

CAPÍTULO IV

Material estudiado y procedimiento experimental

Después de una definición general de los aceros inoxidable en el capítulo I, en este capítulo se dan a conocer los materiales estudiados en el presente trabajo así como sus propiedades físicas y mecánicas.

La segunda sección de este capítulo se centrará en la preparación previa de las probetas, los tratamientos térmicos realizados y los ensayos mecánicos efectuados, sus condiciones y una breve descripción de los montajes experimentales usados.

La tercera sección resume los diferentes métodos para la caracterización del material después de los ensayos de compresión, mediante metalografía convencional y mediante EBSD.

4.1 Introducción

Como material de estudio de esta tesis se seleccionaron dos aceros inoxidable austeníticos, de categoría comercial, *AISI 304* con dos diferentes porcentajes de carbono. El primero de 0.017% de carbono denominado según las normas *AISI 304L* y el segundo *304H* con un porcentaje más alto de carbono (0.07 %C) y con un 2% menos de níquel. Los dos aceros contienen bastante elementos residuales como manganeso, azufre, aluminio .. etc, con porcentajes bastantes similares (ver tabla 4.I). El estudio de dichos aceros permitirá comparar el efecto del contenido de carbono durante los procesos de conformado en caliente. Al mismo tiempo se seleccionaron otras dos aleaciones de base cromo- níquel de alta pureza, sin presencia de elementos residuales y composiciones similares a los de un acero *AISI 304*. Dichos aceros se denominaron *HP* (alta pureza) y *UHP* (ultra alta pureza). El objetivo principal de este trabajo es estudiar el comportamiento termomecánico de los cuatro aceros inoxidable austeníticos mediante ensayos de compresión uniaxial en caliente a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. Después (capítulo V), y mediante ecuaciones constitutivas, se modelizarán las curvas de fluencia obtenidas en diferentes condiciones de deformación. Una parte del estudio se centró en los mecanismos elementales que intervienen de forma directa en la recristalización dinámica (nucleación y crecimiento de los nuevos granos), o indirecta (endurecimiento, restauración dinámica). Finalmente se efectuó un estudio de la evolución de la microestructura en las tres etapas principales que caracterizan las curvas de fluencia y en dos casos: en el afinamiento de grano (bajas temperaturas y altas velocidades de deformación) y en su crecimiento (altas temperaturas y bajas velocidades de deformación).

Se discutirá el efecto del grado de pureza mediante una comparación de los diferentes parámetros que describen las ecuaciones constitutivas de los diferentes etapas de deformación para los cuatro materiales. Asimismo, para los aceros de alta pureza y ultra alta pureza se estudiará el efecto del tamaño de grano inicial sobre la etapa de endurecimiento y la cinética de la recristalización dinámica. Finalmente se evalúa el tamaño de grano recristalizado dinámicamente y como depende de los distintos aceros.

4.2 Definición de los aceros estudiados:

4.2.1 Los aceros comerciales *AISI 304L* y *AISI 304H*

Los aceros inoxidable austeníticos se consideran un material tradicional en el estudio de la recristalización dinámica (Robert y col [1978], y Ryan y McQueen [1990]). Esto es debido a la facilidad de congelar la microestructura austenítica después de un proceso de conformación en caliente. Al mismo tiempo y gracias a la presencia de elementos intersticiales y/o sustitucionales permiten estudiar el efecto de ambos sobre los diferentes mecanismos que se ponen en marcha a la hora de deformar al material (endurecimiento, restauración dinámica y recristalización dinámica). Los beneficios industriales aportados al acero inoxidable austenítico durante un proceso de conformado en caliente son: afinamiento de grano y un aumento de resistencia y su ductilidad. Para conseguir dicho beneficio es necesario una optimización de las condiciones de deformación y una composición química adecuada, porque los dos afectan a su comportamiento durante el conformado en caliente.

4.2.2 Los aceros modelo de alta y ultra alta pureza HP y UHP

Estos materiales se caracterizan por una relativa baja energía de falla de apilamiento (condición necesaria para la aparición de la recristalización dinámica), siendo monofásicos en todas las temperaturas por lo que se evita la transformación martensítica a la hora de templar. Estos dos aceros puros se pueden considerar un perfecto ejemplar de los aceros inoxidables austeníticos *AISI 304*, pero sin elementos adicionales. Los dos aceros de alta y ultra alta pureza son materiales que han sido elaborados en la Escuela de Minas de Saint-Etienne (Le Coze [1994]), Francia.

La preparación del acero de alta pureza *HP* (así como del *UHP*) ha sido efectuada mediante fusión de hierro, cromo y níquel electrolíticos de purzas comerciales, purificados por reacción gaseosa (argón e hidrógeno). Lingotes de 500 g hasta 1 kg han sido elaborados por fusión dentro de un crisol de arcilla con un sistema de refrigeración con agua y bajo una atmósfera de argón, siguiendo los pasos siguientes:

- Fusión por inducción (100 kV) de hierro puro y de níquel en navicilla de plata (refrigeración con agua) en una atmósfera de hidrógeno (bajo presión de 0.6 bar) para eliminar el oxígeno y después bajo argón (para eliminar el hidrógeno).
- Solidificación y refrigeración rápida.
- Fusión de la aleación Fe-Ni y del Cromo puro.
- Solidificación.
- Tres fusiones sucesivas para homogeneización.

La tabla 4.I, muestra la composición química de los cuatro aceros y el porcentaje en masa de los principales elementos. La principal diferencia entre los cuatro aceros está, entre otros elementos, en el carbono. También, se observa una diferencia entre los materiales *HP* y *UHP* de una parte y los dos aceros comerciales que presentaban elementos como azufre, manganeso y nitrógeno los cuales no se pueden evitar durante la solidificación de materiales de categoría comercial.

	C	Cr	Ni	Mn	N	P	S
<i>UHP</i>	$5 \cdot 10^{-4}$	18,1	12,1	-	$< 5 \cdot 10^{-4}$	-	$< 5 \cdot 10^{-4}$
<i>HP</i>	$1,5 \cdot 10^{-3}$	18	12,2	-	$< 10^{-3}$	-	$< 10^{-3}$
<i>AISI 304L</i>	$1,7 \cdot 10^{-2}$	18,5	10,2	1.58	0.038	0.001	0.001
<i>AISI 304H</i>	$7 \cdot 10^{-2}$	18,5	8,2	1.51	0.072	0.033	0.032

Tabla 4.I: Composición química de los aceros estudiados (% en peso)

4.3 Propiedades intrínsecas de los aceros estudiados

4.3.1 Energía de falla de apilamiento para los aceros inoxidables austeníticos

La relación empírica propuesta por Lacombe [1990] permite un cálculo de la energía de falla de apilamiento según la composición química (% en masa):

$$\gamma (\text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}) = 25,7 + 410(\%C) + 2(\%Ni) - 77(\%N) - 0,9(\%Cr) \quad (4.1)$$

De esta fórmula se ve claramente que aumentar los elementos alfégenos (o disminuir los elementos gammágenos) aumenta la energía de falla de apilamiento del material.

El tipo de acero	M_s (°C)	γ (mJ.m ⁻²)
<i>UHP</i>	-197	33.78
<i>HP</i>	-202.36	33.9
<i>AISI 304L</i>	-172	33.65
<i>AISI 304H</i>	-241	54

Tabla 4.II: La temperatura T_{MS} y la energía de falla de apilamiento para los aceros estudiados

Para mantener la microestructura a la hora del temple es importante asegurar la estabilidad de la austenita. Para ello se puede calcular la temperatura del comienzo de la transformación martensítica M_s para un acero inoxidable conociendo a su composición química mediante la relación propuesta por Lacombe y col [1990], que es la siguiente:

$$M_s(°C) = 1302 - 1667(\%C + \%N) - 61(\%Ni) - 42(\%Cr) + 28(\%Si) - 33(\%Mn) \quad (4.2)$$

En la tabla 4.II, se puede observar que en los materiales puros la energía de falla de apilamiento así como la temperatura de la transformación martensítica es prácticamente constante. No obstante, en el caso de los aceros comerciales, cuanto más carbono (y otros elementos residuales) mayor es la energía de falla de apilamiento y más baja la temperatura de la transformación martensítica.

4.3.2 Efecto de la temperatura sobre el módulo de cizalladura y el coeficiente de difusión

Por definición la temperatura mínima para la deformación en caliente varía entre $0.3T_f$ y $0.4T_f$, donde T_f es la temperatura de fusión en Kelvin. En consecuencia la temperatura mínima para la deformación en caliente, es aproximadamente 700°C para los cuatro aceros. En el material de alto carbono *AISI 304H* hay posibilidad de formación de carburos de cromo sobre todo a bajas velocidades de deformación, cuando hay bastante tiempo para permitir la precipitación.

La difusión de cada elemento depende de su radio atómico así como de la temperatura. El coeficiente de difusión es un parámetro asociado a la difusión de los átomos dentro de la matriz. Su dependencia con la temperatura está dada por:

$$D(T) = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.3)$$

donde D_0 es el coeficiente de difusión, Q es la energía de difusión del elemento considerado en la matriz austenítica, R es la constante universal de los gases y T es la temperatura en Kelvin. La tabla 4.III da los valores de la constante de difusión para el Cr y Ni en la matriz austenítica para un acero inoxidable 17-12.

