



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

CARACTERIZACIÓN ULTRASÓNICA DE LA DENSIDAD DE DISLOCACIONES EN
ACEROS

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERA CIVIL MECÁNICA

JAVIERA FERNANDA GONZÁLEZ REYES

PROFESOR GUÍA:
NICOLÁS MUJICA FERNÁNDEZ

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
RODRIGO PALMA HILLERNS
VICENTE SALINAS BARRERA

ESTE TRABAJO HA SIDO
FINANCIADO POR EL PROYECTO
FONDECYT N° 1191179

SANTIAGO DE CHILE
2021

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR
AL TÍTULO DE INGENIERA CIVIL MECÁNICA
POR: JAVIERA FERNANDA GONZÁLEZ REYES
FECHA: 2021
PROF. GUÍA: NICOLÁS MUJICA FERNÁNDEZ

CARACTERIZACIÓN ULTRASÓNICA DE LA DENSIDAD DE DISLOCACIONES EN ACEROS

Las dislocaciones son un tipo de defecto en la red cristalina de materiales metálicos y son esenciales para poder explicar el comportamiento plástico que éstos poseen. Es de conocimiento general que estas interactúan con ondas elásticas, por eso es que la tecnología de ultrasonido es atractiva para ser utilizada como método de sondaje cuantitativo no intrusivo de estos defectos. Se ha estudiado extensivamente de forma teórica y experimental, que la velocidad de propagación de ondas elásticas decae por la presencia de dislocaciones.

En el presente trabajo se utilizan técnicas ultrasónicas para caracterizar los estados de deformación de piezas de acero. En particular, se realizan procedimientos experimentales para cuantificar la densidad de dislocaciones de forma continua e *in situ* durante ensayos de tracción de probetas de acero inoxidable austenítico 304L, utilizando la técnica de propagación de pulsos que otorga medidas de la velocidad de propagación de onda sobre el material. Asimismo, se utiliza la técnica de propagación de pulsos y de segunda generación armónica sobre muestras de acero TWIP con distintos niveles de deformación inducida: 0%, 10% y 20%. Este último material tiene la peculiaridad de formar maclas mecánicas como mecanismo complementario de deformación plástica al deslizamiento de dislocaciones, lo cual también se intenta caracterizar experimentalmente de manera incipiente mediante las técnicas ultrasónicas. Por otro lado, se presenta una nueva formulación propuesta por F. Lund para el parámetro acústico no-lineal, el cual ha demostrado ser mucho más sensible a la densidad de dislocaciones que la velocidad, esta se compara con la fórmula usual, a través de datos experimentales obtenidos por medio de la segunda generación armónica.

Los resultados del procedimiento experimental empleado sobre las probetas de acero inoxidable austenítico 304L dan cuenta de un monitoreo continuo y en tiempo real del tiempo de vuelo de ondas transversales. No obstante, el espesor medido a partir de sensores inductivos de posición no contó con la exactitud necesaria debido a fuentes de error sistemático, por lo cual el cómputo de la velocidad a partir de estas dos variables no demostraba el comportamiento predicho, por esta razón se realizó una corrección sobre el espesor la cual permitió observar claramente lo que se presumía: una velocidad aproximadamente constante durante la zona elástica y un decaimiento abrupto durante la deformación plástica debido a la proliferación de dislocaciones. En cuanto a los resultados obtenidos sobre las muestras de acero TWIP, se demuestra a partir de estos datos que la nueva formulación propuesta sobre el parámetro acústico no-lineal es más precisa. Se calcula el parámetro acústico no-lineal a partir de esta nueva formulación y se compara con las cantidades lineales de velocidad para ondas transversales y longitudinales. Se distinguen diferencias entre los tres niveles de deformación para los tres parámetros, siendo consistentes entre sí el parámetro acústico no-lineal y la velocidad de ondas transversales. Se precisa la posibilidad de tres fenómenos interactuando simultáneamente en la microestructura: deslizamiento de dislocaciones, formación de maclas y disminución del tamaño de grano.

