cristalino puede ser identificado a partir de su patrón de difracción al comparar los picos y los ángulos de difracción con respecto a un patrón de referencia.

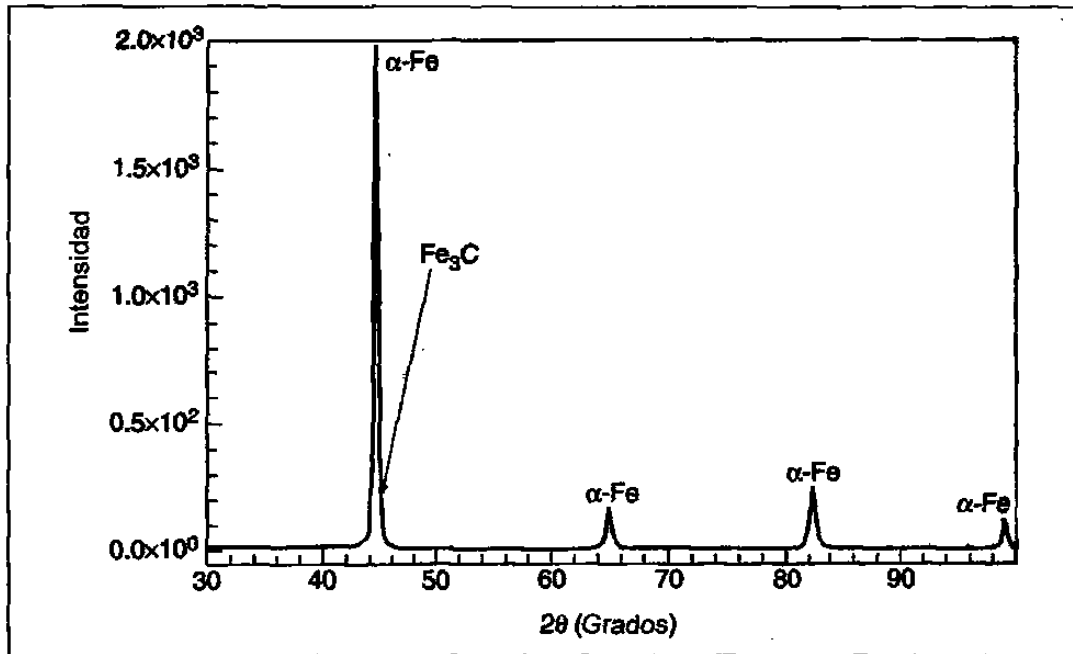


Figura 4.1 Espectro de difracción para un acero al 0.4%C (radiación $\text{CuK}\alpha$, 0.154 nm) [3].

4.3 Dispersión de Radiación en Cristales.

Una de las condiciones necesarias para que un material cristalino pueda dar lugar a un patrón de difracción es que la longitud de onda de la radiación sea menor que el espaciamiento interatómico en la red cristalina. En la práctica, los tipos de radiación que pueden ser útiles para obtener información de materiales cristalinos son los Rayos X, los electrones de alta energía y los neutrones. Cada una de estos tipos de radiación proporcionará información determinada en función de sus características, siendo la más utilizada la radiación de Rayos X en materiales cristalinos.

4.3.1 Las Ecuaciones de Laue y la Ley de Bragg.

Un haz de radiación de una longitud de onda λ , con dirección paralela, e incidiendo en un ángulo α_0 sobre un plano de átomos, será dispersado en un ángulo α y generará un espacio diferencial Δ entre el haz incidente y el haz dispersado, como se observa en la Figura 4.2:

$$\Delta = (y - x) = a(\cos\alpha - \cos\alpha_0), \quad (4.1)$$

donde a es el espaciamiento interatómico. Si los dos haces están en fase, se reforzarán y entonces

$$\Delta = h\lambda, \quad (4.2)$$

donde h es una entero.

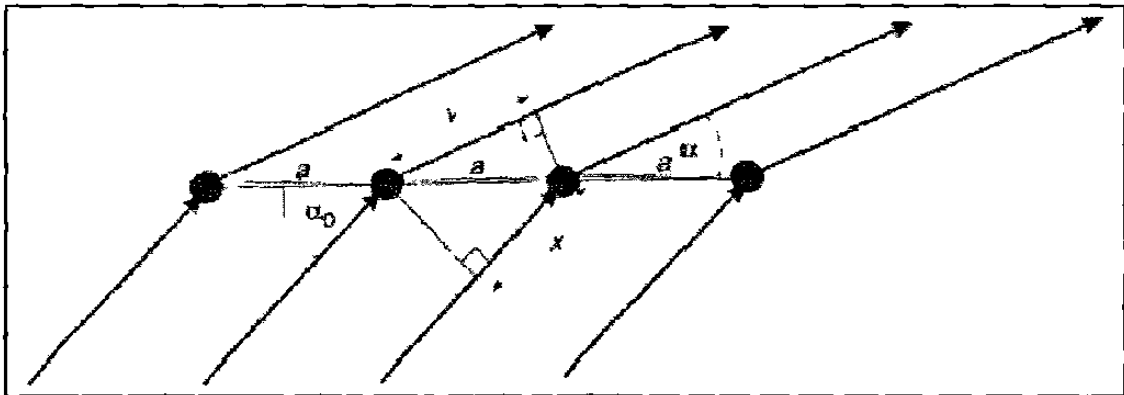


Figura 4.2 Esquema para un haz incidente que es difractado por los átomos de un plano cristalino. Cuando estos dos haces están en fase, se refuerzan [3].

Si se considera a un cristal como un arreglo tridimensional de átomos que presentan una celda característica con parámetros a , b , y c , al interactuar

con un haz de radiación en el que el haz dispersado está en fase, es posible escribir un juego de tres ecuaciones que describen la interacción de los haces:

$$\Delta = a(\cos\alpha - \cos\alpha_0) = h\lambda \quad (4.3a)$$

$$\Delta = b(\cos\beta - \cos\beta_0) = k\lambda \quad (4.3b)$$

$$\Delta = c(\cos\gamma - \cos\gamma_0) = l\lambda \quad (4.3c)$$

Este conjunto de ecuaciones se conoce como Ecuaciones de Laue y los cosenos de los ángulos α , β y γ , α_0 , β_0 y γ_0 definen las direcciones respectivas del haz incidente y de los haces difractados con respecto a la celda unidad de una estructura cristalina determinada. Los enteros hkl , siguen una notación similar a la adoptada en los índices de Miller.

Una ecuación que describe de una manera más completa la relación geométrica determinada por las intensidades de los picos del espectro difractado con un cristal, se conoce como la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d\text{sen}\theta \quad (4.4)$$

donde n es un entero, λ es la longitud de onda de la radiación, d es el espacio entre los planos del cristal (causante de la difracción particular del haz), y θ es el ángulo que el haz incidente hace con los planos de la red cristalina. Esto se esquematiza en la Figura 4.3. La ecuación de Bragg se basa en la suposición de que los planos de átomos responsables de la difracción se comportan como un espejo especular, de tal forma que el ángulo θ es igual al ángulo de reflexión. La extensión entre el haz incidente y el haz difractado de dos planos consecutivos es entonces $(x - y)$, y el ángulo de incidencia entre el haz incidente y el haz difractado es 2θ , por lo que de trigonometría $y = x \cos 2\theta$. Como $\cos 2\theta = 1 - 2\text{sen}^2\theta$ y $x \text{sen} \theta = d$, que es el espacio entre los planos de los átomos, $(x - y) = 2d\text{sen}\theta$. La distancia d entre los planos de la red, es una

función de los índices de Miller, de los parámetros de los planos y de la red del cristal.

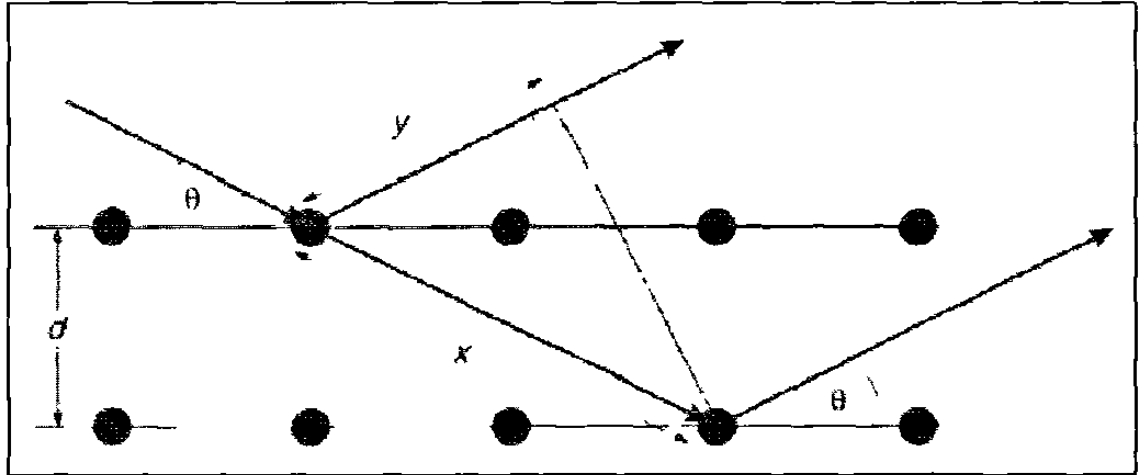


Figura 4.3 Esquema de un haz de radiación que es difractado por un cristal de acuerdo a la ley de Bragg [3].

En la ley de Bragg el entero n es el orden de reflexión. Una reflexión hkl de primer orden ($n = 1$), corresponde a la extensión de una única longitud de onda entre el haz incidente y el haz difractado en un sistema de planos (hkl), mientras que una reflexión de segundo orden corresponde a una extensión de dos veces la longitud de onda de la radiación involucrada.

En la ley de Bragg, la extensión de dos longitudes de onda para la reflexión de segundo orden d_{hkl} es equivalente a una extensión de una única longitud de onda que corresponde a la mitad del espaciamiento d_{hkl} , de aquellos planos que presenten índices de Miller ($2h\ 2k\ 2l$). Así, es común etiquetar el orden de reflexión a partir de planos que tengan un espaciamiento d_{hkl} / n , y que tengan índices de Miller ($nh\ nk\ nl$). Entonces la ecuación de la ley de Bragg se escribe como $\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$, donde el subíndice hkl se refiere a un orden de reflexión n del plano hkl . De esta forma, d_{110} , d_{220} y d_{440} son los planos de reflexión de primer, segundo y cuarto orden para un plano con índices $1\ 1\ 0$.

4.3.2 Reflexiones Permitidas y Prohibidas.

La estructura cúbica centrada en el cuerpo y la estructura cúbica centrada en las caras tienen planos cristalinos que propician que los haces incidente y difractado salgan de fase y se interfieran en ciertos órdenes de difracción.