Elemento	D_0^V ($m^2 \cdot s^{-1}$)	Q_V ($kJ \cdot mol^{-1}$)	D_0^J ($m^2 \cdot s^{-1}$)	Q_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)
Fe	$3,6 \cdot 10^{-5}$	279	$1,06 \cdot 10^{-3}$	177
Cr	$1,3 \cdot 10^{-5}$	264	$7,0 \cdot 10^{-5}$	152
Ni	$8,3 \cdot 10^{-7}$	251	$7,4 \cdot 10^{-7}$	134

Tabla 4.III: Constantes de difusión en un acero inoxidable tipo 17-12, Perkins y col [1973] para el Fe y Cr, y Perkins [1973] para Ni. (V significa en volumen, J en bordes de granos)

La figura (4.1) muestra que la difusión del níquel en el hierro es más lenta que la del cromo. Sin embargo, la cinética del elemento más lento controlará el proceso de migración de los bordes de grano, que será en el caso de los aceros inoxidables austeníticos AISI 304, el níquel.

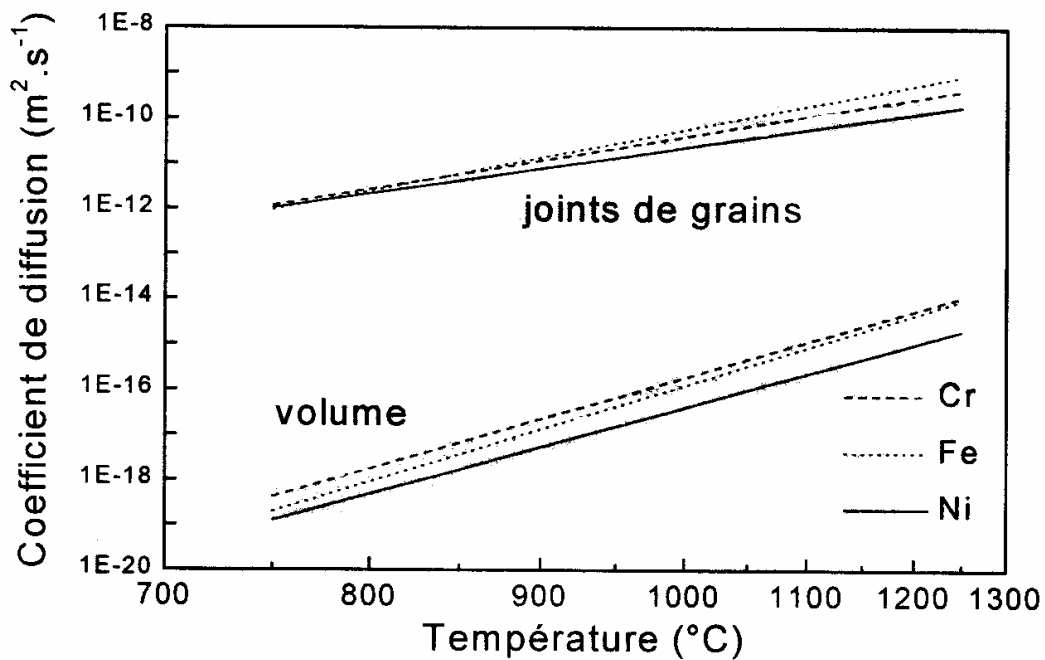


Figura 4.1: Evolución de los coeficientes de difusión para un acero inoxidable austenítico de tipo 17-12, según los valores de la tabla 4.III.

Como comparación entre la difusión de los elementos intersticiales y sustitucionales, la figura (4.2) presenta los coeficientes de difusión en volumen de los principales elementos residuales en el hierro en función de la temperatura. A una temperatura de $1000^{\circ}C$ el coeficiente de autodifusión del hierro es de $2 \cdot 10^{-16} m^2 \cdot s^{-1}$, mientras que los coeficientes de difusión de los elementos intersticiales como el carbono y el nitrógeno son del orden de $10^{-11} m^2 \cdot s^{-1}$, es decir, cinco órdenes de magnitud superiores.

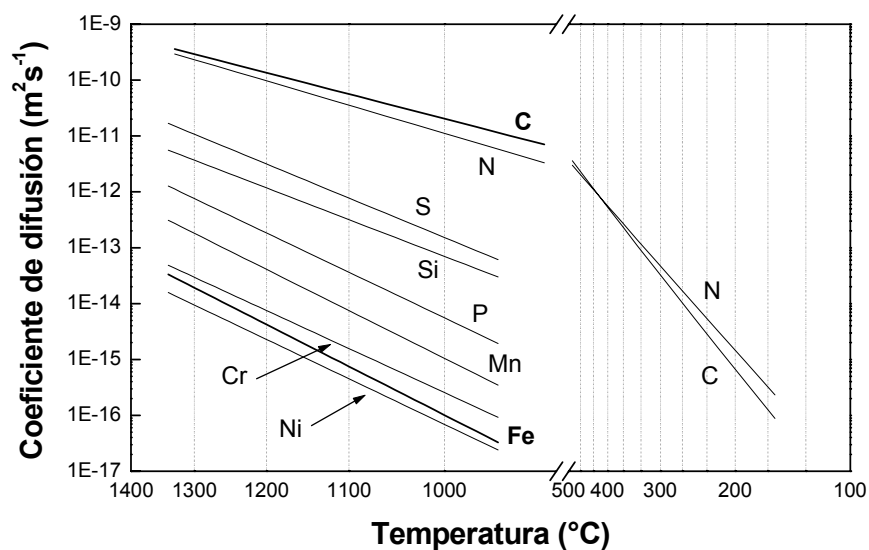


Figura 4.2: Coeficientes de difusión en volumen de solutos en función de la temperatura en una matriz de hierro, Oikawa [1982].

El efecto de la temperatura también se refleja en el módulo de cizalladura de la forma siguiente (Ashby [1982]) :

$$\mu(T) = \mu_0 \left(1 + \frac{T-300}{T_m} \frac{T_m}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT} \right) \quad (4.4)$$

donde los valores de μ_0 y $\frac{T_m}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$ figuran en la tabla 4.IV.

	AISI 304
Coeficiente de difusión D_0 (m^2/s)	$3.7 \cdot 10^{-5}$
Energía de autodifusión Q (kJ/mol)	280
módulo de cizalladura μ_0 (MN/ m^2)	$8.1 \cdot 10^4$
$\frac{T_m}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$	-0.85

Tabla 4.IV: Valores de las constantes que figuran en las fórmulas (4.3) y (4.4) según Ashby [1982].

4.4 Técnicas experimentales

4.4.1 Ensayos mecánicos

El comportamiento del material durante un proceso industrial de conformado se puede estudiar sometiéndolo a diversos ensayos mecánicos en el laboratorio, que principalmente son: ensayos de tracción, torsión y compresión.

Estas tres vías de deformación se pueden llevar a cabo para conseguir las curvas de fluencia deformación verdadera - esfuerzo verdadero a temperaturas y velocidades de deformación constante. En los ensayos de tracción la medición de la deformación en las probetas designadas para este tipo de ensayos mecánicos, figura (4.3 (a)), requiere sistemas de medida muy precisos porque el comportamiento de la zona de estricción es complicado a nivel de deformación, ya que las tensiones dejan de ser uni-axiales y se convierten a un estado triaxial. Este tipo de ensayos permite estudiar la ductilidad en los metales en diferentes condiciones (temperatura, medios agresivos...etc) y se considera una herramienta capaz de mostrar la interacción entre los mecanismos que intervienen en los procesos del conformado en caliente como la recristalización dinámica y los mecanismos de daño (formación de cavitación y fisuras), (Bywater y Gladman [1976]).

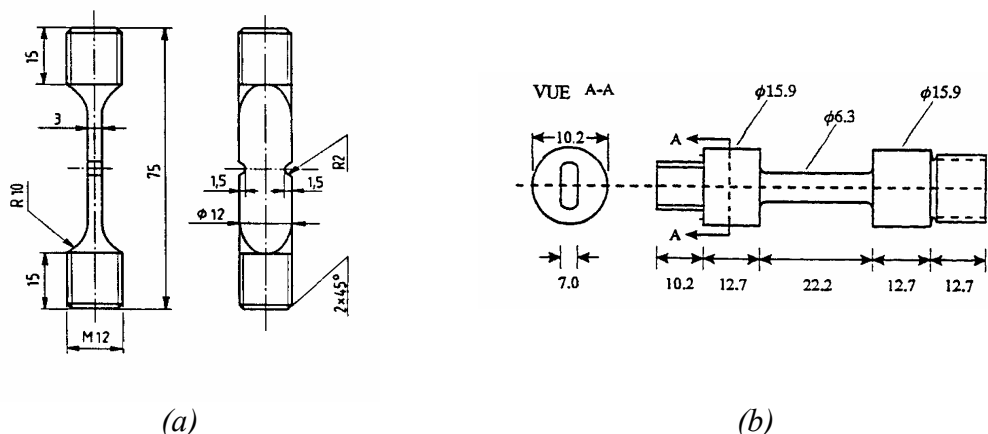


Figura 4.3: Representación esquemática de probetas para los ensayos de (a) tracción y (b) torsión.

Los ensayos de torsión son una vía muy útil y tradicional para el estudio del conformado en caliente de los aceros. Las probetas cilíndricas de un determinado diámetro y longitud, figura (4.3 (b)), se sujetan a una mordaza que aplica un momento (N.m) a una velocidad de rotación ω (rad.s⁻¹). Al mantener esta velocidad constante se consiguen curvas de fluencia a velocidades de deformación constante. Este tipo de ensayos permite lograr grandes valores de deformación en un intervalo amplio de velocidades de deformación. Sin embargo, la no-uniformidad radial de las tensiones se refleja en la repartición de deformación, lo que provoca heterogeneidad a nivel microestructural.