A mi madre y padre.

Agradecimientos

Muchas gracias a todas las personas quienes colaboraron directa e indirectamente en la realización de este trabajo. Especialmente a Nicolás Mujica, profesor guía, que siempre tuvo buena voluntad para contestar mis dudas y prestar ayuda en los momentos que necesité. Es un profesor muy comprometido con su labor. Agradezco también a Vicente Salinas y Verónica Gaete, quienes también fueron mentores y guías clave durante el trabajo experimental. Extiendo el agradecimiento a Fernando Lund, Rodrigo Espinoza y Claudio Aguilar, cuyo apoyo dentro del grupo de trabajo fue constante, oportuno y enriquecedor. Sin su ayuda y enseñanzas nada de esto habría sido posible.

Agradezco también a mi familia y haber crecido en un hogar cariñoso, en donde nunca falta la risa. Gracias por haberme transmitido el valor de vivir la vida con optimismo, empatía y respeto hacia los demás. Gracias a mi madre por transmitirme la importancia de la humildad.

Por último, agradezco a cada persona con la que me topé en este proceso de largo aliento. Dentro de la universidad, relaciones de distinta índole, que me ayudaron a sortear lo académico y lo cuesta arriba que a veces se pone. También amistades, de conversaciones largas, risas y cantos. Todas las instancias me dejaron un aprendizaje que aprecio profundamente.

Como dijo la Violeta, gracias a la vida, que me ha dado tanto. Que sin saber me ha llevado por caminos inusitados y profundos. Ahora me rearmo para seguir sorprendiéndome y aprendiendo, continuo el relato de mi vida con un nuevo capítulo.

Tabla de Contenido

Introducción	1
1. Antecedentes	4
1.1. Defectos cristalinos en materiales metálicos	4
1.1.1. Dislocaciones	5
1.1.2. Maclas y bordes de macla	7
1.2. Ensayo de tracción	8
1.2.1. Diagrama Esfuerzo-Deformación	9
1.3. Materiales	12
1.3.1. Acero inoxidable austenítico AISI 304L	12
1.3.2. Acero TWIP	13
1.4. Ultrasonido	16
1.4.1. Ultrasonido y dislocaciones	17
1.4.2. Ultrasonido como sonda para la plasticidad	17
2. Metodología	24
2.1. Medidas <i>in situ</i> en acero inoxidable austenítico AISI 304L	24
2.1.1. Materiales	24
2.1.2. Técnica de propagación de pulsos	24
2.2. Procedimiento para ensayo de tracción	26
2.2.1. Montaje experimental	28
2.3. Medidas <i>ex situ</i> en acero TWIP	30
2.3.1. Materiales	30
2.3.2. Muestras de acero TWIP	30
2.3.3. Procedimiento de ultrasonido	30
3. Resultados y discusión	33
3.1. Medidas <i>in situ</i> en acero inoxidable austenítico AISI 304L	33
3.1.1. PZ01	34
3.1.2. PZ02	35
3.1.3. PZ03	37
3.1.4. Sumario	38
3.2. Medidas <i>ex situ</i> en acero TWIP	40
3.2.1. Velocidad de propagación	41
3.2.2. Segunda generación armónica	42
Conclusión	45

Índice de Tablas

1.1.	Principales elementos aleantes del acero inoxidable austenítico AISI 304L: cromo (Cr), níquel (Ni), carbono (C), manganeso (Mn), fósforo (P), azufre (S), silicio (Si), nitrógeno (N) y hierro (Fe) [36].	13
1.2.	Propiedades mecánicas acero inoxidable austenítico AISI 304L [21].	13
1.3.	SFE para distintas aleaciones TWIP y otros materiales metálicos FCC [11, 24, 35, 4].	16
2.1.	F_Y y F_{UTS} para las probetas de acero inoxidable austenítico 304L.	27
2.2.	Carga máxima para cada ensayo de tracción. Nomenclatura PZ hace referencia a <i>Plastic Zone</i>	28
3.1.	Dimensiones de las muestras de acero TWIP con 0 % de deformación.	40
3.2.	Dimensiones de las muestras de acero TWIP con 10 % de deformación.	40
3.3.	Dimensiones de las muestras de acero TWIP con 20 % de deformación.	40