Para una estructura cúbica de cuerpo centrado, los átomos que se localicen en los puntos de la red $1/2 \ 1/2 \ 1/2$, pueden dispersar un haz de radiación determinado para todos los órdenes de reflexión del plano $\{1 \ 1 \ 0\}$, pero causan la interferencia y destrucción del haz en el plano $\{1 \ 0 \ 0\}$ y todos sus órdenes de reflexión. En la Tabla 4.1 se hace un listado de los índices de Miller para los planos que permiten la reflexión de un haz incidente para obtener una reflexión en fase de las estructuras cúbica simple, cúbica centrada en el cuerpo y cúbica centrada en las caras.

Tabla 4.1 Reflexiones permitidas y prohibidas en cristales cúbicos.

Orden de Reflexión	Cúbica Primitiva	Cúbica Centrada en las Caras	Cúbica Centrada en el Cuerpo
1	100	---	---
2	110	---	110
3	111	111	---
4	200	200	200
5	210	---	---
6	211	---	211
7	---	---	---
8	220	220	220
9	221/300	---	---
10	310	---	310
11	311	311	---
12	222	222	222
13	320	---	---
14	321	---	321
15	---	---	---
16	400	400	400

Aquellas reflexiones que causan que el haz incidente y el haz reflejado se aniquilen (que no estén en fase), se denominan reflexiones prohibidas. Para las estructuras cúbicas la Ley de Bragg se escribe como

$$\sqrt{(h^2+k^2+l^2)} = 2 a \text{ sen } \theta/\lambda. \quad (4.5)$$

4.3.3 El Difractor de Rayos X.

Un equipo de difracción de Rayos X está formado por una fuente de Rayos X, un generador de Rayos X, dispositivo de difracción, y un sistema para el análisis de la información capturada. El dispositivo de difracción controla la alineación del haz, así como la posición y orientación del espécimen y del detector de Rayos X.

Los Rayos X son generados al acelerar un haz de electrones contra un cátodo de un metal puro que está dentro de un recipiente al vacío. La interacción del haz de electrones con el metal puro, promueve que electrones de alta energía sean expulsados del último, creando espacios vacíos, con lo que los Rayos X se emiten al regresar los electrones a dichos espacios.

Si toda la energía de estos electrones, que se mide en eV, se convirtiera en energía de Rayos X o cuantos, la frecuencia ν , puede relacionarse como $eV = h\nu$, donde h es la constante de Planck. Los Rayos X tienen una longitud de onda λ que es proporcional al recíproco de su frecuencia, por lo que $\lambda = C / \nu$, donde C es la velocidad de la luz en el medio en el que los Rayos X se propaguen. Estas relaciones llevan a una dependencia inversa del mínimo de longitud de onda sobre el voltaje de aceleración en tubo de Rayos X, que es dada en vacío como $\lambda_{\min} = 1.243/V$, donde λ está dada en nanómetros y V en kilovolts. Arriba de esta longitud de onda mínima existe una gama de longitudes de onda para los Rayos X que son generadas por el haz de electrones incidente. La intensidad de los Rayos X se incrementa en función de

la energía de los electrones del haz incidente, de su corriente y del número atómico del cátodo metálico. Esta gama de radiaciones formada por fotones y longitudes de onda en los Rayos X se denomina radiación blanca. Esto se esquematiza en la Figura 4.4.

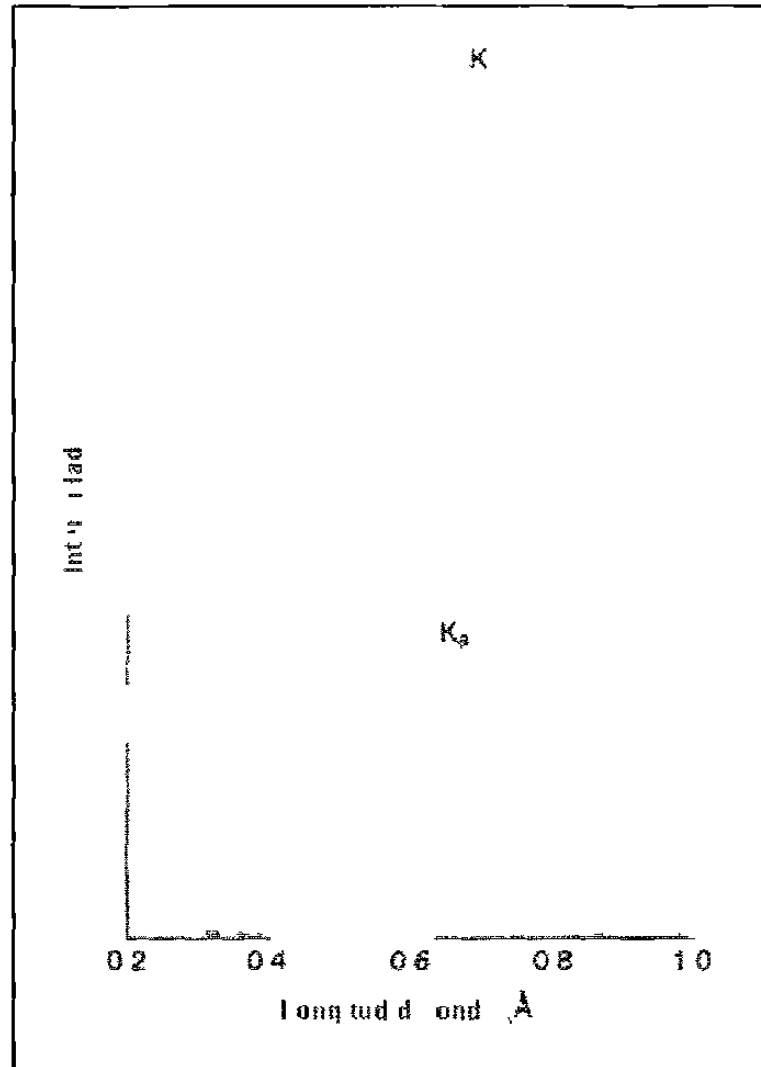


Figura 4.4 Un haz de electrones de alta energía al golpear un sólido genera un espectro continuo de radiación blanca. Los picos corresponden a intensidades de difracción característicos del sólido (radiación de $\text{CuK}\alpha$, 0.154 nm) [3].

Al construir una gráfica del espectro continuo de la radiación blanca, es posible observar unos picos bien definidos, los cuales corresponden a la radiación característica. Los picos de la radiación característica son una indicación de la energía que se libera cuando uno de electrones de los niveles de energía baja es golpeado y crea un vacío en la nube de electrones debido a la colisión. Este vacío es llenado con un electrón de un nivel de energía mayor del mismo átomo. Para que esto pueda ocurrir, el electrón del nivel de mayor energía debe perder una cierta cantidad de ésta, la cual puede ser en forma de un fotón de Rayos X con una longitud de onda determinada.

Por lo tanto, para lograr la generación de Rayos X a partir de un metal puro es necesario bombardearlo con un haz de electrones cuya energía sea la suficiente para provocar la salida de los electrones de baja energía. Para alcanzar esto, el haz de electrones incidente debe tener una energía de excitación mínima, en función del elemento químico que es bombardeado.

En los experimentos de Difracción de Rayos X es común el uso de un dispositivo llamado monocromador, el cual es una hoja de un material que filtra las longitudes de onda que no son útiles. Otro tipo de monocromadores son cristales que pueden difractar el haz de Rayos X a una longitud de onda determinada antes de que éste interactúe con el espécimen. Un esquema de estos dispositivos se observa en la Figura 4.5.

La construcción de un difractograma para un metal determinado se realiza cuando un espécimen se rota con respecto a una fuente de Rayos X. Para ello, el espécimen se coloca sobre un goniómetro, el cual es un dispositivo que permite un movimiento de rotación del espécimen sobre varios ejes. Cuando el haz de Rayos X comienza a interactuar con el espécimen, el detector captura la información y mediante una computadora es posible procesarla. Es importante destacar que el difractor debe estar calibrado y alineado para obtener mediciones confiables.

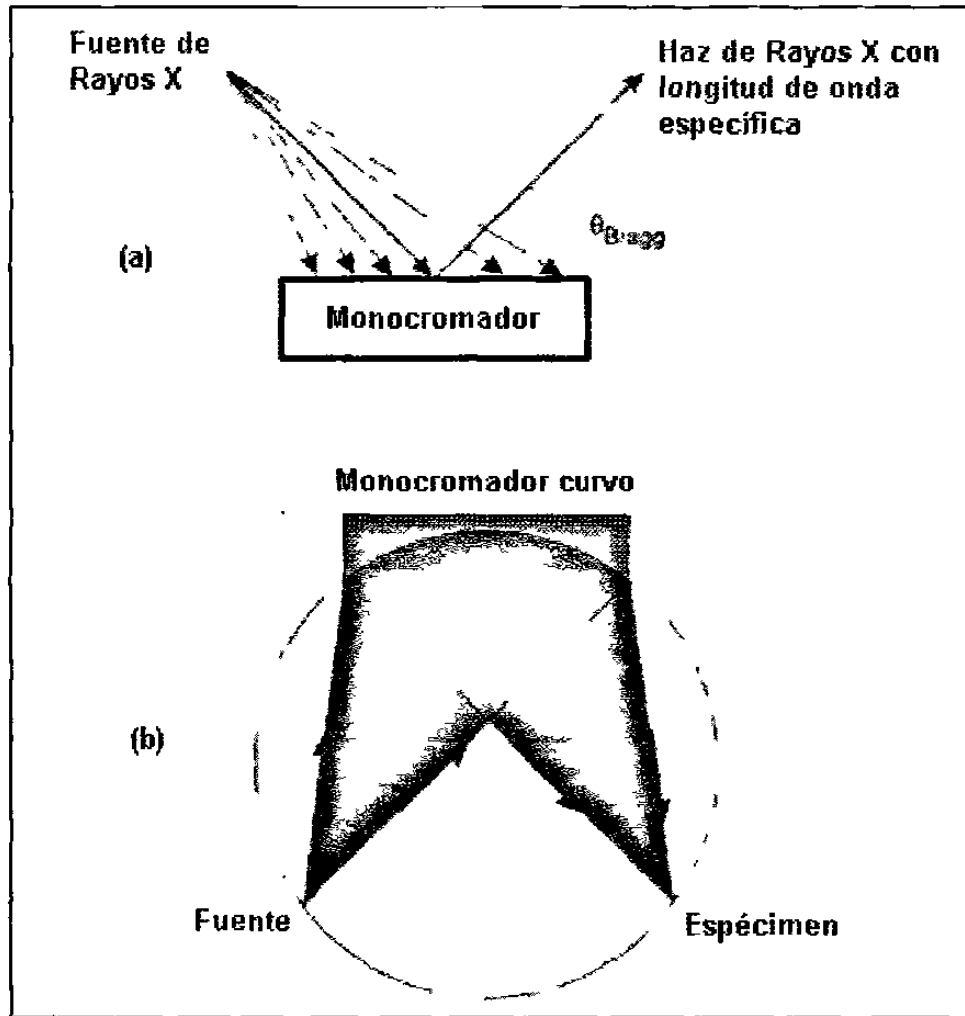


Figura 4.5 Esquemas de monocromadores: a) cristal monocromador que filtra un haz con una longitud de onda específica; b) monocromador curvo que enfoca y maximiza un haz de Rayos X sobre el detector [3].