La tercera vía de deformación es la compresión que puede ser uniaxial o plana. Esta última es un caso particular de la compresión uniaxial que requiere mayor superficie en la probeta y permite evitar problemas de abarrilamiento y de pandeo. Sin embargo la compresión uniaxial requiere menor esfuerzo y consiste en someter una probeta cilíndrica a una compresión mediante dos mordazas planas (ver figura (4.4)). Los valores de deformación que se pueden alcanzar con los ensayos de compresión son bajos comparándolos con el caso de torsión, pero permiten llegar al estado estable de fluencia y por lo tanto obtener

unas curvas de fluencia bastante descriptivas de los procesos de conformado en caliente. La fricción en la intercara mordaza probeta causa el abarrilamiento de las probetas. No obstante se minimiza mediante una mecanización especial de la superficie de la probeta y/o el uso de lubricantes.

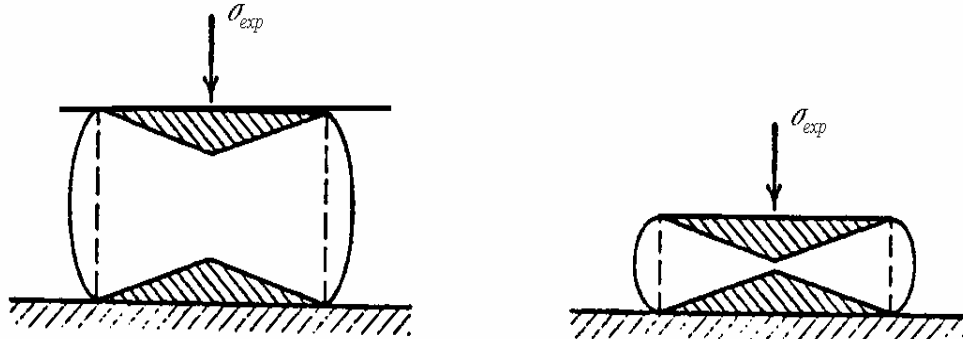


Figura 4.4: Representación esquemática de un ensayo de compresión.

Si consideramos que la fricción es despreciable, la tensión compresiva uniaxial correspondiente a la fuerza de deformación P está dada por:

$$\sigma = P/A \quad (4.5)$$

donde P es la fuerza aplicada a la sección A de la probeta.

En una probeta de diámetro D_0 y altura h_0 en el estado inicial, y D y h en un instante dado de acuerdo con la ley de constancia de volúmenes, la tensión de fluencia viene dada por:

$$\sigma = \frac{P}{A} = \frac{4P}{\pi D^2} = \frac{4Ph}{\pi D_0 h_0} \quad (4.6)$$

En este tipo de ensayos la medición de la deformación no requiere un sistema aparte como el caso de tracción, sino que dicho valor se puede obtener a partir de los desplazamientos de las mordazas de la máquina. La heterogeneidad de deformación dentro de la probeta es consecuencia de la formación de zonas muertas, debido al contacto entre mordaza y probeta.

4.4.2 Preparación de las probetas

Para realizar los ensayos de compresión uniaxial se mecanizaron probetas cilíndricas de un diámetro de 10 mm y una longitud de 15 mm. Después se sometieron a un tratamiento térmico que consiste en mantener dichas probetas dentro de un horno tubular un cierto tiempo, a una temperatura constante. Dicho proceso se realizó bajo un flujo de argón para impedir la oxidación de las probetas. Este tratamiento térmico se lleva a cabo para dos objetivos: primero homogeneizar la microestructura del acero antes de pasar a la siguiente etapa de deformación, y en segundo lugar permite controlar, con la temperatura o el tiempo de recocido, el tamaño de grano de partida.

Para la comparación del comportamiento en caliente de los aceros anteriormente mencionados, es necesario fijar la microestructura de partida. Así se diseñaron los tratamientos térmicos, indicados en la tabla 4.V para los cuatro aceros y para obtener similares tamaños de grano de partida. Estos fueron de 18 y 21 μm en los aceros comerciales. De una forma idéntica se realizaron tratamientos térmicos sobre los aceros de alta y ultra alta pureza para conseguir unos tamaños de grano grandes al objeto de estudiar el efecto de este parámetro sobre el conformado en caliente, y se compararon con tamaños de granos pequeños, del mismo material, obtenidos de la bibliografía (Gavard [2000]). Para el acero de alta pureza *HP* se efectuó un tratamiento térmico para conseguir un tamaño de grano de partida de 92 μm , mientras para el acero de ultra alta pureza *UHP* se realizaron dos tratamientos térmicos para conseguir dos tamaños de granos iniciales 92 μm y 135 μm . En este último, la ausencia de los elementos residuales permiten variar el tamaño de grano de partida de 21 μm (a 1050°C) hasta 135 μm (a 1200°C).

<i>Tipo de material</i>	<i>ultra alta pureza UHP</i>	<i>alta pureza HP</i>	<i>AISI 304L</i>	<i>AISI 304H</i>
tratamiento térmico	1200°C (3 horas) 1200°C (30 minutos)	1300°C (20 minutos)	1050°C (32 minutos)	1100°C (10 minutos)
d_0 (μm).	135 μm . 92 μm .	92 μm .	18 μm .	21 μm .

Tabla 4.V: *Tratamientos térmicos previos para provocar diferentes tamaños de granos para los cuatro aceros.*

4.5 Montajes experimentales para los ensayos de compresión en caliente

4.5.1 Descripción de los montajes experimentales

Una parte de los ensayos de compresión uniaxial de este trabajo han sido realizados mediante una máquina de ensayos universal electromecánica tipo *INSTRON* modelo 4507 con una célula de carga máxima de 100 *kN*. La máquina está equipada con un horno de resistencias convencional que permite trabajar a temperaturas máximas de 1200°C. Durante el ensayo las probetas y las mordazas están protegidas por un flujo de argón para minimizar la oxidación de las probetas, figura (4.5). La temperatura está controlada por un regulador semiautomático conectado a un termopar situado al lado de la probeta. El equipo experimental está conectado con un programa de ordenador donde se puede meter los datos del ensayo a realizar y conseguir las curvas de fluencia.

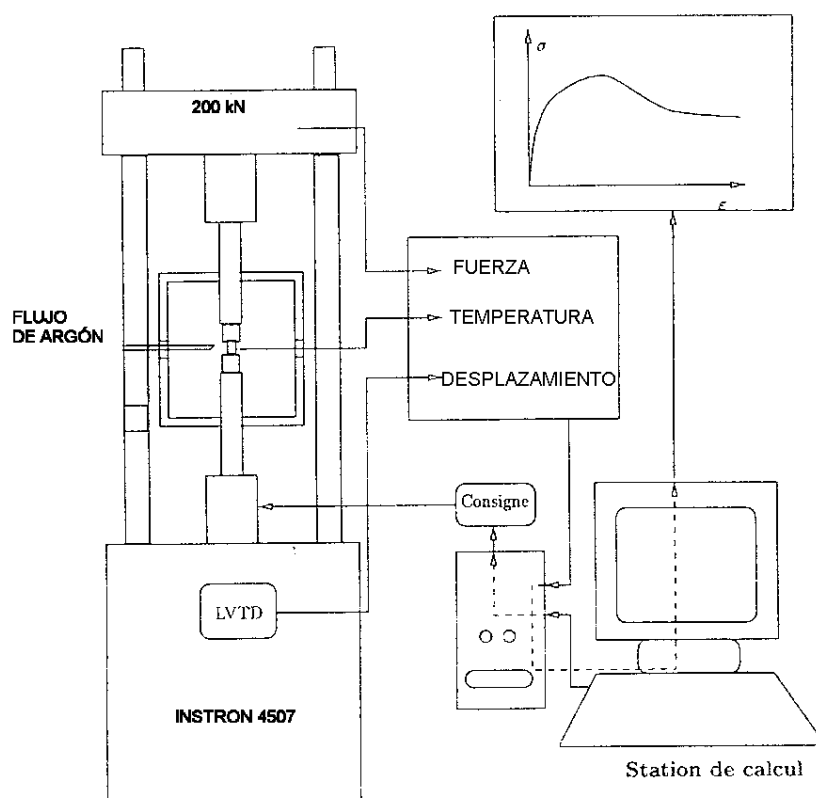


Figura 4.5: Representación esquemática del montaje experimental para los ensayos de compresión uniaxial efectuados en la UPC.

Al objeto de conseguir una velocidad de deformación constante, la velocidad del cabezal móvil de la máquina tiene que variar conforme varía de la altura de la probeta. La ecuación (4.7) muestra la relación que mantiene la velocidad de deformación verdadera de la probeta $\dot{\epsilon}$, y la velocidad del bastidor de la máquina, v .