Índice de Ilustraciones

1.1.	Posiciones atómicas a lo largo de una dislocación de arista. La dislocación se encuentra perpendicular al plano de la página [5].	5
1.2.	Vista isométrica de una dislocación helicoidal dentro de un cristal [5].	6
1.3.	Cuando se le aplica un esfuerzo cortante a una dislocación en (a), los átomos se desplazan (b). (c) El movimiento continuo de la dislocaciones eventualmente crea un escalón (d) y el cristal es deformado [1].	7
1.4.	Resultado de la formación de una macla dentro de un cristal. Se aprecia la división del grano en tres distintos segmentos [18].	8
1.5.	Representación esquemática de máquina de ensayo de tracción. Elaboración propia, modificada de [5].	9
1.6.	Diagrama σ - ε representativo para materiales dúctiles, ingenieril (—) y real (---). Elaboración propia, modificado de [10].	10
1.7.	Rango general de esfuerzo de fluencia [MPa] y elongación total [%] sobre distintas aleaciones de acero comercial. Las aleaciones de acero enumeradas incluyen: aceros de bajo carbono (FeP01-P05-P06), aceros inoxidable austeníticos (<i>austenitic stainless</i>), aceros aleados con aluminio (<i>Al-alloys</i>), aceros endurecibles por recocido (BH), aceros de alta resistencia baja aleación (HSLA), aceros de fase dual (DP), aceros de fase compleja (CP), aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP), aceros martensítico (MART) y aceros TWIP [13].	14
1.8.	Esquema del mecanismo de endurecimiento por deformación en aceros TWIP. Ω es el camino libre medio que pueden recorrer las dislocaciones (Imagen de elaboración propia, modificada desde [11]).	15
1.9.	v_T versus Λ para cinco muestras con distintos tratamientos termo-mecánicos. Valores de v_T obtenidos por medio de técnica RUS, valores de Λ obtenidos mediante XRD [29].	18
1.10.	Λ versus σ , obtenido mediante técnica de ultrasonido, en escala semi-log. Además, la densidad de dislocaciones obtenida mediante TEM y XRD [34].	19
1.11.	(a-b) β' versus v_T , para Al y Cu respectivamente; se midió sobre cuatro muestras con distinta densidad de dislocaciones inducida para ambos materiales. (c) β' versus x para un paralelepípedo de Al deformado mediante ensayo de flexión de tres puntos de apoyo a una fuerza máxima de 5 kN; medidas hechas sobre las caras frontales (azul) y caras laterales (rojo) [15].	21
2.1.	Ejemplo de pulso emitido, generado de forma digital.	25