4.4 Técnicas para Detección y Medición de Austenita Retenida.

Existen diferentes técnicas y métodos para lograr la detección y la cuantificación de las zonas de austenita retenida en un acero determinado. La observación y cuantificación mediante microscopía óptica o metalografía puede ser satisfactoria, siempre y cuando la presencia de austenita retenida sea alta.

Sin embargo, ésta tiende a ser menos adecuada cuando el contenido de austenita retenida es menor a un 15%, esto debido a problemas relacionados con las técnicas metalográficas utilizadas para revelar la microestructura y con problemas de resolución de los microscopios ópticos que comúnmente se utilizan [4].

Uno de los métodos para la detección de austenita retenida en aleaciones ferrosas es el uso de difracción de Rayos X. Esencialmente esta técnica puede describirse como un medio absoluto e independiente de cualquier calibración externa, que puede ser utilizada para la medición de contenidos de austenita retenida tan bajos como 5% con una precisión adecuada.

Algunas ventajas de este método son que puede considerarse como no destructivo; utilizando programas de computación adecuados, la determinación de austenita retenida es simple; el uso de equipos automáticos permite realizar mediciones repetitivas en periodos de tiempo reducidos (incluso inferiores a los 30 minutos) para cada determinación. El margen de error depende del equipo utilizado, y puede estar comprendido en un intervalos de 0.5 a 5%.

Otras técnicas utilizadas para la detección de austenita retenida en aleaciones ferrosas incluyen: resistividad eléctrica, permeabilidad magnética, dilatometría y análisis térmico. Estas técnicas pueden complementarse con observaciones metalográficas para obtener resultados satisfactorios, pero generalmente son técnicas más complicadas, a excepción de las técnicas dilatómetricas que gozan de mayor aceptación que los otros 3 métodos.

4.4.1 Consideraciones Teóricas.

Cuando una sustancia o material cristalino es irradiado con Rayos X, se produce un patrón de difracción característico, el cual es determinado por la

estructura de las fases cristalinas que estén presentes en dicha sustancia [4]. Esto es aplicable a una aleación ferrosa cuya microestructura esté conformada por distintas fases como austenita, martensita, ferrita, etc. Es posible lograr la cuantificación de las fracciones volumétricas de las fases presentes en una aleación ferrosa a partir de la difracción de Rayos X, debido a que la intensidad de los Rayos X difractados es proporcional a la fracción volumétrica de estas fases en la microestructura bajo evaluación.

Si una fase determinada está formada por cristales orientados al azar que presenten un espesor lo suficientemente amplio para que un haz de Rayos X sea difractado desde un plano cristalino específico (hkl) dentro de la fase, la intensidad del haz de Rayos X difractado será proporcional a la fracción volumétrica de esta fase. Así, al integrar y analizar las mediciones de las intensidades difractadas de un haz de Rayos X que se dirige contra la superficie de un espécimen y que contiene distintas fases cristalinas, es posible determinar la fracción volumétrica de cada una de ellas con una precisión aceptable.

Por otro lado, si el espécimen presenta una orientación preferencial o textura, la medición de las intensidades difractadas debe hacerse al menos en cuatro líneas de las fases para obtener un promedio que indique su fracción volumétrica en el espécimen. La integración de la intensidad de un haz que ha sido difractado por un cristal de austenita con índices (hkl) puede expresarse como:

$$I_{\alpha}^{hkl} = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 c^4} \right) \left(\frac{\lambda^3 A}{32\pi r} \right) \frac{1}{v^2} [FF] pLP e^{-2M} A(\theta) (V_{\alpha}) \quad (4.6)$$

donde

- I_{α}^{hkl} es la intensidad del haz difractado (hkl) por unidad de longitud en la fase α ,
- I_0 es la intensidad del haz incidente,
- e, m carga y masa del electrón,
- r radio del difractómetro,
- C velocidad de la luz,
- λ longitud de onda de la radiación incidente,
- A área de la sección transversal del haz,
- v volumen de la celda unidad. $1/v^2$ indica el número de celdas en el espécimen,
- $|FF|$ Número de veces que el *factor de la estructura* es conjugado,
- p factor multiplicador para la reflexión (hkl),
- LP factor de polarización de Lorentz, el cual es igual a $(1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta)$ cuando un análisis de difracción convencional es efectuado, pero cambia a $(1 + \cos^2 2\alpha \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta) (1 + \cos^2 2\alpha)$ cuando se utiliza un monocromador; 2α es el ángulo de difracción para el cristal monocromador,
- e^{-2M} es el factor de temperatura (factor Debye-Waller),
- $A(\theta)$ es el factor de absorción. Es una función de θ y se interpreta como $\frac{1}{2} \mu$, donde μ es el coeficiente de absorción lineal del material para la radiación específica de Rayos X,
- θ es el ángulo de difracción,
- V_{α} es la fracción volumétrica de la fase α .

La Ecuación 4.6 puede ser simplificada como:

$$I_{\alpha}^{hkl} = \frac{KR_{\alpha}^{hkl}V_{\alpha}}{2\mu} \quad (4.7)$$

donde

$$K = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 c^4} \right) \left(\frac{\lambda^3 A}{32\pi r} \right) \quad (4.8)$$

$$R_{\Delta}^{hkl} = \frac{1}{v^2} \left[FF p(LP) e^{-2M} \right] \quad (4.9)$$

K es ahora un coeficiente que depende de la selección de la geometría del instrumento y de la radiación (o longitud de onda), pero independiente de la naturaleza del espécimen. R es un factor que depende de los valores hkl, θ y de la estructura del cristal o fase a ser analizado. El valor R^{hkl} , es una variación de dicho factor, que es específico del material que se analiza, proporcional a la intensidad difractada de una reflexión sobre un plano hkl, cuando dicho material presenta un 100% de una fase determinada que no presenta una orientación preferencial de sus granos.

En el caso de que un acero presente dos fases, la Ecuación 4.7 puede escribirse como

$$I_{\alpha}^{hkl} = \frac{KR_{\alpha}^{hkl} V_{\alpha}}{2\mu_m} \quad (4.10)$$

donde μ_m es el coeficiente de absorción lineal para la mezcla de fases. Ecuaciones similares se aplican cuando se desea detectar diferentes mezclas de fases. Es posible deducir una ecuación que relacione los planos hkl de dos fases:

$$\frac{I_f^{hkl}}{I_{\gamma}^{hkl}} = \frac{R_f^{hkl} V_f}{R_{\gamma}^{hkl} V_{\gamma}} \quad (4.11)$$

o también por las fracciones volumétricas

$$\frac{V_\gamma}{V_f} = \frac{I_\gamma^{hkl} R_f^{hkl}}{I_f^{hkl} R_\gamma^{hkl}} \quad (4.12)$$

Si la ferrita y la austenita son las únicas fases en una aleación ferrosa, la suma de estas dos fases forman el 100% de la microestructura. Por lo tanto:

$$V_A + V_F = 1 = 100\% \quad (4.13)$$

En caso de que se encuentre una tercer fase en la microestructura, por ejemplo carburos, la Ecuación 4.13 cambia a:

$$V_A + V_F + V_C = 1 = 100\% \quad (4.14)$$

Al sustituir la Ecuación 4.11 en la Ecuación 4.14, es posible obtener una ecuación que puede ayudar a calcular la cantidad de austenita retenida en un acero cuya microestructura está orientada al azar:

$$V_A = \frac{I_A^{hkl} / R_A^{hkl}}{I_A^{hkl} / R_A^{hkl} + I_f^{hkl} / R_f^{hkl} + I_C / R_C} \quad (4.15)$$

donde I_C / R_C es la razón de corrección de la intensidad del pico de correspondiente al carburo. La Ecuación 4.15 es válida para la detección de austenita retenida en aceros cuya microestructura está orientada al azar.

En caso de que el espécimen analizado presente orientación preferencial, ésta puede calcularse comparando la relación de dos picos de austenita retenida (I_{A1} / I_{A2}) con sus factores R_{A1} / R_{A2} , lo cual define la razón teórica de intensidad para dos picos de austenita cuando se presenta

orientación al azar. Cuando la razón I_{A1} / I_{A2} difiere en un intervalo de 20 a 200% con respecto a la razón R_{A1} / R_{A2} , la Ecuación 4.15 cambia a:

$$V_A = \frac{(I_{A1} + I_{A2})}{(I_{A1} + I_{A2}) + R_T I_f} = \frac{1}{1 + R_T \left(\frac{I_f^{hkl}}{I_{A1}^{hkl} + I_{A2}^{hkl}} \right)} \quad (4.16)$$

donde

- I_{A1} e I_{A2} son las intensidades de dos picos de austenita,
- I_f es la intensidad de un pico de ferrita,
- R_T es la razón $(R_{A1} + R_{A2}) / R_f$.

Estas ecuaciones se contemplan bajo condiciones ideales, en las que el mayor número de líneas hkl son consideradas. En la práctica, la precisión de las mediciones efectuadas depende del número de reflexiones que son posibles en función de la fuente de radiación.

4.4.2 Cálculo de los Factores Relativos de Intensidad R.

Los factores relativos de Intensidad R son función del ángulo de incidencia θ y de las constantes hkl de la sustancia y pueden ser calculados teóricamente con ecuaciones semejantes a la ecuación 4.6. Los factores de esta ecuación se obtienen de acuerdo a lo siguiente:

- 1) El ángulo θ , que es el ángulo de Bragg para cada reflexión de las fases presentes en la microestructura, depende de λ , que tiene una longitud de onda definida de acuerdo al tipo de radiación seleccionada.

- 2) Cada valor de θ puede utilizarse para calcular el factor de polarización de Lorentz (LP), el factor de temperatura (e^{-2M}) y los factores de dispersión $|f|$, el cual sirve para calcular el factor de la estructura $|FF|$:

$$|FF| = [E (|f| - \Delta f)]^2 \quad (4.17)$$

donde $|f|$ es el factor de dispersión atómico para hierro, manganeso y cualquier otro elemento de aleación en el acero.

Δf es un factor de corrección.

E es el número de átomos por celda unidad.

- 3) El volumen de la celda unidad (v) se calcula a partir de los parámetros de red. Para la austenita estos valores pueden variar en función del contenido de carbono, lo cual se puede observar en la Tabla 4.2.
- 4) El factor de multiplicación p de la Ecuación 4.9 es una función del número de reflexiones permitidas para los planos hkl de cada fase.

Tabla 4.2 Cambio en los parámetros de red en la martensita y la red de austenita en función del contenido de carbono.