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = -\frac{d\ln\left(\frac{l}{l_0}\right)}{dt} = \frac{1}{l} \frac{dl}{dt} = \frac{v}{l} \quad (4.7)$$

donde l y l_0 son respectivamente la altura instantánea e inicial de la probeta. En las máquinas de compresión, el movimiento del bastidor, debería cambiar con el tiempo de la siguiente forma, para mantener $\dot{\epsilon} = cte$:

$$v = \dot{\epsilon} \cdot l_0 \cdot \exp(-\dot{\epsilon} \cdot t) \quad (4.8)$$

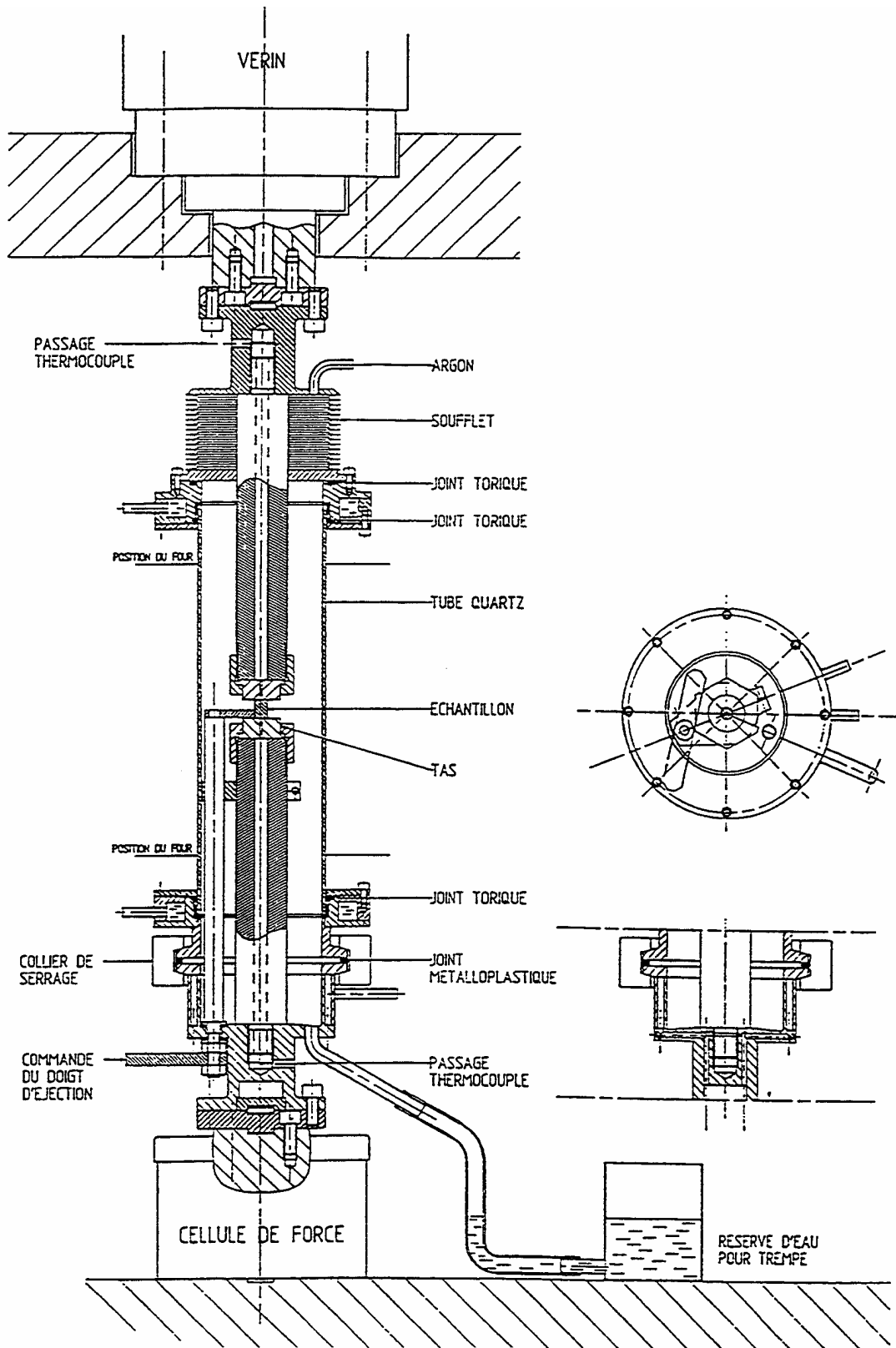
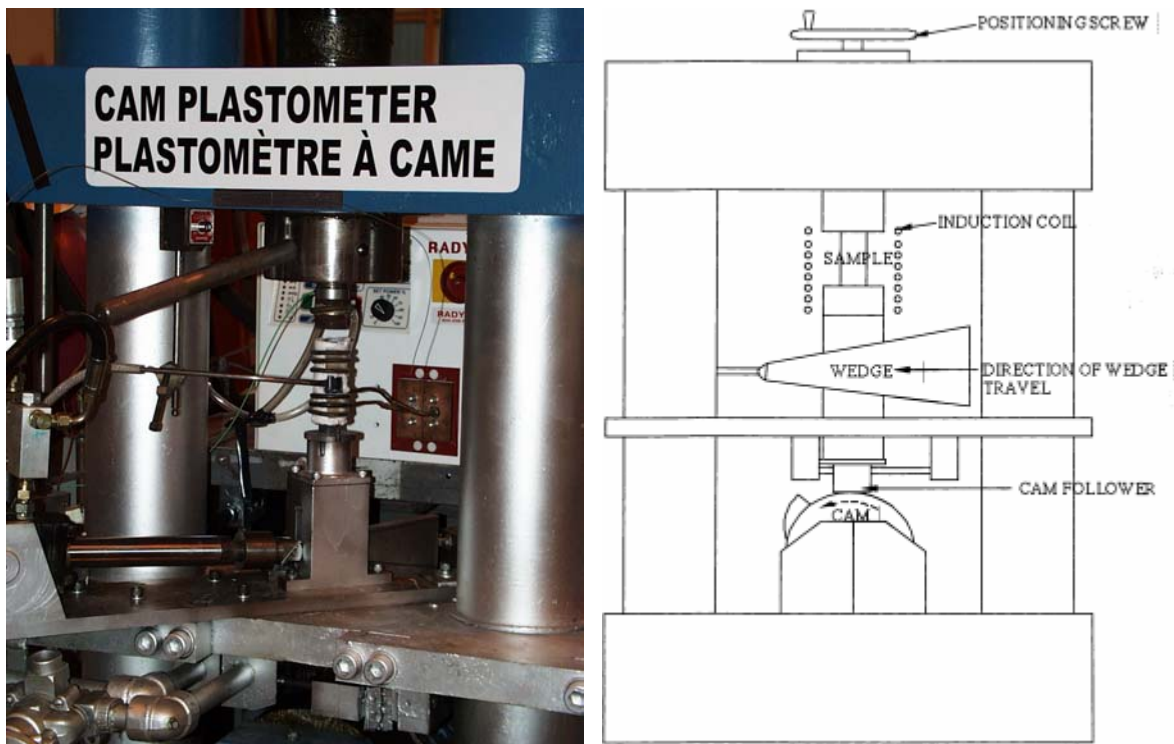


Figura 4.6: Representación esquemática del montaje experimental para los ensayos de compresión uniaxial, efectuados en la Escuela de Minas de Saint Etienne.

Otra parte de los ensayos mecánicos ha sido realizada en una máquina servo hidráulica *SCHENCK*, figura (4.6) con una célula de carga máxima de 100 kN . La velocidad de deformación máxima de dicha máquina alcanza 10 s^{-1} . Un horno de radiación infrarrojo situado en la máquina permite trabajar a temperaturas altas.

Los ensayos de alta velocidad de deformación, entre 10 s^{-1} hasta 160 s^{-1} , se realizaron mediante un plastómetro por leva “Cam Plastometer” ubicado en CANMET, Ottawa, figura (4.7 (a)). El Plastómetro está formado por un disco giratorio, conectado con un motor que alcanza velocidades muy altas, y lleva al mismo tiempo una leva. Cuando el disco de leva llega a la velocidad que corresponde a la velocidad deseada para realizar el ensayo, se conecta con el empujador de leva “Cam follower”, que en el momento del choque actúa como un martillo. Dicha leva tiene un perfil exponencial según la ecuación (4.9), empujando la mordaza de abajo hacia arriba, figura (4.7 (b)) y manteniendo $\dot{\epsilon} = cte$. Una de las limitaciones de este montaje son los bajos valores máximos de deformación que se puede alcanzar, sobre todo para altos valores de velocidad de deformación.



(a)

(b)

Figura 4.7: *Cam Plastometr (a) Montaje utilizado en los ensayos de compresión en el laboratorio CANMET (b) representación esquemática del plastómetro por leva.*

Para retener la microestructura deformada se necesita un temple rápido y por esto el horno de la máquina *INSTRON* ha sido diseñado de tal manera que se abra por su plano medio y la extracción de la probeta es más fácil para el experimentador. En la máquina *SCHENCK*, sin embargo, el temple se realiza gracias a un sistema que permite comunicar la probeta y un recipiente lleno de agua al fin del ensayo de compresión, mediante el accionamiento de un gancho. De esta forma el tiempo para realizar el temple es más corto que en el primer caso. Y finalmente en el plastómetro por leva, el termopar soldado a la probeta sirve como herramienta para templar la probeta, llevándola a un recipiente de agua.

4.5.2 Ensayos de compresión uniaxial realizados

Los ensayos de compresión uniaxial realizados para los cuatro aceros varían en temperatura entre 850°C y 1150°C, mientras la velocidad de deformación varía de 10^{-4} s^{-1} (el más bajo) hasta 100 s^{-1} . Además se realizó un serie de ensayos interrumpidos para los dos aceros comerciales *AISI 304* a diferentes valores de deformación que marcan las diferentes etapas que figuran en una curva de fluencia. La tabla 4.VI resume los ensayos realizados en las tres máquinas para los cuatro aceros. La tabla 4.VII resume, además de los ensayos realizados en esta tesis, otros ensayos de compresión de la bibliografía realizados por Laurent Gavard [2000] para los aceros *HP* y *UHP* que permiten, por comparación con este tesis, estudiar el efecto del tamaño de grano de partida. Finalmente la tabla 4.VIII indica los valores de deformación y las condiciones de deformación para los ensayos interrumpidos realizados en la presente tesis.