2.2.	(a): Ejemplo de pulso emitido y recibido. (b): Envolventes de señal emitida y recibida. El tiempo de vuelo puede estimarse como la diferencia entre los tiempos de amplitud máxima de las envolventes.	26
2.3.	(a) Vista frontal de probeta de acero ensayada bajo el estándar ASTM E8/E8M. (b) Vista lateral. Medidas en [mm].	26
2.4.	Esquema del montaje experimental. Los transductores se fijan a la probeta a través de un sistema compuesto por dos piezas acrílicas rectangulares que se sujetan entre sí por medio de una fuerza de compresión constante ejercida por dos pernos y dos resortes. Los sensores inductivos se poscionan en contacto con las piezas acrílicas.	28
2.5.	Imagen del montaje experimental real.	29
2.6.	Disposición de las muestras cortadas para el proceso de laminación. (A) corresponde a la dirección de laminación, (B) al espesor y (C) a la dirección transversal al laminado. d_A , d_B y d_C son los espesores correspondientes a las direcciones de medición.	31
2.7.	Esquema del montaje experimental utilizado para las mediciones de SHG sobre muestras de acero TWIP [15].	32
3.1.	(a): TOF versus σ . (b): Espesor medido (Δ) y espesor corregido mediante interpolación lineal (∇) versus σ	34
3.2.	(a): v_T , calculado a partir de mediciones continuas y en tiempo real de TOF y espesor, versus σ . (b): v_T corregido versus σ	35
3.3.	(a): TOF versus σ . (b): Espesor medido (Δ) y espesor corregido mediante interpolación lineal (∇) versus σ	36
3.4.	(a): v_T calculado a partir de mediciones continuas y en tiempo real de TOF y espesor, versus σ . (b): v_T corregido versus σ	36
3.5.	(a): TOF versus σ . (b): Espesor medido (Δ) y espesor corregido mediante interpolación lineal (∇) versus σ	37
3.6.	(a): v_T calculado a partir de mediciones continuas y en tiempo real de TOF y espesor, versus σ . (b): v_T versus σ	38
3.7.	(a): σ versus ε para tracciones PZ01 y PZ02. (b): v_T corregido versus σ en escala semi-log para PZ01, PZ02 y PZ03. Las líneas horizontales y verticales, en (a) y (b) respectivamente, corresponden al esfuerzo de fluencia medido según Christensen [7].	39
3.8.	(a): Λ versus σ para $L = 10$ [nm]. (b): Λ versus σ para $L = 100$ [nm]. Ambos gráficos contienen la información correspondiente a PZ01, PZ02 y PZ03.	39
3.9.	(a): v_T versus [%] de deformación. (b) v_L versus [%] de deformación.	41
3.10.	Patrón de emisión típico de un transductor, N es la longitud del campo cercano. Imagen adaptada de [9].	42
3.11.	(a): Escalamiento $V_{2w} = m_1 V_w^2$ aplicada a los datos experimentales (*), ajuste lineal (---) con $R^2 = 0.9896$ y ajuste cuadrático (—) con $R^2 = 1$. (b) Escalamiento $V_{2w} = m_2 V_w^{4/3}$, ajuste lineal (---) con $R^2 = 0.9993$	42
3.12.	(a): β' versus [%] de deformación. (b): β' versus v_T . El parámetro β' calculado a partir de la ley de potencia de cuatro tercios.	43

Introducción

El acero ha sido y continúa siendo un material indispensable para el desarrollo de la vida humana. Al analizar la vida actual no es difícil notar que este material está presente en casi todas partes. Se encuentra en edificaciones, en las calles, en las máquinas que generan y conducen energía, en automóviles, aviones, trenes, además de muchos otros utensilios y herramientas que son utilizadas por las personas a diario. Este material metálico es una aleación de hierro y carbono cuyas propiedades tales como resistencia, dureza y ductilidad le adjudican una gran versatilidad, razón por la cual es ampliamente utilizado en la industria en general.

Desde la antigüedad se desarrollan métodos para la creación y producción de distintos tipos de acero, agregando en su composición otros elementos aleantes para lograr el comportamiento y rendimiento deseado. Dado su uso intensivo es que el estudio de este material es de larga data y se ha inmiscuido en cómo sus propiedades macroestructurales se definen a partir de sus características microestructurales. Por esta razón es que constantemente se hacen esfuerzos desde la ingeniería y las ciencias para desarrollar instrumentos que permitan caracterizar y controlar estas últimas.