Fase	Estructura Cristalina	Cambio de parámetros de red debidos al contenido de Carbono
Martensita (templada, no revenida)	BCT	$a = 2.867 - 0.013\%C$ $c = 2.867 + 0.116\%C$
Martensita revenida (0.20 %)	BCC	$a = 2.872$
Austenita (templada o no)	FCC	$a = 3.555 + 0.044\%C$

4.5 Caracterización de Austenita Retenida en Aceros TRIP.

Una aplicación más específica de la difracción de los Rayos X en la caracterización de las aleaciones ferrosas, ha sido la determinación de austenita retenida en aceros que han sido sujetos a tratamientos térmicos TRIP y a procesos de deformación plástica. De esta manera es posible determinar la cantidad de austenita retenida generada durante el tratamiento térmico TRIP y la cantidad de ésta que haya sido transformada a martensita después de un proceso de deformación plástica.

Existen distintos métodos que se basan en variaciones de la Ecuación 4.16 en los que se utilizan los órdenes de reflexión para la ferrita de (200) y (211), y para la austenita (220) y (311), (ver Tabla 4.2). Estos métodos son propuestos por diferentes autores en base a procedimientos experimentales que permiten proponer ecuaciones como las que a continuación se listan.

Ecuación propuesta por la Norma ASTM E975-84 [5]:

$$V_A = \frac{\frac{I_A^{220}}{R_A^{220}} + \frac{I_A^{311}}{R_A^{311}}}{\frac{I_f^{200}}{R_f^{200}} + \frac{I_f^{211}}{R_f^{211}} + \frac{I_A^{220}}{R_A^{220}} + \frac{I_A^{311}}{R_A^{311}}} \quad (4.18)$$

Ecuación propuesta por Deshayes [6]:

$$V_A = \frac{\frac{I_A^{220} + I_A^{311}}{R_A^{220} + R_A^{311}}}{\frac{I_f^{200} + I_f^{211}}{R_f^{200} + R_f^{211}} + \frac{I_A^{220} + I_A^{311}}{R_A^{220} + R_A^{311}}} \quad (4.19)$$

Ecuación propuesta por Cullity [7]:

$$V_A = \frac{\frac{I_A^{220}}{1.42I_f^{200} + I_A^{220}} + \frac{I_A^{220}}{0.71I_A^{211} + I_A^{220}} + \frac{I_A^{311}}{1.62I_f^{200} + I_A^{311}} + \frac{I_A^{311}}{0.81I_f^{211} + I_A^{311}}}{4} \quad (4.20)$$

Utilizando alguna de las ecuaciones arriba descritas y por medio del cómputo de patrones de difracción como el indicado en la Figura 4.6, es posible cuantificar la cantidad de austenita retenida en un acero sujeto a un tratamiento térmico TRIP.

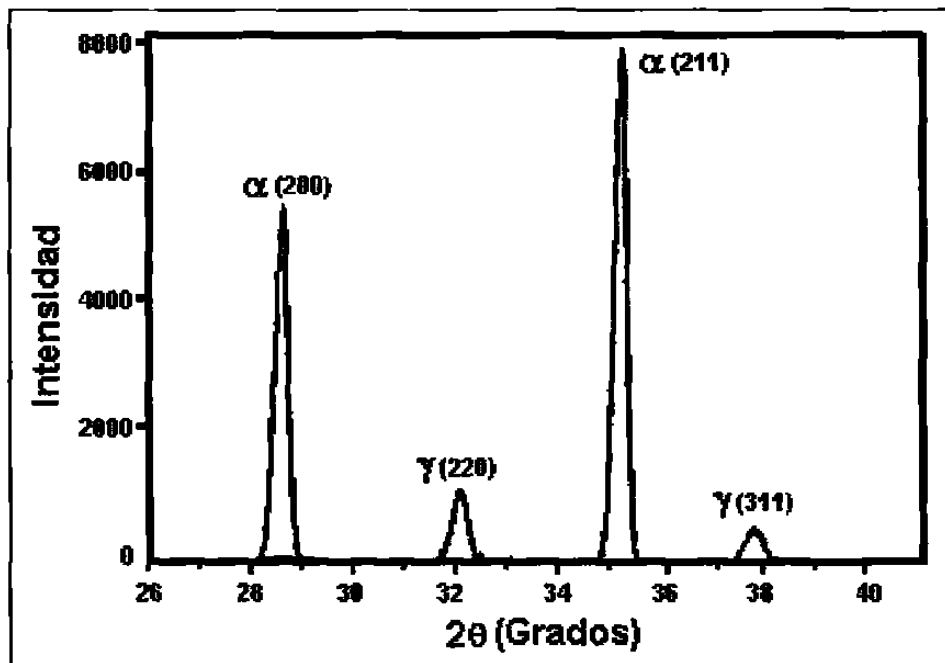


Figura 4.6 Patrón de difracción para un acero TRIP. Las intensidades de los picos indicados son utilizados para determinar la cantidad de austenita retenida presente en la microestructura (ánodo de Mo) [8].

Sin embargo, es necesario considerar que estos métodos no toman en cuenta que un acero sujeto a un tratamiento térmico TRIP puede presentar

cantidades considerables de carbono en la austenita retenida [8]. Esto da por resultado que tengan que hacerse modificaciones a los valores R^{hk} en base al contenido de carbono presente en la austenita retenida.

La presencia de carburos no disueltos debe considerarse también. Sin embargo, durante un tratamiento térmico TRIP, la etapa intercrítica debe ser lo suficientemente prolongada para descomponer en austenita las colonias de perlita y, la etapa intercrítica no debe ser demasiado prolongada, ya que esto promueve la sobresaturación de carbono en la austenita, que da por resultado la formación de zonas perlíticas.

4.6 Referencias Bibliográficas.

- [1] S. H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, p. 101, McGraw Hill, 2da. Edición, 1986, México.
- [2] A. G. Guy, *Fundamentos de Ciencia de Materiales*, pp. 41-42, McGraw Hill, 1980, México.
- [3] D. Brandon y W. D. Kaplan, *Microstructural Characterization of Materials*, pp. 59-97, John Wiley and Sons Ltd., 1999, Inglaterra.
- [4] C. F. Jatzack, J. A. Larson y S. W. Shin, *Retained Austenite and Its Measurements by X-Ray Diffraction (SP-453)*, Society of Automotive Engineers, 1980, E.U.A.
- [5] ASTM International, "X-ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation", ASTM Standard, E975-84, 1984, E.U.A.
- [6] P. Deshayes, "Effect on the Microstructure of a 0.1%C Steel under Rapid Cooling", tesis doctoral, Universidad de Ciencia y Tecnología de Lille, 1995, Francia.
- [7] B. D. Cullity, *Elements of X Ray Diffraction*, 2a Edición, Adisson-Wesley, 1978, Nueva York.

- [8] M.De Meyer, d. Vanderschueren, Kde Blauwe y B.C.De Cooman, "*The Characterisation of Retained Austenite in TRIP Steels by X Ray Diffraction*", 41st MWSP Conference Proceedings, ISS, V XXXVII, 1999, E.U.A.

CAPÍTULO 5

EXPERIMENTACIÓN

5.1 Introducción.

Los experimentos realizados en este trabajo están orientados a conocer los posibles efectos de aplicar un tratamiento térmico TRIP en una aleación con bajo contenido de carbono y aleada al manganeso y silicio. Para ello, se realizó una caracterización de dicha aleación, a fin de conocer sus propiedades más importantes. La experimentación llevada a cabo puede servir como un protocolo para evaluar otro tipo de aleaciones en las que se desee conocer su comportamiento bajo condiciones que permitan obtener propiedades TRIP.

5.2. Aleación Seleccionada.

La aleación seleccionada corresponde a un lote de aceros fabricados por la acería experimental de la División Tecnología de la empresa HyLSA, S.A. de C.V., material que ha sido utilizado en investigaciones previas [1-5]. Dicho acero presenta la composición química que se muestra en la Tabla 5.1.

Tabla 5.1: Composición química para acero involucrado (% en peso).

C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0.10	1.67	0.78	0.004	0.010	0.056	0.002	0.010	0.002

El acero fue producido utilizando un horno de inducción sin núcleo de 500 Kg de capacidad, cuyo revestimiento refractario fue 99% de MgO. La carga metálica consistió en recorte de lámina de acero y se utilizaron los siguientes aleantes: ferromanganeso (72% Mn-7% C y 80% Mn-1.5% C), ferrosilicio (73% Si) y grafito (97%C) para ajuste de la aleación [4].

El metal fue vaciado en moldes fabricados con material refractario, obteniendo piezas sólidas de 100 mm de diámetro por 800 mm de longitud. Posteriormente se procedió a realizar un tratamiento térmico de normalizado y se efectuó el laminado de las piezas en un molino de barras tipo campo traviesa mediante 14 pases. El producto final fueron barras de acero laminado en caliente con un diámetro final de 21 mm [4]. La microestructura base consiste en una matriz ferrítica y zonas de perlita laminar fina. Una imagen de ella se observa en la Figura 5.1.

Al momento de realizar la caracterización metalográfica, se observó una amplia cantidad de impurezas e inclusiones no metálicas debidas al proceso de fusión (ver Figura 5.2). Dichas inclusiones fueron caracterizadas de manera semi-cuantitativa mediante microscopía electrónica de barrido utilizando un detector de Rayos X. Los resultados de estas mediciones fueron: 45% O₂, 10% Al, 11% Si, 33% Mn y 0.6% S.

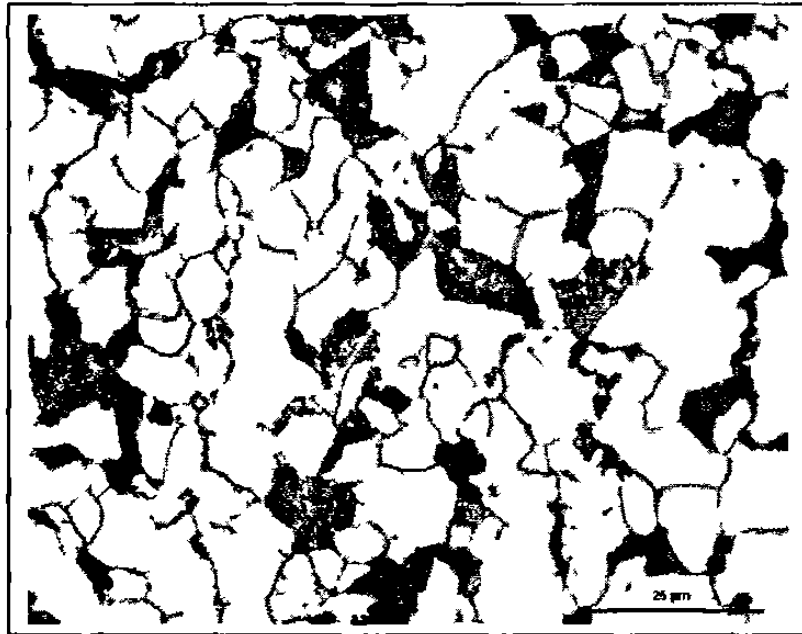


Figura 5.1 Fotomicrografía de la microestructura presente en la aleación evaluada. Se observa una matriz ferrítica con zonas perlíticas como segunda fase. Nital 2%.