<i>AISI 304H (D₀ = 21 μm)</i>								
	10^{-4} s^{-1}	10^{-3} s^{-1}	10^{-2} s^{-1}	10^{-1} s^{-1}	1 s^{-1}	10 s^{-1}	50 s^{-1}	100 s^{-1}
1150°C	■	■	■	■				
1100°C	■	■	■	■		■	■	■
1050°C	■	■	■	■		■	■	■
1000°C						■	■	■
950°C	■	■	■	■		■	■	■
850°C	■	■	■	■				
<i>AISI 304L (D₀ = 18 μm)</i>								
1150°C	■	■	■	■				
1100°C	■	■	■	■				
1050°C	■	■	■	■				
950°C	■	■	■	■				
850°C	■	■	■					
<i>HP (D₀ = 92 μm)</i>								
1100°C		■					■	
1050°C		■	■	■	■		■	■
1000°C		■					■	
950°C		■					■	
850°C		■						
<i>UHP (D₀ = 135 μm)</i>					<i>UHP (D₀ = 92 μm)</i>			
1100°C		■					■	
1050°C		■	■	■	■	■	■	■
1000°C		■					■	
950°C		■					■	
850°C		■						

Tabla 4.VI: Ensayos de compresión uniaxial realizados para los cuatro aceros.

Acero de alta pureza HP (☆ $d_0 = 10 \mu\text{m}$, ◇ $d_0 = 20 \mu\text{m}$ y ■ $d_0 = 92 \mu\text{m}$)							
	10^{-3} s^{-1}	10^{-2} s^{-1}	10^{-1} s^{-1}	1 s^{-1}	10 s^{-1}	50 s^{-1}	100 s^{-1}
1100°C	☆ ◇ ■					■	
1050°C	☆ ◇ ■	☆ ◇ ■	☆ ◇ ■	☆ ◇ ■		■	■
1000°C	☆ ◇ ■					■	
950°C	☆ ◇ ■					■	
850°C	☆ ◇ ■						
Acero de ultra alta pureza UHP (○ $d_0 = 10 \mu\text{m}$ y ■ $d_0 = 135 \mu\text{m}$)							
1100°C	○ ■					■	
1050°C	○ ■	○ ■	○ ■	○ ■	○ ■	■	■
1000°C	○ ■					■	
950°C	○ ■					■	
850°C	○ ■						

Tabla 4.VII: Ensayos de compresión uniaxial para los aceros HP y UHP para estudiar el efecto del tamaño de partida durante el conformado en caliente (realizado en esta tesis para HP ($D_0 = 92 \mu\text{m}$) y UHP ($D_0 = 135 \mu\text{m}$) marcados por este símbolo, ■, los ensayos realizados por Laurent Gavard para HP con dos tamaños de grano de partida ($D_0 = 20 \mu\text{m}$) y ($D_0 = 10 \mu\text{m}$) marcados respectivamente por ☆ y ◇ y para UHP ($D_0 = 24 \mu\text{m}$) marcado por ○).

Los ensayos interrumpidos para los aceros comerciales AISI 304L y AISI 304H por un tamaño de grano inicial de $20 \mu\text{m}$														
Condiciones de deformación	Tipo de acero	Valores de deformación												
		0,1	0,15	0,16	0,17	0,2	0,23	0,25	0,35	0,38	0,4	0,6	0,8	1
1150°C (10^{-4} s^{-1})	304H	■	■	■	■	■	■						■	
950°C (10^{-3} s^{-1})	304H		■						■			■	■	■
1100°C (10^{-4} s^{-1})	304L	■	■			■				■		■		
950°C (10^{-3} s^{-1})	304L					■					■	■	■	■

Tabla 4.VIII: Ensayos de compresión uniaxial interrumpidos realizados para los aceros comerciales AISI 304H y AISI 304L en esta tesis.

4.6 Caracterización microestructural convencional

Las probetas templadas fueron cortadas por la mitad paralelamente a la dirección del eje de compresión. Después de encastarlas en baquelita, se procedió a un pulido mecánico usando papel adhesivo de carburo de silicio de granulometría decreciente. En la etapa final se usaron paños con suspensiones de alúmina de 1, 0.5 y 0.3 μm . En los aceros de alta pureza y ultra alta pureza después del pulido mecánico se efectuó un pulido mediante pasta de diamante. En la etapa final se usó una suspensión de sílica coloidal (0.25 μm) en una pulidora vibratoria. Para la observación de la microestructura mediante *SEM-EBSD*, se realizó un pulido electrolítico. En este caso el electrolito usado está compuesto de etanol y ácido perclórico (6%) y se aplicó una tensión de 30 V.

La tabla 4.IX muestra para cada material el tipo de reactivo adecuado que permite revelar particularidades de la microestructura en los análisis metalográficos. La figura (4.8) muestra las microestructuras correspondientes a algunos ataques ilustrados en la tabla 4.IX.

<i>Tipo de material</i>	<i>Naturaleza del ataque</i>	<i>Objetivo del ataque</i>	<i>Composición del reactivo</i>
<i>UHP, HP, AISI 304L, AISI 304H</i>	Químico	bordes de granos y maclas	6 ml ácido fluorídrico, 14 ml ácido nítrico, 90 ml agua destilada
<i>UHP, HP, AISI 304H</i>	Químico en color (LB 1)	Diferencia entre la austenita y δ -ferrita	20 g bifloruro de amonio, 0.5 g bisulfato de potasio y 100 ml agua destilada caliente
<i>UHP, HP, AISI 304H</i>	Electrolítico	solo bordes de granos	60 ml de ácido nítrico y 40 ml de agua destilada
<i>AISI 304H</i>	Electrolítico	bordes de granos y maclas, precipitados	10 g ácido oxálico y 100 ml de agua destilada
<i>UHP, HP, AISI 304L AISI 304H</i>	Electrolítico (<i>SEM-EBSD</i>)	bordes de granos y maclas	6 % ácido perclórico, etanol 30 V/1A

Tabla 4.IX: *Diferentes tipos de ataques para revelar la microestructura de los cuatro aceros, para revelar bordes de granos solos o con bordes de maclas .*

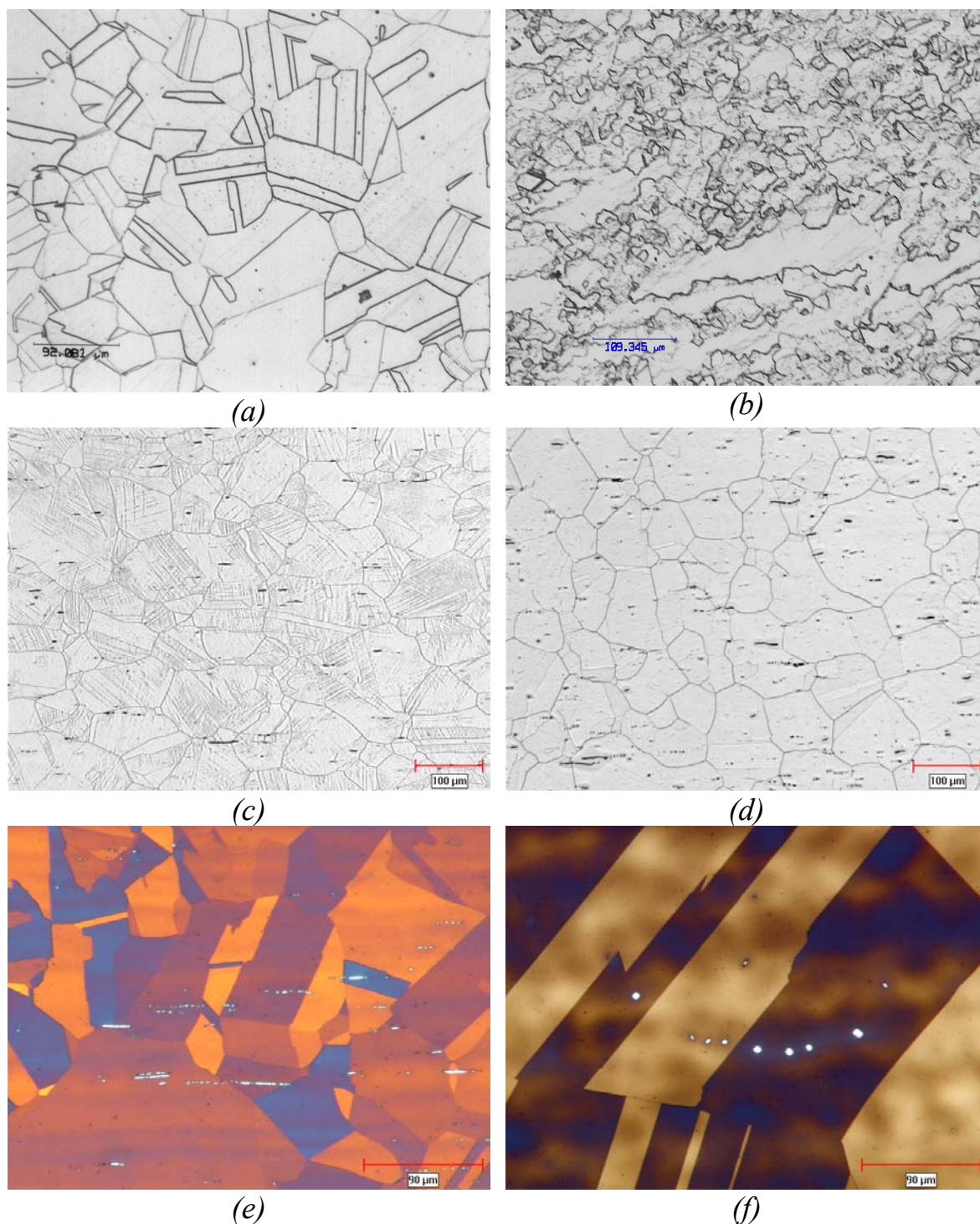


Figura 4.8: Microestructuras de diferentes ataques citados en la tabla 4.X (a) la microestructura de partida del AISI 304L (ácido fluorhídrico) (b) AISI 304H deformado a $T=850^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=0.001\text{s}^{-1}$ (ácido fluorhídrico) (c) AISI 304H recocido a $T=850^{\circ}\text{C}$ durante 32 minutos donde figura restos de martensita (ataque electrolítico con ácido nítrico) (d) AISI 304H recocido a $T=1100^{\circ}\text{C}$ durante 10 minutos (ataque electrolítico con ácido nítrico) (e) AISI 304H recocido a $T=1150^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos, las inclusiones quedan marcadas en blanco (LB 1) (f) el HP recocido a $T=1300^{\circ}\text{C}$ durante 20 minutos (LB 1).