La microestructura de los materiales metálicos en general y del acero en particular está compuesta de pequeños cristales o cristalitos (i.e son sólidos cristalinos) que crecen en distintas orientaciones hasta chocar unos con otros, no obstante estos no son perfectos y pueden contener defectos en su interior. En las últimas décadas ha existido un especial interés por estudiar los defectos lineales denominados dislocaciones. Las dislocaciones deforman la estructura de red cristalina en materiales sólidos y son especialmente útiles para explicar el endurecimiento y la deformación plástica en metales y aleaciones. Cuando un material metálico es sometido a tensión y sobrepasa su límite elástico se origina un aumento dramático en el número de dislocaciones, las cuales interactúan y deslizan dando paso al fenómeno mejor conocido como fluencia. Es por este motivo que la densidad de dislocaciones es un parámetro clave para evaluar el estado de deformación de una muestra o pieza en servicio. Sin embargo, aún no ha sido posible lograr el desarrollo de una herramienta cuantitativa, precisa y no intrusiva que permita caracterizar algo tan simple como la densidad. En la actualidad, existen métodos como la microscopía electrónica de transmisión (*Transmission Electron Microscopy*, TEM) que permite visualizar y medir la longitud de las dislocaciones en imágenes tomadas con microscopio, obteniéndose también una estimación de la densidad, aunque sólo se pueden obtener mediciones locales sobre pequeñas muestras con una preparación especial, en particular destructiva de la muestra, en cuyo proceso además se modifica la densidad de dislocaciones del material. Otro procedimiento utilizado es el de difracción de rayos-X (*X-ray*

Diffraction, XRD) que consiste en analizar el espectro de difracción de rayos X de la muestra. A partir del ensanchamiento de los picos de difracción es posible obtener una medida de la densidad de dislocaciones, la cual es sin embargo poco precisa. En resumen, ambos métodos son difíciles de implementar, obteniendo resultados que en general son poco precisos al presentar altos niveles de error asociado. Por lo tanto, el desarrollo de un procedimiento alternativo para medir la densidad de dislocaciones que sea preciso, no intrusivo y simple de ejecutar es un horizonte de investigación deseable.

Por otro lado, la tecnología de ultrasonido ha sido utilizada ampliamente como una herramienta no destructiva de muestreo por ya varias décadas puesto que la energía utilizada es bastante baja en comparación a la energía necesaria para deformar, fracturar o alterar el material bajo ensayo. Asimismo, es un hecho que la propagación de ondas elásticas se ve afectada por defectos e interfaces dentro de la estructura del material, por lo que monitorear la propagación de un pulso ultrasónico sobre un material metálico proporciona información acerca de su microestructura interna pues las dislocaciones interactúan con las ondas elásticas. Desde este conocimiento es que se comienza a vislumbrar y desplegar el desarrollo de una técnica que permita monitorear la proliferación de estos defectos. Poseer una herramienta de estas características es de gran relevancia para la ingeniería y la industria en general, pues en el futuro se podrían fabricar materiales metálicos hechos a “la medida” que tengan mayor vida útil o que sean utilizados en la fabricación de piezas para aplicaciones más complejas que requieran materiales con mejores propiedades mecánicas.

Otro defecto asociado a la red cristalina que ha acaparado mayor atención en las últimas décadas son los bordes de macla. Corresponde a un defecto de tipo superficial que proporciona planos de deslizamiento adicional para el movimiento de las dislocaciones y puede actuar al mismo tiempo como un obstáculo para ellas. Se ha incrementado el interés por estos defectos microestructurales en la industria automotriz y metalúrgica ya que se han hecho grandes avances tecnológicos al fabricar una nueva gama de aceros de alta resistencia dentro de los cuales se encuentra el acero TWIP. Este material tiene la singularidad de formar maclas mecánicas al someterse a régimen de deformación plástica y es especialmente atractivo para la fabricación de partes que requieran alta absorción de energía y resistencia a los choques debido a que posee alta resistencia a la tracción, tenacidad y ductilidad. En la actualidad existen limitaciones en el estudio de la dinámica del comportamiento de maclas, bordes de macla y su interacción con ondas elásticas, pero a causa de las excelentes propiedades mecánicas que se obtienen por la creación de ellas como mecanismo de deformación en este tipo de aceros, es que se vuelven un objeto de estudio llamativo para ser analizado en profundidad desde el ámbito experimental.

Sobre lo antes expuesto es que se cimienta esta memoria cuyo trabajo consiste principalmente en efectuar medidas de ultrasonido sobre piezas de acero inoxidable y acero TWIP y relacionarlas con su microestructura. Los objetivos de este estudio se presentan a continuación.

Objetivos

Objetivo General

Estudiar la densidad de dislocaciones mediante medidas ultrasónicas en muestras de acero inoxidable austenítico AISI 304L y acero TWIP.

