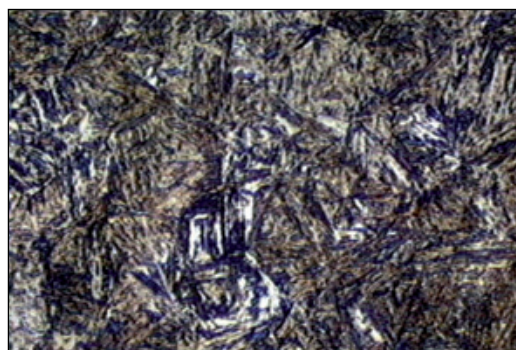


PRECIPITACIÓN DE MARTENSITA INDUCIDA POR DEFORMACIÓN.

Caracterización del contenido de martensita en aceros inoxidables austeníticos.



María Fernández-Ludeña

Ingeniero Industrial

UPM. ETSII. C/ José Gutiérrez Abascal, 2 - 28006 Madrid. Tfno: +34 91 3363060.
sfludena@hotmail.com

Recibido: 26/11/2010 • Aceptado: 09/05/2011

Strain-induced martensite precipitation. Martensite characterization in austenitic stainless steels

ABSTRACT

- Car manufacturers are looking for reducing emissions and hence cars weight. Austenitic stainless steels are one of the outstanding materials able to reduce weight of cars due to its combination of high strength and excellent formability. This paper describes the characterization of grades AISI-304, AISI-301 LN and AISI-316L by measuring the strain induced α -martensite content. Several techniques were compared in order to determine a correlation curve between ferritoscope measurement results and actual α -martensite contents. The studied methods involved X-ray diffraction, ferritoscope and quantitative optical metallography. The relationship between the ferritoscope results and actual α -martensite contents measured with the other techniques was found to be linear. The results of this study show that cold rolling is a suitable method to raise the material strength, while obtaining a sufficient formability.
- Keywords:** austenitic stainless steels, martensite transformation, deformation, forming process.

RESUMEN

Los fabricantes de automóviles buscan reducir las emisiones y aligerar el vehículo. Los aceros inoxidables austeníticos son una buena opción, ya que combinan alta resistencia con excelente conformabilidad. En este artículo se describe la caracterización de los aceros inoxidables AISI-304, AISI-301LN y AISI-316L, midiendo la cantidad de martensita inducida por deformación. Para ello, se emplearon distintas técnicas (métodos metalográficos, difracción de rayos X y ferritoscopio) y se determinó la correlación entre los resultados experimentales y los teóricos, que resultó lineal.

Los resultados muestran que la laminación en frío es una técnica apropiada para aumentar la resistencia del material, aprovechando las particularidades de la transformación martensítica.

Palabras clave: Aceros inoxidables austeníticos, transformación martensítica, deformación, conformación.

1. INTRODUCCIÓN

La seguridad de los pasajeros y la protección del medioambiente son las principales preocupaciones de los fabricantes de automóviles hoy en día. Como consecuencia, la reducción de peso de los automóviles es cada vez más importante. Los aceros inoxidables austeníticos, que combinan perfectamente una alta resistencia con una excelente conformabilidad, podrían ser una buena opción y además se pueden obtener otros beneficios, aprovechando las particularidades de la transformación austenita-martensita inducida durante la transformación en frío de estos aceros.

Sin embargo, la suma de endurecimiento por deformación en frío y de precipitación de martensita de la austenita metaestable, aunque de gran interés para la obtención de vehículos de bajo peso y con gran capacidad de absorción de energía, incrementa los fenómenos de recuperación elástica dificultando los procesos de conformado por deformación.

Con este estudio se pretende cuantificar la cantidad de martensita que precipita durante la laminación en frío de los aceros inoxidables austeníticos tipo X5CrNi18-10, X2CrNi18-7 y X2CrNiMo17-12-2 con distintos grados de endurecimiento por deformación en frío, así como la correlación entre precipitación de martensita y la variación de las propiedades mecánicas.

2. TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA EN ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS

Las buenas características mecánicas de estos aceros inoxidables pueden ser afectadas por la transformación martensítica inducida por deformación.