4.7 Caracterización microestructural mediante MEB-EBSD

4.7.1 Introducción

Uno de los cambios importantes que puede sufrir un material durante un proceso de conformado es la formación de nuevas texturas o el fenómeno de texturización. Dicho fenómeno es la orientación preferencial de los granos en determinadas direcciones cristalográficas. El estudio de textura pasa por la determinación de direcciones preferenciales de orientación (cualitativamente), y el cálculo de la fracción de volumen asociada a cada una de esas orientaciones (cuantitativamente). La textura, aparte de las condiciones, depende del material, su composición química, tamaño de grano inicial y del tipo de recristalización dinámica que se pone en marcha a la hora del conformado,..etc.

La importancia de la textura viene dada por la anisotropía de determinadas propiedades mecánicas y eléctricas de los materiales. Por eso, durante los procesos de deformación, una de las vías para la mejora de algunas propiedades es realizar un control de la textura resultante.

Desde un punto de vista estadístico, se puede distinguir entre la macrotextura y la microtextura. En la primera se determina la orientación de un gran número de granos (desde cien hasta mil granos o más). La representación de la distribución de las orientaciones de los cristales, en el caso de la macrotextura, puede ser en forma de figura de polos (una proyección estereográfica de los planos cristalográficos) y también, en forma de figuras de polo inverso y la más completa, la función de distribución de orientaciones FDO. La microtextura, en cambio, trata de estudiar las orientaciones de un pequeño grupo de granos y presentar las orientaciones individuales - desorientaciones - de dichos granos como puntos. Las microtexturas pueden ser presentadas en mapas de distribución de orientación o igual que la macrotextura en forma de figuras de polo, ver figura (4.9). En ocasiones, es más conveniente suavizar los datos discretos a contornos, debido a que la presencia de un gran cantidad de microtextura, o una alta densidad de esta última, causa la pérdida de un parte de información como consecuencia de la superposición de puntos.

En la microtextura, la desorientación entre los granos permite caracterizar los tipos de intercaras que marcan cualquier tipo de cambio de orientación (bordes de granos y bordes especiales). Por eso, los mapas de orientación permiten una nueva visión para estudiar diferentes materiales, metales compuestos, (Wilkinson [1991]), metales recocidos, (Humphreys y col [1997]), acero martensítico 9Cr-1Mo, (Nakashina y col [2001]), y también diferentes procesos de producción de aceros, (Randle [1994]). El estudio de la microtextura permite un mejor entendimiento de fenómenos relacionados con los procesos de deformación, como en el caso de la recristalización dinámica (Bocher y Jonas [1999]) en un acero *AISI 304* y (Gavard y Montheillet [2000]) en aceros inoxidables austeníticos de alta pureza. Otros fenómenos dependen de la desorientación entre los granos de una matriz en donde los estudios de la microtextura aporta nuevos conocimientos como el caso de propagación de fisuras, estudio de los mecanismos de fatiga, relación de orientación entre segundas fases y la matriz en los metales, etc...

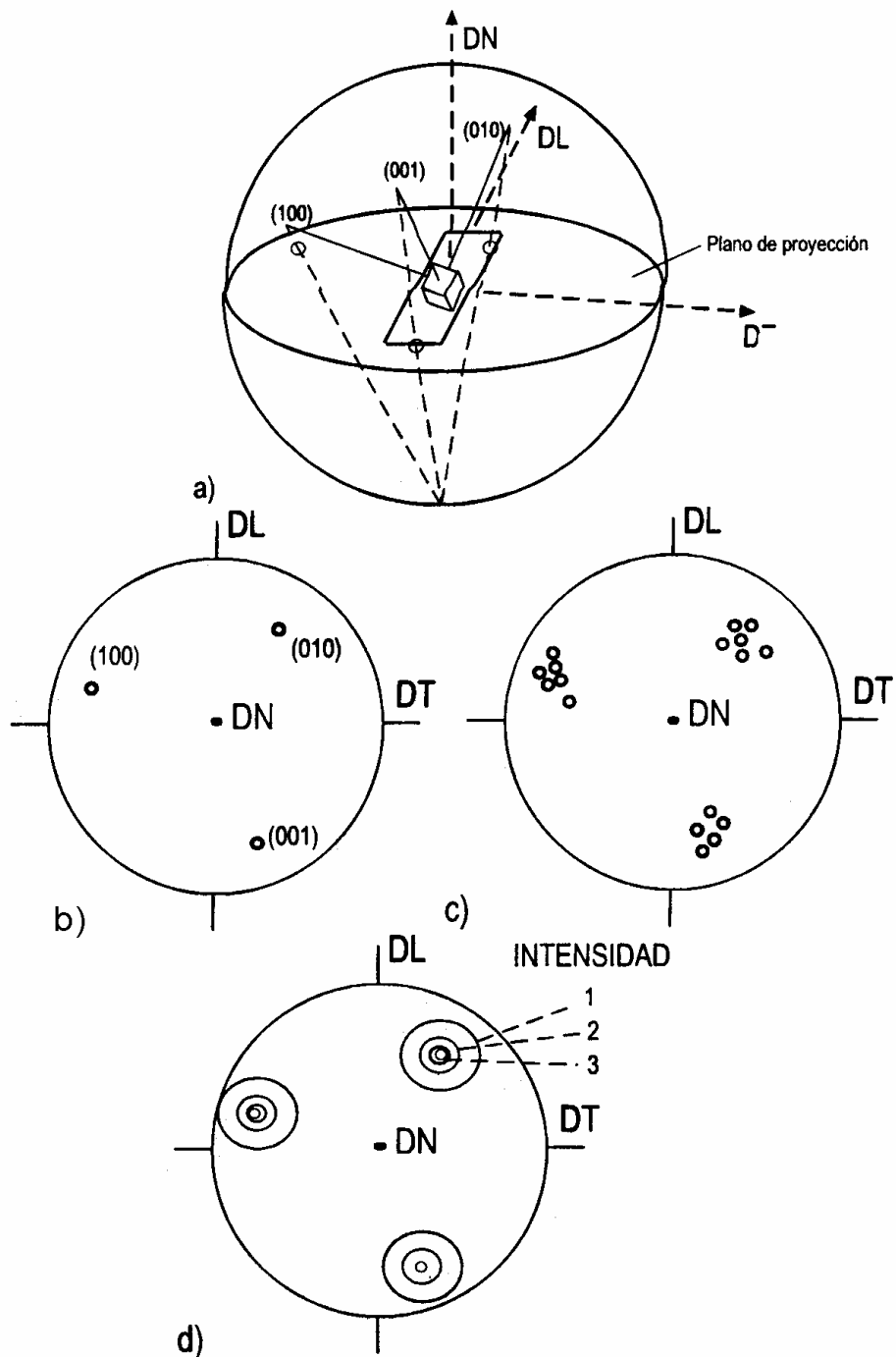


Figura 4.9: Concepto de formación de figuras de polo, (a) proyección sobre el plano de referencia de los ejes de la muestra (DL: dirección de laminación) y los planos (100), (010) y (001) de un grano (b) proyección de un grano en el plano de referencia (c) repetición de la proyección para otros granos (d) la densidad de contornos de (c), [Randle, 1992].

4.7.2 Aproximación teórica del principio de EBSD

El EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction), difracción de electrones retro dispersados, se considera hoy en día, una herramienta cada vez más usada para el estudio de la evolución microestructural y de la microtextura durante los procesos de conformación, (Humphreys y col y Dingley y col [1997]). Esto es debido a su capacidad de combinar el trabajo de un microscopio óptico convencional, y otras técnicas para la determinación de orientación (difracción de rayos X) en tiempos muy razonables. El EBSD se basa en las líneas de Kikuchi que han sido observadas, por primera vez, en el microscopio electrónico de transmisión. Para una breve explicación del origen de estas líneas y las informaciones cristalográficas que aportan, consideremos un haz de electrones incidente que choca con una lámina inclinada. El haz difractado forma un punto luminoso en una pantalla situada enfrente del haz incidente, figura (4.10(a)). Todos los haces de conos incidentes en condiciones de Bragg forman dos arcos de conos de un ángulo de $\pi - \theta$ (θ pequeña), que aparecen en la pantalla como dos segmentos hiperbólicos, conocidas como líneas de Kikuchi, figura (4.10(b)). La distancia que separa estos pares de líneas vale $(r \cdot \lambda)/d_{hkl}$ donde r es la distancia entre la lámina y la pantalla, y λ , la longitud de onda de los electrones, y d_{hkl} la distancia entre los planos atómicos.