Objetivos Especificos

- Realizar medidas ultrasónicas *in situ* en máquina de tracción durante ensayos de deformación plástica en muestras de acero inoxidable austenítico AISI 304L.
- Realizar medidas ultrasónicas *ex situ* en muestras de acero TWIP.
- Caracterizar la velocidad de ondas transversales (cantidad lineal) en función de la variación de la densidad de dislocaciones.
- Caracterizar el parámetro de segunda generación armónica (cantidad no-lineal) en función de la variación de la densidad de dislocaciones.

Alcance

El alcance de este trabajo de memoria de título radica en la toma de datos experimentales sobre piezas de acero, utilizando técnicas ultrasónicas de medición, y así correlacionar el cambio de las propiedades acústicas de las muestras con sus cambios microestructurales.

Capítulo 1

Antecedentes

Caracterizar las propiedades mecánicas en metales y aleaciones es de vital importancia para la ingeniería y sus aplicaciones en la industria. Los ensayos mecánicos utilizados en el presente cuentan con dos principales desventajas: la primera es que típicamente estos ensayos son destructivos por lo que no pueden ser empleados en piezas que se encuentren en servicio, la segunda es que los ensayos destructivos existentes (como TEM y XRD) son de alto costo monetario. Por ello es que el desarrollo de un ensayo no destructivo que pueda ser aplicado sobre piezas metálicas que se encuentren en servicio sin interferir con su trabajo normal puede ser extremadamente beneficioso.

En este capítulo se describen los antecedentes que dan fundamento a este trabajo de memoria. En primer lugar, se expone acerca de los defectos cristalinos para discutir específicamente entorno a las dislocaciones y las maclas y los bordes de macla. Luego se explica de forma general en qué consiste un ensayo de tracción, procedimiento empleado durante la realización del presente trabajo. En seguida, se definen cualitativamente los aceros a partir de los cuales se fabricaron las muestras a caracterizar. Para finalizar esta sección se contextualiza el desarrollo teórico en torno a la técnica de ultrasonido, como método de sondaje cuantitativo no intrusivo de la densidad de dislocaciones en materiales metálicos, se citan resultados experimentales obtenidos en investigaciones anteriores.

1.1. Defectos cristalinos en materiales metálicos

Teóricamente un cristal perfecto corresponde a un arreglo o red tridimensional de un conjunto de átomos que tiene un patrón de repetición regular en el espacio, la porción más simple que compone esta red se denomina celda unitaria y reproduce al cristal al repetirse mediante traslación.

La microestructura de los materiales metálicos está conformada íntegramente por pequeños cristales también llamados granos. Estos no son perfectos sino que, por el contrario, presentan imperfecciones o defectos en su interior. Los defectos se clasifican según su geometría y estos pueden ser puntuales, lineales, superficiales o volumétricos.

1.1.1. Dislocaciones

Una dislocación es un defecto de tipo lineal de la red cristalina y consiste en el cambio abrupto en la estructura de los átomos a lo largo de un segmento, por lo que algunos de estos átomos se encuentran desalineados respecto a lo que sería su localización dentro de una red cristalina perfecta. En la Figura 1.1 se ha representado una dislocación denominada dislocación de borde o de arista, en la cual se observa una porción extra de un plano de átomos.

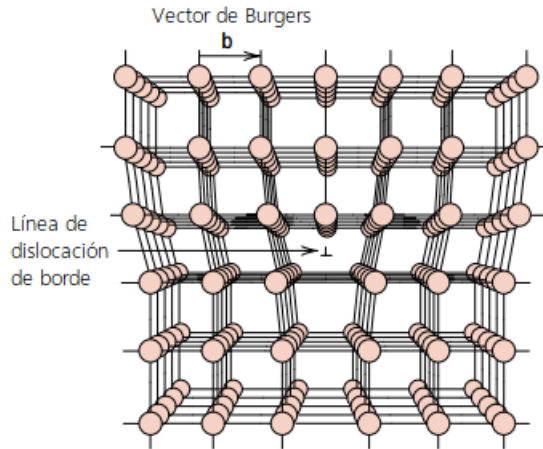


Figura 1.1: Posiciones atómicas a lo largo de una dislocación de arista. La dislocación se encuentra perpendicular al plano de la página [5].