Los aceros inoxidables austeníticos metaestables tienen una estructura austenítica en estado de hipertemple, pero se transforman parcialmente a martensita durante la deformación. Esta transformación crea una estructura de material compuesto que supone un efecto de endurecimiento por esa deformación. La cantidad de martensita transformada dependerá de la composición química, la temperatura, la deformación aplicada y la velocidad con la que se aplica esta deformación.

La austenita en los aceros metaestables puede transformarse en dos tipos de martensita diferentes: una hexagonal compacta (martensita-e) y la otra de estructura cúbica centrada en el cuerpo (martensita-a'). Bain introdujo una teoría de cómo transforma la austenita en martensita a' o e, por un movimiento cooperativo de átomo. La transformación martensítica se cumple por la *distorsión de Bain*, deformación de cizalla en la interfase austenita-martensita que puede producirse por deslizamiento o maclaje.

Se ha estudiado que la martensita-a' nuclea en apilamiento de dislocaciones e intersecciones de bandas de deformación del tipo maclas y bandas de deslizamiento.

Las fases martensítica inducen cambios de volumen en comparación con la fase contigua austenítica. En el caso de la martensita-a' se genera una expansión en volumen que oscila entre el 1-4% y la martensita-e genera una contracción en volumen. Siguiendo los estudios de **Meter Hedström**, la martensita-a' es la mayor fase transformada en los austeníticos metaestables, alcanzando valores hasta del 45% en volumen a altas deformaciones plásticas; la presencia de martensita-e es mucho menor, aproximadamente del 5%.

La temperatura es un factor importante en la transformación inducida por deformación. Estas transformaciones afectan a las curvas tensión-deformación de los distintos aceros. Con un aumento de la temperatura y una disminución de la formación de martensita en la deformación, las curvas cambian de forma a una temperatura de 22°C (temperatura ambiente). A bajas temperaturas, las curvas tensión-deformación son características de una transformación excesiva de martensita.

3. TÉCNICAS DE MEDICIÓN DE LA CANTIDAD DE MARTENSITA

Para medir el contenido de martensita formada después de la deformación, se han empleado tres técnicas distintas: metalografía, difracción de rayos X e inducción magnética (ferritoscopio). Las dos primeras requieren preparación de muestras (corte, esmerilado, pulido, etc.) y ensayos previos que enmascaran el contenido real de martensita, mientras que las medidas por inducción magnética se pueden tomar *in-situ*, directamente sobre el material.

El único inconveniente que presenta el ferritoscopio es que debe calibrarse con otro método de medida, ya que mide directamente el contenido de ferrita-d; sin embargo, es fácil obtener la correlación entre este valor y el contenido de martensita.

Comparando las medidas obtenidas con los tres métodos, se confirma que el valor medido con el ferritoscopio es proporcional al contenido de martensita, es el más fiable y el que menos preparación requiere. Además, al poder tomar medidas directamente con el ferritoscopio, se tienen todos los valores de contenido de martensita en los distintos estados de tensión y deformación.

4. MÉTODO EXPERIMENTAL

La investigación se realizó con los aceros inoxidables tipo AISI-304 (X5CrNi18-10), AISI-301LN (X2CrNi18-7) y AISI-316L (X2CrNiMo17-12-2), según normas AISI y UNE-EN-10028-7:2000 respectivamente, tanto en estado de hipertemple como con diferentes grados de laminación en frío.

El acero tipo X5CrNi18-10 fue laminado en frío en un pequeño laminador a escala de laboratorio obteniendo diferentes grados de reducción de espesor: 5%, 12%, 15%, 30%, 50% y 70%. En el caso del acero X2CrNi18-7 los grados de reducción fueron del 7% y 10%, mientras que el acero X2CrNiMo17-12-2 fue siempre ensayado sin reducción. En todos los casos se partió de chapas de dimensiones 100x250 mm obtenidas de bobinas comerciales de espesor 1'5 mm, siendo la dimensión mayor la de la dirección de laminación.

El contenido de martensita-a' se determinó mediante metalografía, difracción de rayos X y ferritoscopio.