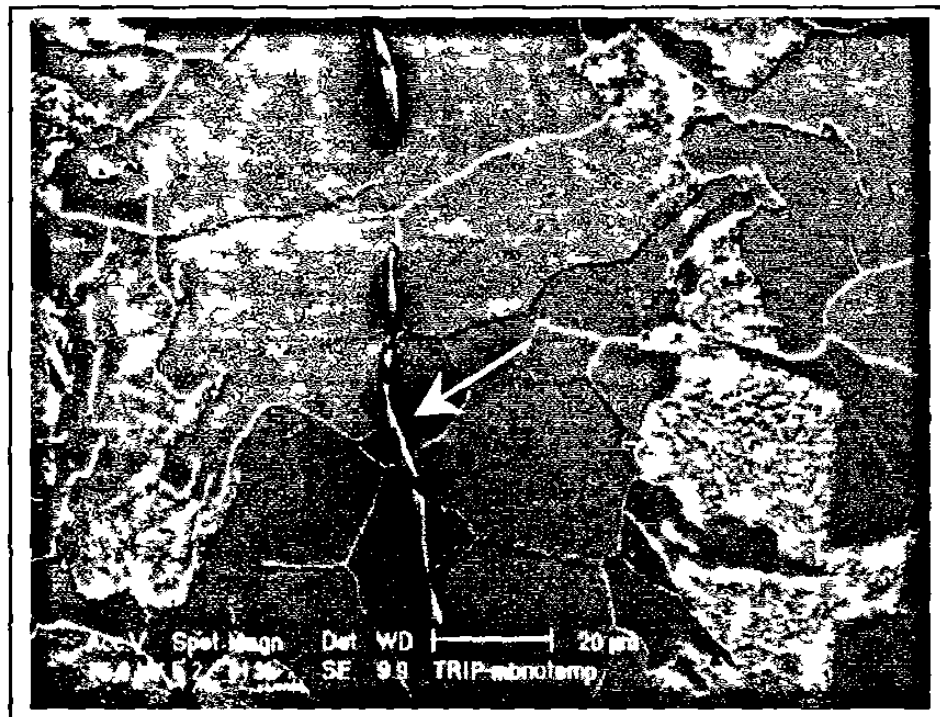


Figura 5.2 Inclusión no metálica típica observada en la microestructura del acero evaluado.

5.3 Dilatometría.

Se usaron las técnicas de dilatometría explicadas en el Capítulo 3 del presente trabajo, para caracterizar la aleación involucrada. Para ello, se utilizó un dilatómetro Theta Dilatronic III, el cual se observa en la Figura 5.3. Este equipo se localiza en las instalaciones del Laboratorio de Siderurgia de la Universidad de Gante, Bélgica. Los especímenes utilizados fueron piezas cilíndricas sólidas de 3 mm de diámetro y 5 mm de longitud.

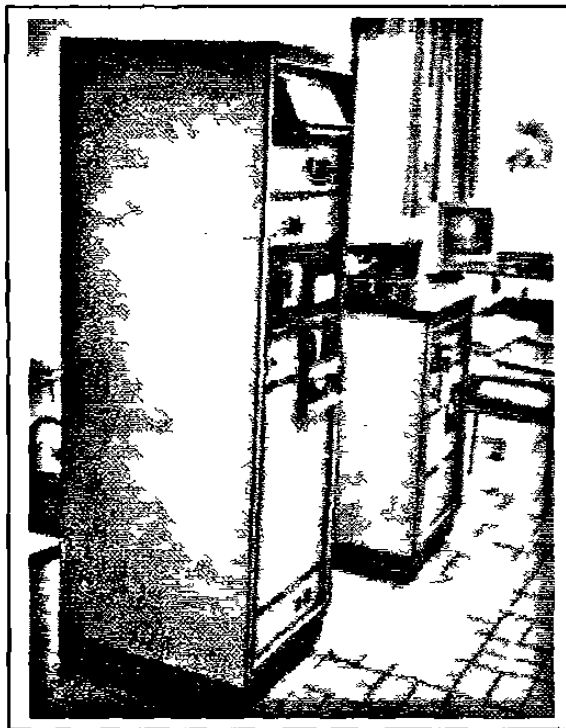


Figura 5.3 Dilatómetro Theta Dilatronic III.

Los primeros experimentos efectuados mediante esta técnica fueron para determinar las temperaturas críticas de transformación. Estas temperaturas se determinaron a partir del promedio de cinco experimentos realizados bajo las siguientes condiciones: austenitización a 1000 °C por 3 minutos y enfriamiento a una velocidad de 3 °C/s. La gráfica correspondiente a uno de estos experimentos se muestra en la Figura 5.4.

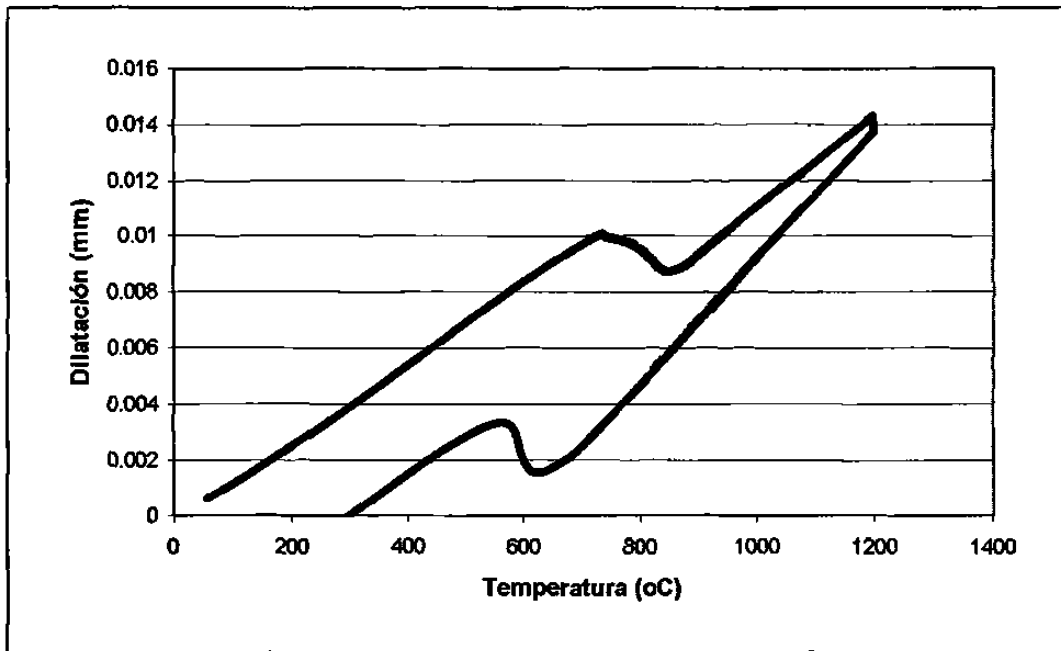


Figura 5.4 Curva dilatación/temperatura característica para el acero evaluado.

Otra parte de los experimentos, consistió a realizar un diagrama de enfriamiento continuo o CCT (*Continuous Cooling Transformation*), en el cual se ilustran los fenómenos de transformación en la aleación en función de la velocidad de enfriamiento.

El procedimiento consistió en utilizar distintos especímenes cilíndricos sólidos de 3 mm de diámetro y 5 mm de longitud. Cada uno de ellos fue austenitizado a 1000 °C durante 2 minutos y sometido a distintas velocidades de enfriamiento, que van desde los 20 hasta los 0.5 °C/s. Se realizaron

observaciones metalográficas de los especímenes utilizados en la construcción de dicho diagrama, para determinar la microestructura presente en función de la velocidad de enfriamiento y, de esta manera, complementar la información obtenida de las curvas de enfriamiento continuo. Para ello se siguió un procedimiento convencional de preparación metalográfica, teniendo como último paso un pulido con alúmina de 0.05 μm . El ataque químico para revelar la microestructura se efectuó con el agente químico LePera [6]. Detalles a este respecto se localizan en el Apéndice C de este trabajo.

Se utilizó un microdurómetro Shimadzu con una carga de 25 g y periodos de 10 s durante la aplicación de la carga para obtener la dureza de las diversas muestras usadas para determinar el diagrama CCT.

Toda la información reunida permitió realizar un diseño del tratamiento térmico TRIP al cual, la aleación involucrada fue sometida bajo diferentes condiciones, como a continuación se describe.

5.4 Temperatura para Etapa Intercrítica.

Se seleccionaron temperaturas para la Etapa Intercrítica de 760 y 780 °C para conocer la evolución de la formación de austenita. Estas temperaturas están dentro de la zona de transformación intercrítica A_{c1} y A_{c3} . De acuerdo a la evaluación de las curvas proporcionadas por las técnicas dilatométricas, la fracción de austenita transformada es de 7% a 760 °C y de 14% a 780 °C. Los tratamientos térmicos de austenitizado se llevaron a cabo en un horno tipo caja, calentado por resistencia eléctrica. Se utilizaron especímenes con dimensiones de 21 mm de diámetro y 7 mm de espesor. Todos los especímenes fueron cortados de las barras de acero proporcionadas.

Para monitorear la temperatura, se perforaron orificios de 3.175 mm en los especímenes y se introdujeron termopares tipo K. Alcanzada la temperatura de 760 ó 780 °C, cada uno de los especímenes tuvo un tiempo de permanencia determinado, después del cual, eran extraídos y enfriados súbitamente en agua con hielo, la cual tenía una temperatura aproximada de 0 °C. El objetivo de este procedimiento es conocer el cambio en el contenido de austenita en función del tiempo de exposición a la temperatura de austenitizado seleccionada.

Para ello, cada uno de los especímenes fue cortado transversalmente y se le realizó un procedimiento de preparación metalográfica. Se realizó un ataque químico utilizando una solución de ácido nítrico al 2.0% en alcohol etílico (Nital 2) en las superficies preparadas de los especímenes sujetos a 780 °C. Por otra parte, los especímenes sujetos a 760 °C fueron atacados con el agente LePera. Así, la fracción de fase transformada sirve como un indicativo que permite inferir cuál fue la cantidad de austenita presente al momento de efectuar el temple.

5.5 Tratamientos Térmicos TRIP.

Se establecieron diferentes condiciones de temperatura y tiempo de mantenimiento para las etapas, intercrítica e isotérmica, de los tratamientos térmicos TRIP. Los especímenes utilizados para estas pruebas fueron secciones redondas y sólidas cortadas de las barras de metal proporcionadas. Las dimensiones de estos especímenes fueron de 21 mm de diámetro por 7 mm de espesor. La información utilizada fue la obtenida mediante dilatometría en los experimentos de austenitización antes descritos.