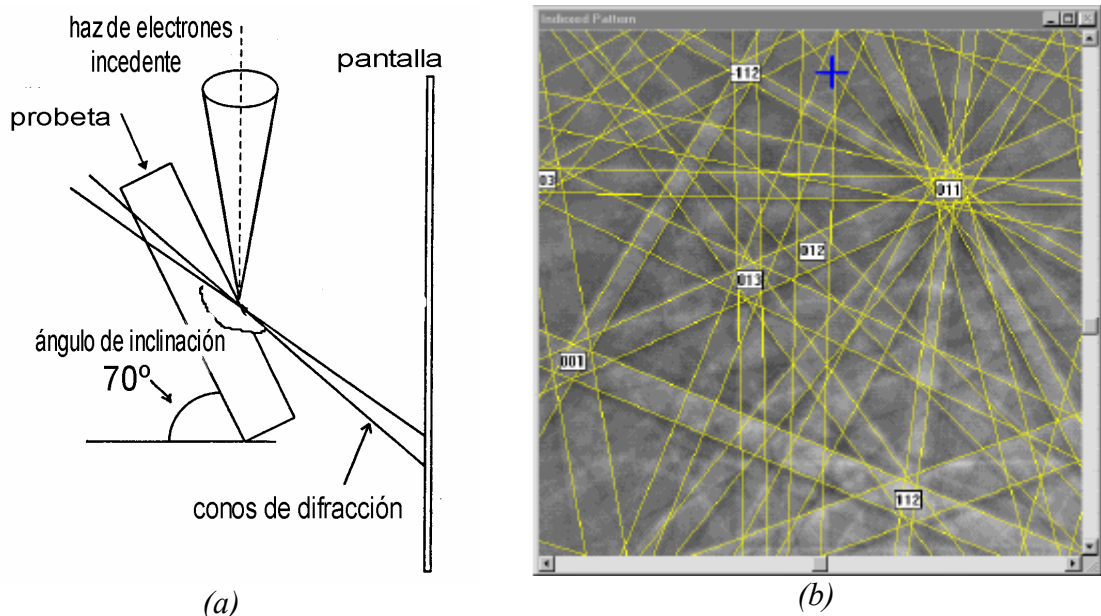


Figura 4.10: (a) Esquema del dispositivo de los elementos en SEM para la formación de Líneas de Kikuchi (b) Ejemplo de los patrones indexados de las líneas de Kikuchi, EBSP que figura en la pantalla del ordenador conectado con el SEM-EBSD.

Las informaciones obtenidas de las líneas de Kikuchi serán tratadas por ordenador según el método de Lassen y col [1992], y Lassen [1994] permitiendo la determinación de la orientación cristalográfica local y en consecuencia la desorientación entre granos. Además, permite una determinación precisa de los bordes de granos, bordes especiales (bordes de maclas, CSL (Coincide Site Lattice, Σ)), evolución de la microtextura, tamaño de grano verdadero, así como su distribución. Al mismo tiempo el programa informático asociado al EBSD, mediante tratamiento matemático y estadístico facilita la presentación de dichos

datos en diferentes formas: mapas de desorientación, histogramas de desorientación y/o tamaño de grano y figuras de polo.

4.7.3 Dispositivo experimental

El dispositivo del *SEM-EBSD*, empleado en la Escuela de Minas de Saint Etienne, y en esta tesis, figura (4.11), está formado por un microscopio electrónico de barrido *Jeol™JSM-6400* equipado de un *EBSD HKL Technology™*. Cuando el haz incidente está barriendo la superficie de la probeta, los electrones retro dispersados se interceptan en la pantalla fosforescente donde se forman las líneas de Kikuchi. Dicha pantalla conectada con una cámara especial de alta sensibilización a la luz, equipada por una unidad de control, permite acumular las indexaciones de cada punto barrido en la probeta. Un programa informático se encarga, en tiempo real, de analizar los patrones indexados de las líneas de Kikuchi y al mismo tiempo, realizar un tratamiento de imagen a fin de obtener las informaciones cristalográficas y los cálculos de orientaciones. El software de indexación usado en este trabajo, Channel®, permite realizar cuatro medidas por segundo, con una capacidad de barrido de 5 mm² y resolución de 1 μm, siendo la mínima desorientación que se puede detectar de 0.5°. La imagen microestructural así obtenida son los mapas básicos de distribución de orientación que se definen de la siguiente forma: bordes de grano (para desorientaciones por encima de 15°, representadas por líneas negras), bordes de maclas (con una desorientación de 60° según el eje <111>, con una tolerancia de 5° que figuran como líneas blancas) y subbordes (desorientaciones entre 5° y 15° que están representadas como finos segmentos grises dentro del grano).

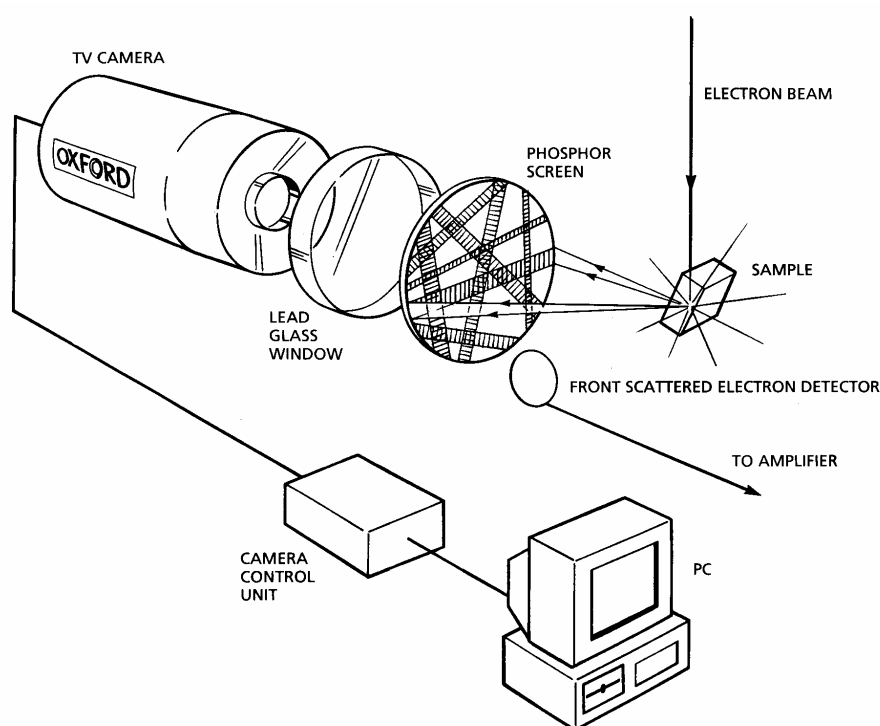


Figura 4.11: Representación esquemática de los componentes del equipo de SEM-EBSD [Oxford: Bookseries Guide, 1996].

4.7.4 Mapas de distribución de orientación mediante el EBSD

Los mapas básicos de distribución de orientación pueden ser presentados de diferentes formas: la primera con una escala gris, figura (4.12 (a)), de modo que las orientaciones que coincidan con el eje 110 se presentan con un gris claro, que pasa a ser oscuro cuando está más lejos de la dirección ideal de fibra. La segunda es una presentación de los ángulos de Euler, figura (4.12 (b)). La tercera es similar a la primera pero en lugar de marcar las orientaciones con una escala de gris se usa una escala de colores para distinguir más y de una forma clara las orientaciones respecto a la dirección $\langle 110 \rangle$, ver figura (4.13). La cuatificación de desorientaciones se puede conseguir mediante diagramas de desorientación como ilustra la figura (4.14), en donde las desorientaciones se presentan respecto a la distribución teórica de Mackenzie (Mackenzie [1958]). La distribución teórica de Mackenzie se obtiene a partir de un cálculo matemático que muestra que la función de densidad de los ángulos de desorientación de estructuras cúbicas orientadas al azar tiene un máximo a un ángulo de desorientación de 45° (la desorientación se determina como el ángulo que forma la arista de un cubo respecto a una referencia fija). La figura (4.15) muestra un ejemplo de figura de polo usada en este trabajo para el estudio de la microtextura para los cuatro aceros austeníticos inoxidables. Además se obtiene los tamaños de granos y los porcentajes de longitud de bordes de maclas directamente del software HKL Technology™.

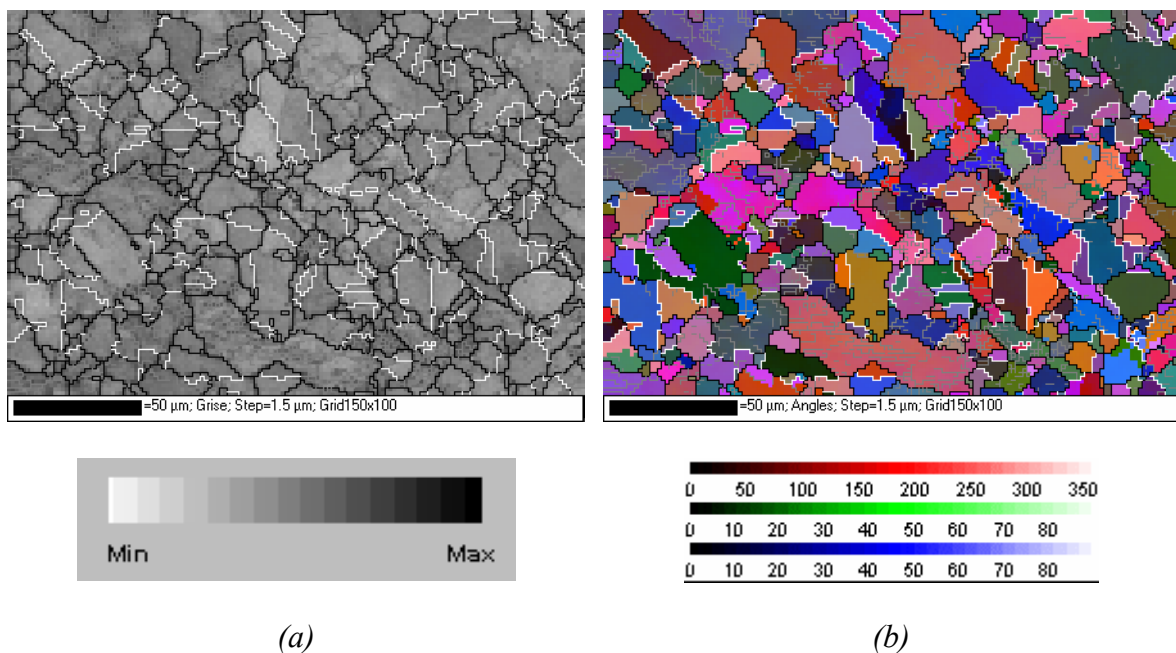


Figura 4.12: (a) Mapa de desorientación en escala de grises (b) idéntica microestructura de (a), en una presentación de ángulos de Euler.