4.1. METALOGRAFÍA

Todas las probetas se pulieron electrolíticamente con el equipo *Struers Lectropol-5*. Se atacaron electrolíticamente con ácido oxálico al 10% para mostrar el borde de grano de la austenita. Para colorear la fase martensita-a' se utilizó el fluido férrico EMG807 (*Ferrofluidics Corp.*).

4.2. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Las medidas se determinaron con un equipo *Stresstech Xstress 3000*. La intensidad de los rayos X difractados se

utilizó para calcular el contenido de martensita. Para que las medidas no se vieran afectadas por la textura e inclinación del haz, se eliminó la capa superficial mediante electropulido.

4.3. FERRITOSCOPIO

La permeabilidad magnética, μ_p , de la probeta se midió mediante el ferritoscopio MP30, fabricado por *Helmut Fischer GMBH*. Hay una correlación directa entre la permeabilidad relativa μ_r y la cantidad de ferrita y martensita contenida en la probeta. Sin embargo, la red tetragonal de la martensita- α' , de alta distorsión reticular y gran densidad de dislocación, tiene diferente μ_r que la ferrita- α' . Las lecturas del ferritoscopio son siempre más bajas que el contenido real de martensita- α' , y por ello es necesaria una calibración.

Para obtener el contenido de martensita- α' , $C_{a'}$, como función de la respuesta magnética del ferritoscopio (mr) sin el efecto de la martensita superficial, la nueva curva de calibración se puede escribir para una respuesta magnética $mr > 1\%$ como:

$$C_{a'} = 100 \left[0.17 + 0.11(mr + 15) - \left(\frac{4}{mr + 15} \right) - \left(\frac{8}{(mr + 15)^2} \right) - \left(\frac{4000}{(mr + 15)^3} \right) \right]$$

Se validó esta ecuación para todos los estados de deformación.

En el siguiente gráfico (Fig. 1), se observan las medidas del contenido de martensita- α' determinadas por difracción de rayos X, previo electropulido de la superficie, vs el contenido de martensita- α' medido por el ferritoscopio, así como los porcentajes de martensita- α' existentes en las microfotografías obtenidas por deposición de fluido férrico.

Se comparan, en el mismo gráfico, con las curvas obtenidas por **Hecker** y **Peterson** en ensayos de tracción a bajas temperaturas (para obtener volumen alto de martensita) y la obtenida por **Hünicke** a temperatura ambiente. Todos los puntos coinciden prácticamente en la nueva curva de calibración, independientemente del estado de deformación.

El tamaño de grano de los aceros inoxidables estudiados está en el intervalo 16-19 μm , lo que corresponde al tamaño de grano ASTM N° 8 a 9. El acero X5CrNi18-10 tiene una estructura de grano equiaxio uniforme, sin martensita- α' . Aumentando el grado de laminación en frío, la estructura de grano se va alargando y se forma martensita- α' .

La Figura 2 muestra la microestructura y el contenido de martensita- α' de los aceros hipotemplados X2CrNiMo17-12-2 y X2CrNi18-7, y de los aceros laminados en frío X2CrNi18-7/7% y X5CrNi18-10/5%.

El acero X2CrNiMo17-12-2 no muestra martensita- α' en la microfotografía; sin embargo, las medidas del ferritoscopio evidencian una fase magnética, como consecuencia de la pequeña cantidad de ferrita- δ formada en el proceso de fabricación del acero.

El acero X2CrNi18-7 tiene, como el X5CrNi18-10, una estructura de grano equiaxio uniforme con algo de martensita- α' . Cuando se lamina en frío un 7%, la estructura de grano se alarga y se forma martensita- α' .