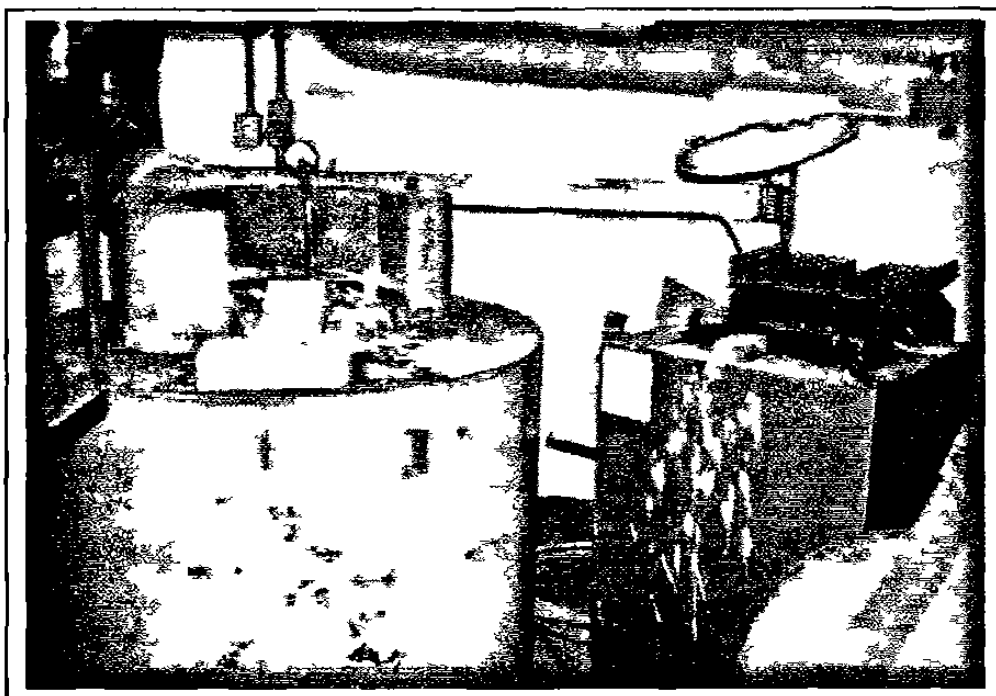


Figura 5.5 Hornos eléctricos de baños de sales fundidas utilizados para simular los tratamientos térmicos TRIP.

A los especímenes se les perforaron agujeros con un diámetro de 3.175 mm para introducir termopares tipo K y de esta manera monitorear la temperatura durante el tratamiento térmico. Se utilizaron dos hornos eléctricos de baños de sales fundidas (Figura 5.5) y la toma de datos de temperatura y tiempo se realizó utilizando un programa computacional llamado *Labtech* diseñado para tal efecto (Figura 5.6). Este equipo es parte de las instalaciones del Laboratorio para Fabricación de Siderurgia de la Universidad de Gante. En la Tabla 5.2 se presentan las condiciones a las que fueron realizados los tratamientos térmicos TRIP.

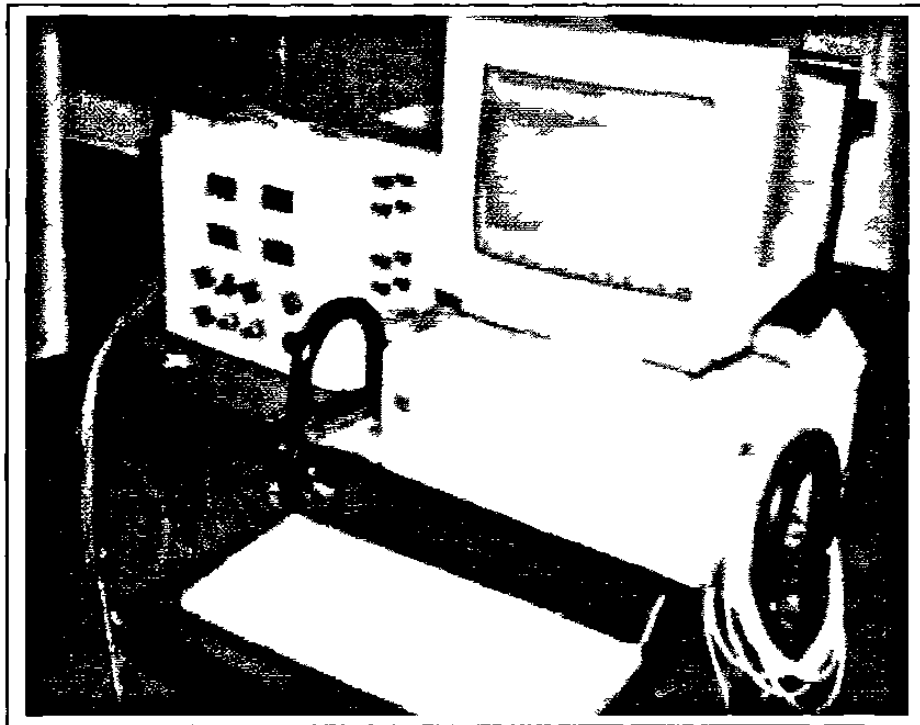


Figura 5.6 Equipo computacional utilizado para captura de datos temperatura – tiempo en los tratamientos térmicos efectuados.

Tabla 5.2 Condiciones de experimentación para los tratamientos térmicos TRIP efectuados.

	Condiciones Etapa Intercrítica	Condiciones Etapa Isotérmica
Serie 1	T1 760 °C t1 5 minutos	T2 410 °C t2 desde 10 segundos, hasta 5 minutos
Serie 2	T1 760 °C t1 10 minutos	T2 410 °C t2 desde 10 segundos, hasta 5 minutos
Serie 3	T1 780 °C t1 10 minutos	T2 410 °C t2 desde 10 segundos, hasta 5 minutos

Los tiempos seleccionados para someter los distintos especímenes a la etapa isotérmica fueron 5, 10 y 30 s y 1, 2 y 5 minutos, para así seguir el comportamiento de la microestructura durante el tratamiento térmico TRIP. En la Figura 5.7 se observa la evolución de un tratamiento térmico TRIP para uno de los especímenes de la experimentación. Bajo estas condiciones de experimentación las velocidades de calentamiento desde la temperatura ambiente hasta la temperatura intercrítica fueron de 3.0 °C/s aproximadamente, y las velocidades de enfriamiento desde la temperatura intercrítica hasta la temperatura isotérmica fueron de 3.25 °C/s. El enfriamiento final desde la temperatura isotérmica se realizó al aire.

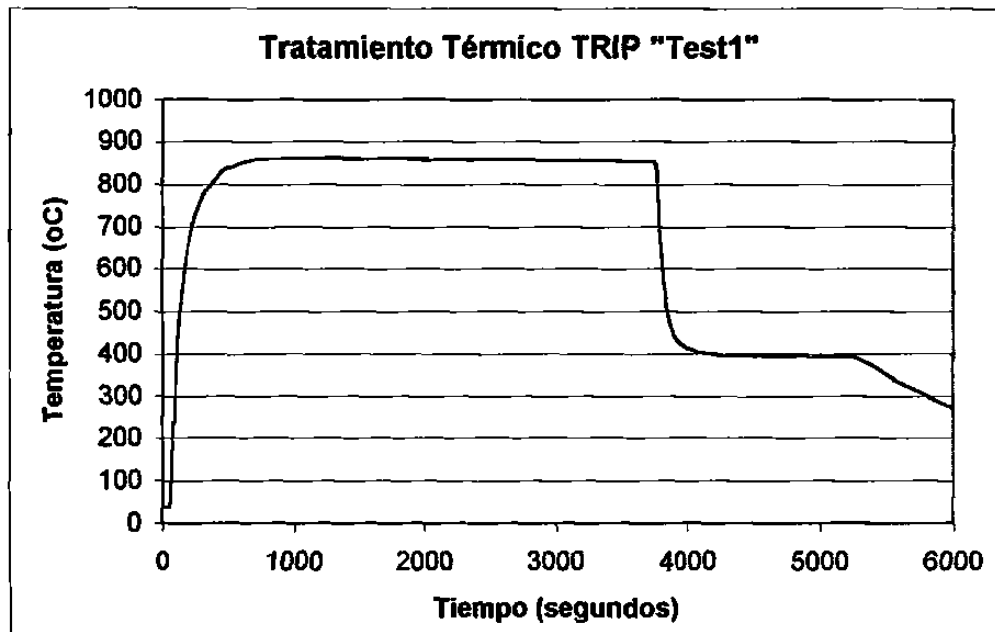


Figura 5.7 Datos Temperatura – Tiempo de monitoreo para un tratamiento térmico TRIP de un de los especímenes en los hornos de baños de sales fundidas.

5.6 Difracción de Rayos X.

Los especímenes que fueron sujetos a los tratamientos térmicos TRIP fueron cortados transversalmente por la mitad y preparados siguiendo un procedimiento metalográfico convencional, hasta llegar a un pulido final con alúmina de 0.05 μm , la superficie se atacó químicamente con Nital 2 antes de ser sometidos a la difracción de Rayos X.

5.6.1 Detección de austenita retenida.

La detección de austenita retenida se realizó con un difractómetro Philips Modelo PXRD-560 bajo las siguientes condiciones de operación:

- *Ánodo de molibdeno.*
- Radio de goniómetro: 300 mm.
- Sin monocromador.
- Tiempo medición entre paso: 1.2 s.
- Tamaño de paso: 0.010 mm.
- Voltaje: 30 kV.
- Amperaje: 50 A.
- Intervalo de medición: 27.5° - 39.5°.

Es importante señalar que esta técnica es efectiva cuando los contenidos de austenita retenida a detectarse son mayores al 5.0 %. Valores inferiores a éste caen dentro del intervalo de error del instrumento de medición.

5.6.2 Contenido de carbono en austenita retenida.

El parámetro de red de cualquier solución sólida es una función lineal de la concentración atómica del elemento disuelto en la solución sólida, por

ejemplo carbono en una red de austenita [16]. Esta relación es conocida como la ley de Vegard, la cual puede expresarse mediante la siguiente ecuación:

$$a_{ss} = a_0 + \alpha C \quad (5.1)$$

donde

a_{ss} es el parámetro de red de la solución sólida.

a_0 es el parámetro de red para el hierro puro (3.5780 Å)

α constante de 0.033 para la ley de Vegard.

C concentración atómica del elemento disuelto.