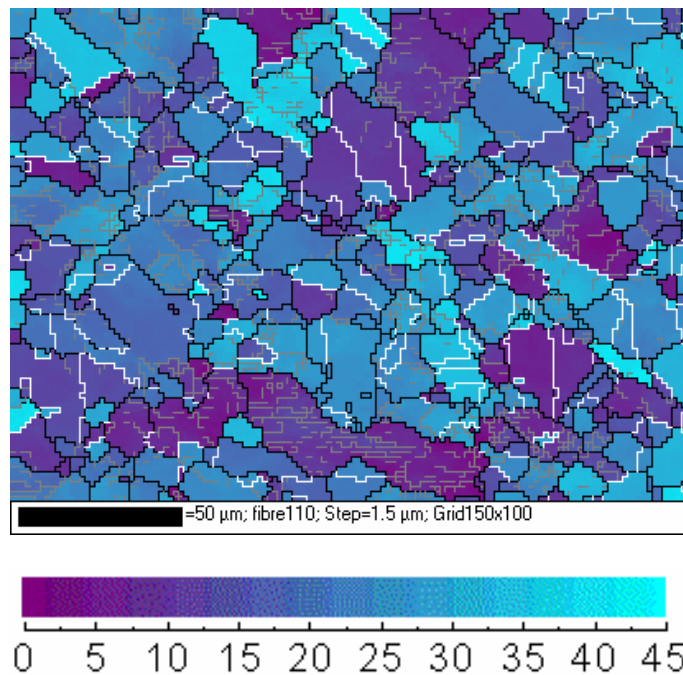


Figura 4.13: Mapa de distribución de orientaciones con gradiente de dos colores que marcan el cambio de orientaciones respecto a la dirección $\langle 110 \rangle$.

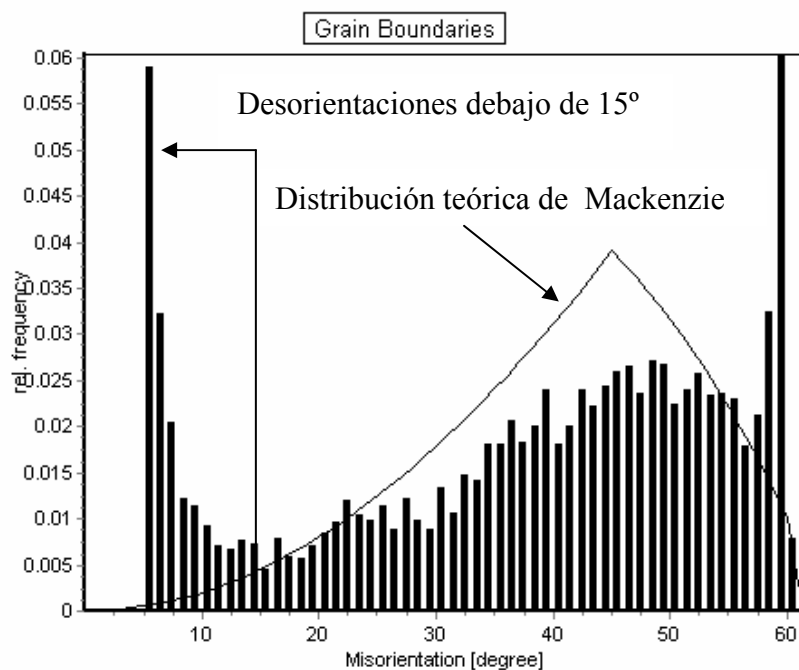


Figura 4.14: Diagrama de desorientación donde las subestructuras están marcadas por desorientaciones debajo de 15° y los de bordes de maclas alrededor de 60° la distribución de desorientaciones se presenta junto con la distribución teórica de Mackenzie.

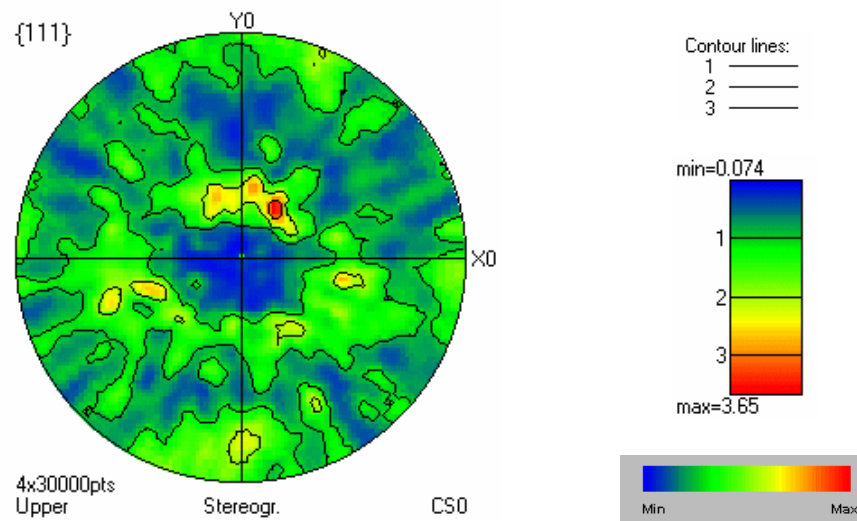


Figura 4.15: Ejemplo de figura de polo para el acero HP deformado a 850°C y $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$.

4.7.5 Ubicación de la probeta

Después de que la superficie de la probeta está pulida y preparada para pasarla al *SEM-EBSD* es importante ajustar las dimensiones de la probeta con el portamuestra, para que la superficie barrida sea presentada correctamente en la pantalla del monitor del equipo del *EBS*D para una correcta lectura de datos y de las medidas tomadas, sean mapas de desorientación o figuras de polo. El eje de compresión en este caso será el punto de referencia para todas las medidas tomadas. En el caso de compresión uniaxial la referencia es un sistema de ejes X_l, Y_l, Z_l elegida de tal forma que el eje Z_l es perpendicular a la superficie barrida por el haz de electrones incidentes, figura (4.16).

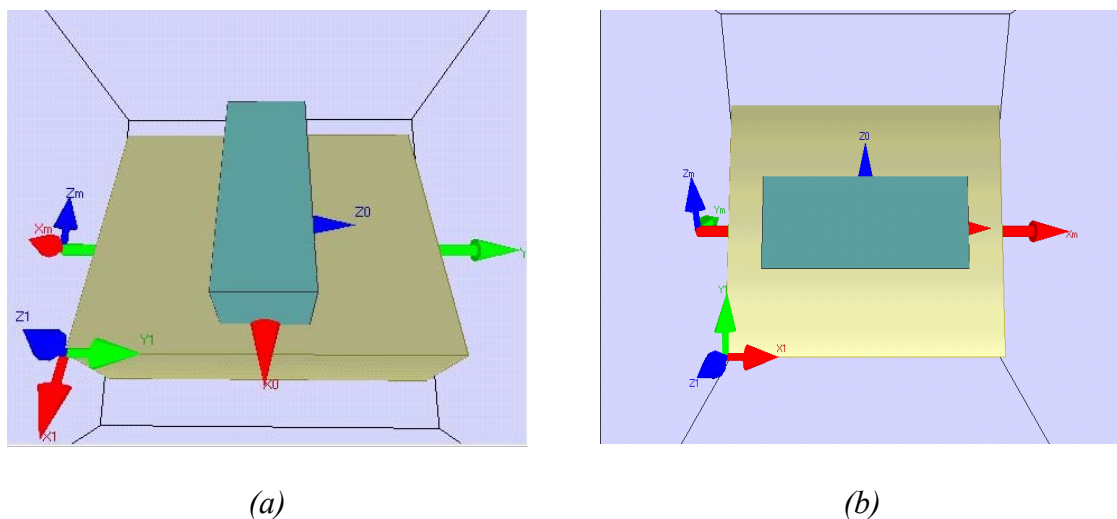


Figura 4.16: Ubicación de la probeta dentro de la cámara del *SEM-EBS*D.

Una vez fijada la relación entre las coordenadas de la probeta y del microscopio, se puede relacionar el marco de referencia de este último con el del cristal. Por eso, la determinación

de la orientación del cristal consiste en el cálculo de una matriz g que permite pasar del sistema del microscopio K_S al del cristal K_C , figura (4.17), de la siguiente forma:

$$K_C = g \cdot K_S \quad (4.9)$$

La matriz g puede ser representada de diferentes formas, mediante índices de Miller o ángulos de Euler. La más usada en el mundo de textura es el método introducido por Bunge [1965].

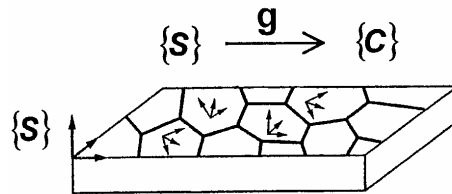


Figura 4.17: Esquema que muestra la relación entre el sistema del microscopio y del la probeta.