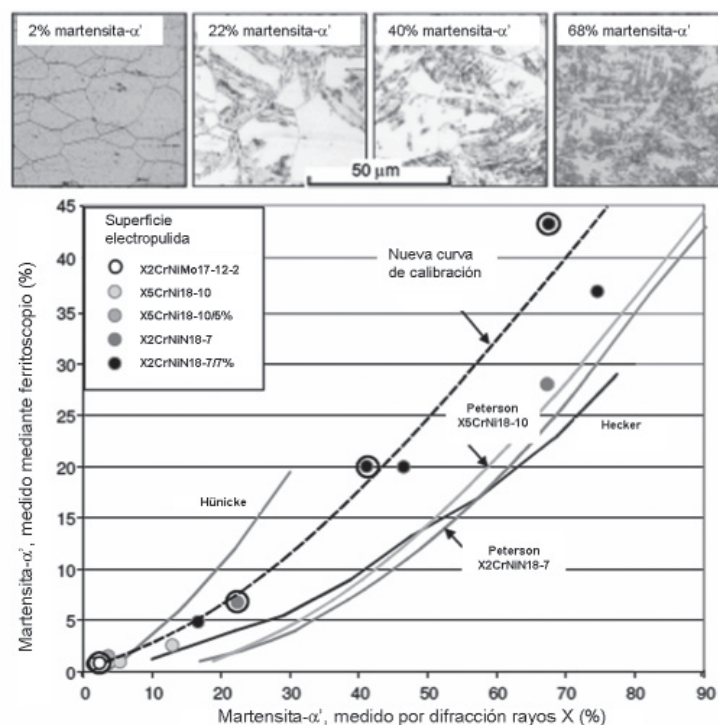


Fig. 1: Nueva curva de calibración sin el efecto de la martensita superficial

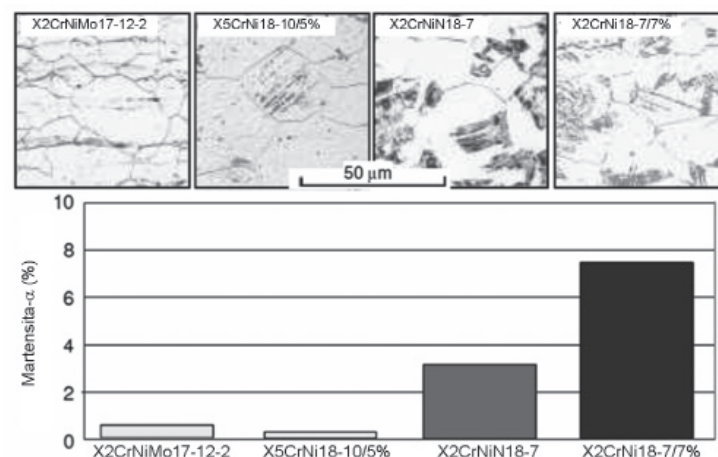


Fig. 2: Microestructura y contenido de martensita- α' de los aceros hipotemplados X2CrNiMo17-12-2 y X2CrNi18-7 y de los aceros laminados en frío X2CrNi18-7/7% y X5CrNi18-10/5%.

Los resultados por difracción de rayos X y mediante ferritoscopio son acordes a la microestructura del material. Cerca del 8% de martensita se forma en el material laminado en frío.

5. ENSAYO DE TRACCIÓN

El análisis de la deformación fue estudiado por los sistemas de *Argus* y *Aramis* de la compañía *Gom*. Las

propiedades mecánicas se determinaron en un ensayo de tracción con probetas cortadas según la norma EN 10002, a 0°, 45° y 90° de la dirección de laminación. Los ensayos cuasiestáticos se realizaron a temperatura ambiente. El proceso de laminación en frío conlleva un incremento del límite elástico y de la resistencia a la tracción, mientras que la ductilidad se reduce.

Los resultados de las medidas de martensita- α' están en consonancia con las microfotografías; cerca de la rotura los granos se deforman fuertemente. Con un aumento de la distancia conforme a la rotura, el grano se alarga menos.

En la Figura 3 se comparan las curvas tensión-deformación para los distintos aceros ensayados. Una baja resistencia y una ductilidad intermedia presenta el acero X2CrNiMo17-12-2. El acero X5CrNi18-10 tiene valores más altos con una deformación menor laminado en frío. Al acero X2CrNi18-7, con un 7% de laminación, la deformación en frío implica un aumento de la resistencia pero un descenso en la ductilidad. Una vez más, la laminación en frío provoca un aumento en la resistencia, pero disminuyendo la ductilidad.