La concentración atómica del carbono en la austenita retenida puede calcularse de la medición de la difracción de Rayos X que se obtenga en el pico de medición del ángulo 2θ que corresponde al plano (2 2 0) utilizando la siguiente ecuación:

$$a_{ss} = \frac{\lambda \sqrt{(h)^2 + (k)^2 + (l)^2}}{2 \sin \theta} \quad (5.2)$$

donde

λ longitud de onda del ánodo, en este caso Mo, cuyo valor es 0.70926 Å.

h, k, l son los índices 2, 2 y 0 respectivamente

5.7 Caracterización por Microscopía Óptica.

En el campo de la metalurgia la metalografía es una herramienta indispensable para conocer el tipo de microestructura que una aleación metálica presenta. Al conocer esta microestructura, es posible inferir su efecto en las propiedades de la aleación a la que pertenece. La necesidad de utilizar

diferentes técnicas de ataque para la identificación de fases en aceros que han sido sujetos a tratamientos térmicos TRIP, deriva en el hecho de que los ataques químicos convencionales, como el Nital o el Picral, no permiten una identificación clara de las mismas, como se puede observar en la Figura 5.8.

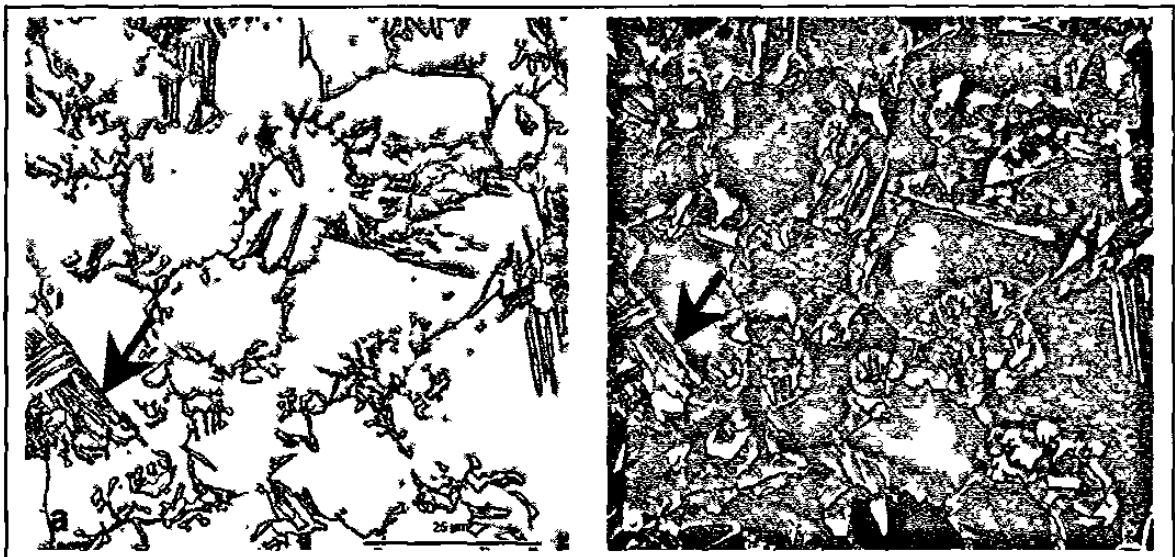


Figura 5.8 Diferenciación al utilizar distintas técnicas de ataque en una superficie de un acero sujeto a tratamiento térmico TRIP. La fotomicrografía (a) corresponde a la microestructura que se revela al utilizar Nital 2, en la cual no es posible distinguir las fases presentes. La fotomicrografía (b) corresponde a la misma área del espécimen al ser atacada con el agente LePera.

5.7.1 Procedimiento de preparación metalográfica.

El procedimiento de preparación metalográfica de los especímenes involucró: desbaste grueso con lijas grano 180 y 320; desbaste medio con lijas grano 600 y 1200; desbaste fino con lijas grano 2400 y 4000. Pulido medio con alúmina de 0.3 μm y pulido fino con polvo de diamante de 0.05 μm . Entre cada etapa, el espécimen era enjuagado con agua y secado para evitar la formación de productos de corrosión. Después se procedió al ataque químico correspondiente para revelar la microestructura.

5.7.2 Ataques químicos utilizados.

Se utilizaron distintas técnicas de ataque para revelar la microestructura presente en los especímenes, en la Tabla 5.3 se presenta un sumario de las mismas. Estas técnicas metalográficas han sido utilizadas en distintas investigaciones relacionadas con aceros Doble-Fase y aceros TRIP [6-12]. A pesar del uso de las técnicas presentadas en la Tabla 5.3, es posible que se presenten confusiones que pueden llevar a una interpretación errónea de la microestructura. En el Apéndice C de este documento, se encontrarán más detalles sobre las técnicas de ataque utilizadas.

Tabla 5.3 Técnicas metalográficas utilizadas para diferenciar diferentes fases en aceros Doble-Fase y aceros TRIP.

Ataque Químico	Resultado	Observaciones
4 grs. de ácido pícrico disueltos en 96 ml de alcohol etílico + 1 gr de metabisulfito de sodio disuelto en agua destilada.	Ferrita aparece en color cobrizo, bainita en color café oscuro, austenita retenida en color blanco y la martensita en color blanco opaco.	Agente LePera. Después del ataque, la superficie debe enjuagarse con alcohol etílico y secarse con aire caliente.
Ataque con Nital al 2.0%, seguido de ataque en mezcla hirviendo de 8 grs. de CrO ₃ + 40 grs. de NaOH disueltos en 72 ml de agua destilada	Ferrita primitiva aparece en color café, martensita aparece en color negro y ferrita "nueva" aparece en color blanco.	La solución de cromatos debe estar hirviendo a unos 115 °C; después del ataque, enjuagar con un ligero chorro de agua y secar.
Ataque con Nital al 2.0%, seguido con ataque en 10 grs. de metabisulfito de sodio disueltos en 100 ml de agua destilada.	Martensita aparece en color negro y ferrita en color gris.	Después del ataque, enjuagar con un ligero chorro de agua y secar.

Para corroborar los resultados obtenidos con las técnicas de ataque antes descritas, se realizó un tratamiento térmico de temple a una barra sólida de acero comercial AISI 1018, cuyas dimensiones fueron 12.5 mm de diámetro y 100 mm de longitud. Se usó un horno tipo caja de calentamiento por resistencias eléctricas, el tratamiento térmico consistió en elevar la temperatura del espécimen hasta los 750 °C, es decir en la zona intercrítica entre Ac1 y Ac3. Una vez alcanzada esta temperatura, el espécimen permaneció 180 minutos a esta temperatura y luego fue enfriado bruscamente en agua a temperatura ambiente. La aleación fue seleccionada para obtener una microestructura doble fase ferrita-martensita, la cual se puede observar en la Figura 5.9b. Al seguir el procedimiento de preparación metalográfica antes descrito, se realizaron observaciones metalográficas del acero SAE 1018 después del proceso de temple utilizando las técnicas de ataque LePera y de solución de cromatos en ebullición.

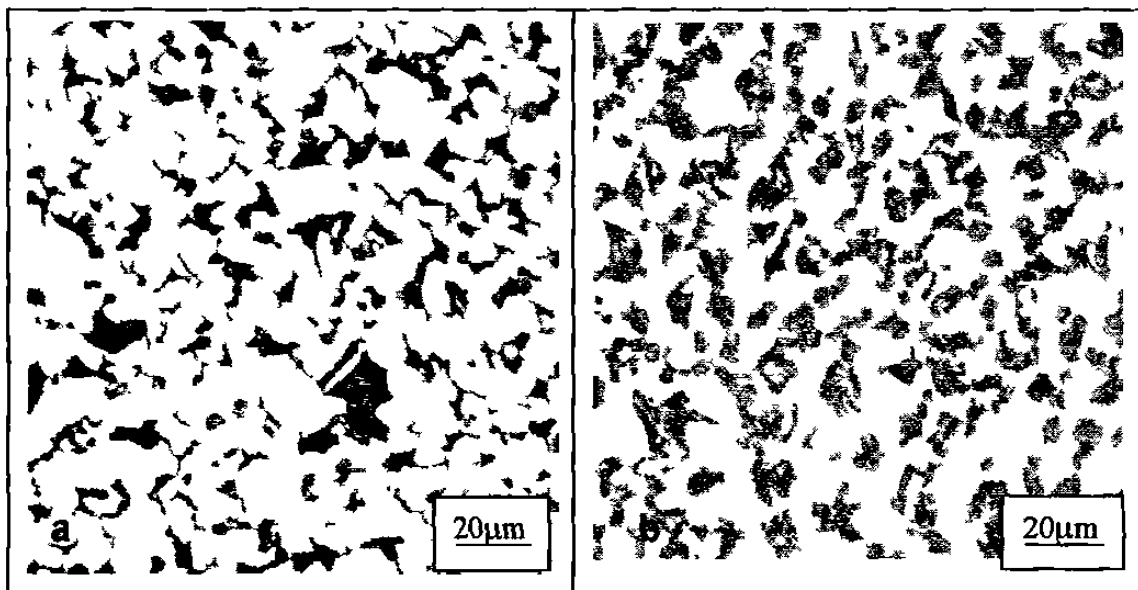


Figura 5.9 Microestructura de acero AISI 1018 antes y después de tratamiento térmico a 750 °C durante 180 minutos y enfriado bruscamente en agua a temperatura ambiente. a) Microestructura inicial formada por matriz ferrítica y zonas de perlita laminar fina. b) Microestructura después de tratamiento térmico, se observa matriz de ferrita no transformada y zonas de martensita en color oscuro. Ataque con Nital 2.

5.8 Caracterización Mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

5.8.1 Microscopía Electrónica de Barrido.

Para complementar la información obtenida mediante difracción de Rayos X y microscopía óptica, se realizaron observaciones de microscopía electrónica de barrido que permiten seguir de una manera más precisa los cambios microestructurales de la aleación cuando es sometida a los tratamientos térmicos TRIP.

Los especímenes fueron preparados siguiendo el procedimiento convencional para observación metalográfica descrito anteriormente, teniendo como último paso un pulido electrolítico que permitiera asegurar una rugosidad mínima, seguido de una taque con Nital 2 para incrementar el contraste en las fases de la microestructura. Estos mismos especímenes fueron utilizados para realizar la Microscopía de Imagen de Orientación.

5.8.2 Microscopía de Imagen de Orientación.

5.8.2.1 Generalidades.

La Microscopía de Imagen de Orientación (*OIM* por sus siglas en inglés, *Orientation Imaging Microscopy*), es una técnica que permite el análisis cristalográfico de la microestructura de los materiales y obtener así relaciones con propiedades específicas de los mismos.

Esta técnica requiere de la utilización de microscopio de electrónico de barrido (SEM) y de un equipo de recolección de datos [13]. La superficie de los especímenes a analizarse pueden prepararse siguiendo técnicas metalográficas

convencionales, sin embargo, es recomendable el pulido electrolítico que permite superficies con una rugosidad mínima.

El haz incide en la superficie de la muestra y provoca la salida de los electrones del material (electrones retrodispersados) que se difractan siguiendo la ley de Bragg. Estos electrones se proyectan sobre una pantalla fluorescente y se generan líneas de difracción que pueden ser identificadas por métodos computacionales.