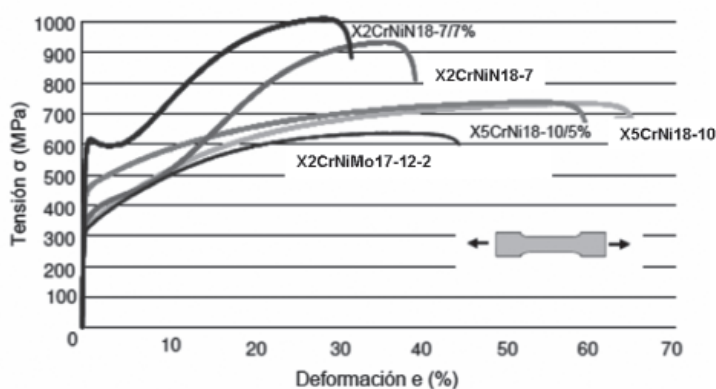


Fig. 3: Comparación entre las curvas tensión-deformación del acero X2CrNiMo17-12-2 con los aceros X5CrNi18-10 y X2CrNi18-7

En la Figura 4 aparecen los correspondientes valores del coeficiente n , como función de la deformación real, para los aceros X5CrNi18-10, X5CrNi18-10 (def. 5%), X2CrNi18-7 y X2CrNi18-7 (def. 7%) y la curva de fluencia para el acero X2CrNi18-7 (def. 7%). Para todos los aceros, el valor n cambia en función de la deformación real ϵ . El valor n de los aceros X5CrNi18-10 y X5CrNi18-10 (def. 5%) aumenta continuamente hasta el inicio del cuello. El valor n para el acero X5CrNi18-10 se mantiene prácticamente constante para $\epsilon > 0.1$ y siempre por encima de los valores n del acero laminado en frío X5CrNi18-10 (def. 5%). Por otra parte, el valor n del acero X2CrNi18-7 aumenta rápidamente y alcanza un valor máximo. Después el valor n disminuye, y en el inicio del cuello a ϵ_g la pendiente cae rápidamente. Una forma similar de la curva se obtiene para el acero X2CrNi18-7 (def. 7%), pero el valor máximo

de n de 0.56 es mucho más bajo para el acero hipertemplado X2CrNi18-7. El coeficiente n de endurecimiento por deformación tiene un nivel constante para $\epsilon > 0.1$ sólo para el acero estable X2CrNiMo17-12-2. En consecuencia, el valor n para el acero X2CrNiMo17-12-2 se puede calcular según EN 10130.

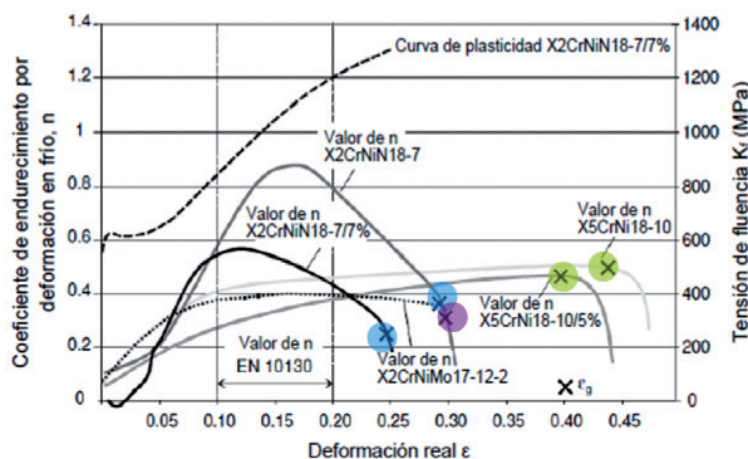


Fig. 4: Valores del coeficiente n , como función de la deformación real, para los aceros X5CrNi18-10, X5CrNi18-10/5%, X2CrNi18-7 y X2CrNi18-7/7%, y curva de plasticidad para el acero X2CrNi18-7/7%.

6. RESULTADOS OBTENIDOS

La interacción entre plasticidad y transición de fases en la deformación de los aceros inoxidables austeníticos metaestables se traduce en la obtención de martensita y el aumento de la resistencia mecánica por encima de 2 GPa. La composición química del acero, la cantidad de deformación plástica y la temperatura de conformación son los parámetros que controlan la fracción volumétrica de martensita inducida por deformación en los aceros austeníticos.