Esta información permite obtener la orientación de los granos que forman la microestructura del espécimen observado. Esta orientación es presentada como un juego de tres ángulos de Euler. A fin de tener un parámetro que permita determinar la calidad de los resultados obtenidos, se recurre a un término determinado índice de confianza, que describe la precisión de la información de la orientación colectada punto por punto de los patrones de difracción. Esta información puede ser utilizada para generar una amplia cantidad de imágenes y mapas que permiten analizar la microestructura del espécimen.

Un material que presente una microestructura compuesta por diferentes fases puede ser analizado mediante la técnica OIM al determinar la orientación de los granos que presente una determinada fase. De esta manera, es posible diferenciar fases diferentes presentes en la microestructura.

5.8.2.2 Textura en cristales.

La textura de un material policristalino se define como la distribución de las orientaciones cristalográficas de los granos individuales [14]. Esta distribución de orientaciones puede determinar las propiedades mecánicas de ese material.

La técnica OIM se basa en la interpretación de los patrones de difracción Kikuchi, la cual permite obtener coordenadas espaciales y angulares de los átomos de los granos del material policristalino que es analizado, un ejemplo de ello es la Figura 5.10.

La textura de un grano en particular sigue direcciones cristalográficas específicas. En el caso de los aceros, la textura de los granos que forman su microestructura puede cambiar dependiendo del procesamiento al cual son sometidos. La textura de un acero en particular evoluciona desde que los granos de éste han solidificado y, puede ser modificada por medio de procesos de deformación plástica, procesos de recristalización o transformaciones de fase debidos a tratamientos térmicos efectuados al material.

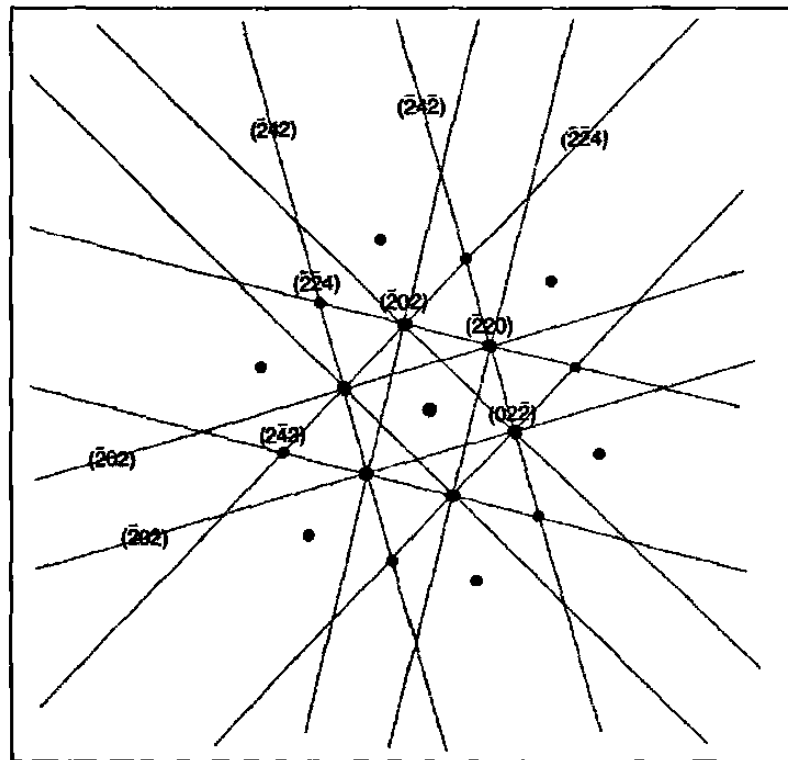


Figura 5.10 Patrón de difracción Kikuchi de un cristal de aluminio con orientación [111]. Tomado de referencia 15.

Los patrones de difracción Kikuchi son resultado de la interacción de los electrones de un haz de electrones que es dirigido contra un cristal. Cuando estos electrones son deflectados por el espécimen y dispersados elásticamente, forman patrones de líneas Kikuchi, los cuales son característicos al cristal sobre el cual es dirigido el haz de electrones primario [15].

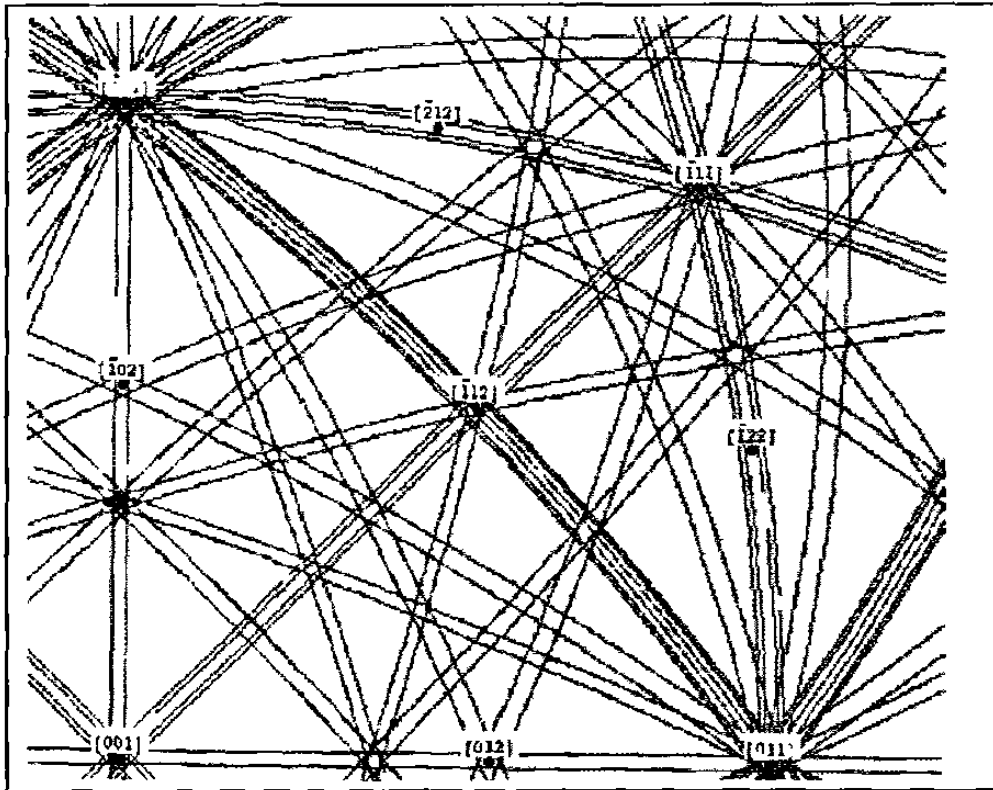


Figura 5.11 Mapa de Kikuchi para un cristal de silicio [15].

Cuando el patrón Kikuchi está simétricamente alineado con respecto al haz de electrones primario, éste entonces es paralelo a la simetría de la zona de del cristal con el que está interaccionando, por lo que la zona puede ser identificada de acuerdo al patrón que presente.

Si el espécimen es inclinado con respecto a dos ejes cuyo ángulo sea recto al plano del espécimen, es posible generar un mapa de Kikuchi (ver Figura 5.10). El mapa Kikuchi generado refleja de manera precisa la simetría

de los átomos del cristal y puede utilizarse para identificar las orientaciones de los cristales de un material policristalino que sea observado utilizando un microscopio electrónico de barrido. Un ejemplo de ello es la Figura 5.11.

5.9 Referencias Bibliográficas.

- [1] F. Chapa, *Estudio de Aleaciones al Manganeso y al Silicio*, Tesis de Licenciatura de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Mayo de 1998, México.
- [2] O. Covarrubias, *Determinación de Propiedades de Resistencia a la Corrosión de Aceros Aleados al Silicio Embebidos en Mortero*, Tesis de maestría de la División de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Julio de 1999, México.
- [3] L. G. García-Navarro, P. Rodríguez, A. Pérez-Unzueta, R. Colás, C. Lizcano, I. Alvarez y G. Thomas, *Transformation Kinetics in Carbon-Silicon Steels*, The 1st International Automotive Heat Treating Conference 1998, Conference Proceedings, pp. 456-459, ASM International, 1999, E.U.A.
- [4] F. J. Camacho, *Comportamiento Electroquímico de Aceros Doble Fase Aleados al Manganeso*, Tesis de maestría de la División de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Julio de 2001, México.
- [5] C. J. Lizcano, *Comportamiento Mecánico y Microestructural de Aceros Doble Fase*, Tesis de doctorado de la División de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Mayo de 2001, México.
- [6] F. S. LePera, *Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel*, Technical Note of the Journal of Metals, pp 38-39, Marzo 1980, E.U.A.
- [7] W. C. Jeong y C. H. KIM, *On the Isolated Retained Austenite in a Dual-Phase Steel*, Metallurgical Transactions A, V 18A, pp 933-934, Mayo 1987, E.U.A.

- [8] W. C. Jeong, *New Techniques for Observation of Retained Austenite in High Strength Dual-Phase and TRIP Cold-Rolled Sheet Steels*, 1994 High Strength Steels for Automotive Symposium Proceedings, pp 267-274, ASM, 1994, E.U.A.
- [9] H. J. Klaar, I. A. El-Sesy y H. A. Hussein, *Microstructure and Properties of C-Mn-Si Dual-Phase Steel*, Steel Research 61, V 2, pp 85-92, 1990, E.U.A.
- [10] E. Girault, tesis doctoral, "*Bainitic Transformations in TRIP-assisted steels and its influence on mechanical properties*", K. U. Leuven, 1999, Bélgica.
- [11] G. R. Speich, *Physical Metallurgy of Dual-Phase Steels*, en *Fundamentals of Dual-Phase Steels*, pp 3-45, United States Steel Corporation, 1981, EUA.
- [12] D. K. Matlock, F. Zia-Ebrahimi y G. Krauss, *Structure, Properties, and Strain Hardening of Dual-Phase Steels*, transactions of the Deformation, Processing and Structure of the 1982 ASM Materials Science Seminar, pp 47-87, St. Louis Missouri, ASM 1984, EUA.
- [13] TSL Technical Note, *Advanced Materials Analysis via OIM*, www.tsl-oim.com.
- [14] P. Zambrano, *Utilización de la Técnica de Microscopía de Imágenes de Orientación para Relacionar la Microestructura de Aceros Laminados en Caliente con la Anisotropía*, Tesis de doctorado de la División de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, U. A. N. L., Mayo de 2001, México.
- [15] D. Brandon y W. D. Kaplan, *Microstructural Characterization of Materials*, pp. 103 – 107, John Wiley and Sons Ltd., 1999, Inglaterra.
- [16] R. Petrov, comunicación personal, Laboratory for Iron and Steel making, Ghent University, septiembre de 2000, Bélgica.
- [17] Paquete computacional Thermo-Calc, Versión 3.1.
- [18] ASM Handbook, *Metallography and Microstructures*, V 9, pp. 123 - 134 ASM International, 1992, E.U.A.