Los resultados obtenidos mediante ferritoscopio y por difracción de rayos X en las distintas muestras presentaron una buena correlación con las curvas publicadas por Hecker y Peterson.

El límite elástico del material X5CrNi18-10 se aumentó mediante laminación en frío debido al fenómeno de endurecimiento por deformación y a la formación de martensita- α' . Sin embargo, ésta fue relativamente baja, sólo el 9% de martensita- α' se formó después del 15% de laminación en frío. Aparentemente, las fuerzas de compresión durante la laminación en frío ralentizaron la formación de martensita- α' , ya que la transformación austenita $\rightarrow$ martensita- α' conduce a un aumento de volumen.

El acero estable X2CrNiMo17-12-2, al no tener martensita precipitada, presentaba un bajo endurecimiento por deformación y una baja resistencia a la tracción. En el acero metaestable X2CrNi18-7 la formación de martensita

inducida por deformación aumentaba la velocidad de endurecimiento, especialmente nada más comenzar la formación de martensita- α' .

Esto condujo a niveles más altos de resistencia a la tracción que los obtenidos con los aceros más estables X2CrNiMo17-12-2 y X5CrNi18-10. Para el acero X2CrNi18-7 laminado en frío, el límite elástico tenía lugar a una deformación real ϵ baja.

La formación de martensita influyó fuertemente en la ductilidad obtenida. En el acero metaestable X2CrNi18-7 se alcanzó un bajo alargamiento a la rotura inducido por la rápida formación de martensita.

7. CONCLUSIONES

El conocimiento de la cantidad de martensita precipitada por deformación en frío en los aceros inoxidables austeníticos metaestables es fundamental para los eventuales procesos de conformado de chapas de carrocerías de automóvil.

El hecho de que la precipitación de martensita dependa, entre otros factores, de la cantidad y velocidad de deformación, complica el estudio de los fenómenos de recuperación elástica en los aceros inoxidables con respecto al de otros materiales comúnmente empleados en la fabricación de partes del automóvil.

martensitic transformation of metaestable austenitic steel". *Acta Materialia*. 2004. Vol. 52 N° 17, p. 5203-5214.

- Hecker S, Stout MG, Staudhammer KP. "Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel. Part I: Magnetic measurements and mechanical behaviour". *Metallurgical Transactions*. 1982. Vol. 13A, p. 619-626.
- Nagy E, Mertinger V, Tranta F et al. "Deformation of induced martensitic transformation in stainless steel". *Materials Science and Engineering*. 2004. Vol. 378 N° 1-2, p. 308-313.
- Peterson SF, Mataya MC, Matlock DK. "The formability of austenitic stainless steel". *JOM*. 1997. Vol. 49 N° 9, p. 54-58.
- Talonen J, Aspegren P. "Comparison of different methods for measuring strain induced martensite content in austenitic stainless steels". *Materials Science and Technology*. 2004. Vol. 20 N°12, p. 1506-1512.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Beese A. *Quantification of phase transformation in stainless steel 301 LN sheets*. MIT. 2008.
- Cantor B, Grant P, Johnston C. *Automotive engineering: lightweight, functional and novel materials*. Taylor & Francis. 2008. ISBN 978-0-7503-1001-7.
- De Ka, Murdock DC, Mataya MC. "Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction". *Scripta Materialia*. 2004. Vol. 50 N° 12, p. 1445-1449.
- Ferreira H, Lima P, Oliveira P. "Deformation induced martensite in an AISI 301LN stainless steel: characterization and influence on pitting corrosion resistance". *Materials Research*. 2007. Vol. 10, N° 4, p. 359-366.
- Garion C, Skoczen B, Sgobba S. "Constitutive modelling and identification of parameters of the plastic strain-induced martensitic transformation in 316L stainless steel at cryogenic temperatures". *International Journal of Plasticity*. 2006. Vol. 22 N° 7, p. 1234-1264.
- Han HN, Gil Lee C, Sung-Joon K. "A model for deformations behaviour and mechanically induced