La dislocación de borde puede ser pensada como si un cristal perfecto fuese cortado por un plano y luego el espacio que deja el corte es llenado por un semiplano de átomos. La línea de dislocación es la que va a lo largo de aquel borde de plano extra de átomos que termina dentro del cristal. En la Figura 1.1, se muestra una dislocación de borde la cual es perpendicular al plano de la página. En la región afectada por la dislocación existe una red localmente distorsionada en la cual los átomos situados por arriba de la dislocación están comprimidos mientras que los que se encuentran por abajo están sometidos a tensión [5]. Para describir una dislocación hacemos uso del vector de Burgers. Este representa la magnitud y el desplazamiento que sufren los átomos de la red a lo largo de la dislocación y es perpendicular a la línea de dislocación cuando esta es de borde, tal como se muestra en la Figura 1.1.

Otro tipo de dislocaciones, son las dislocaciones helicoidales o de tornillo. A diferencia de la anterior el vector de Burgers es paralelo a la línea de la dislocación, como se puede apreciar en la Figura 1.2. Por último, existen también dislocaciones de tipo mixtas en las cuales el vector de Burgers tiene una orientación entre 0° y 90° respecto a la línea de dislocación.

Movimiento de dislocaciones y su importancia

Cuando a un metal se le aplica un esfuerzo suficientemente grande o crítico las dislocaciones pueden comenzar a moverse mediante deslizamiento. El deslizamiento de dislocaciones es el principal mecanismo por el cual se produce la deformación plástica, la cual se define como la deformación irreversible o el cambio en la forma que se mantiene cuando se ha removido la fuerza que provocó la deformación. Cuando un metal es sometido a cargas externas que

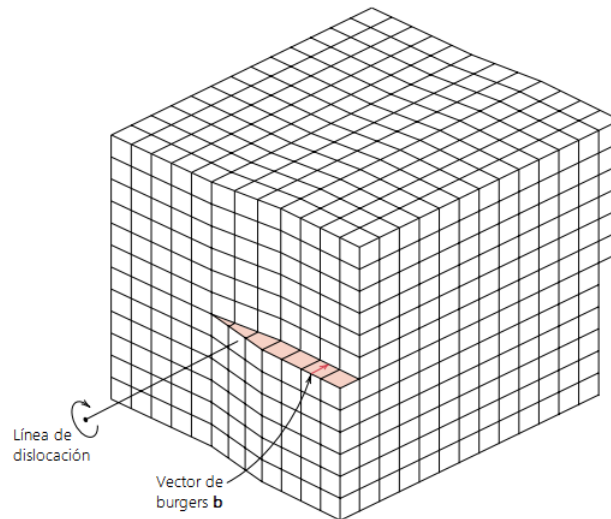


Figura 1.2: Vista isométrica de una dislocación helicoidal dentro de un cristal [5].

sobrepasan la resistencia interna de la red cristalina, las dislocaciones comienzan a moverse de forma irreversible sobre planos de deslizamiento preferente del cristal, lo que a su vez provoca un aumento considerable en la proliferación de otras dislocaciones debido al corrimiento de los planos atómicos, entonces se dice que se superó el límite de elasticidad de dicho metal. Lo anterior se encuentra ilustrado esquemáticamente en la Figura 1.3. A medida que el material se satura con nuevas dislocaciones se crea una resistencia a la formación de otras nuevas y a su movimiento, lo cual se manifiesta a nivel macroscópico como una resistencia a la deformación plástica, por lo que el aumento en la proliferación contribuye al endurecimiento de piezas metálicas. Este proceso se denomina endurecimiento por deformación plástica.

El deslizamiento de dislocaciones es sustancial para entender el comportamiento mecánico en metales. Este mecanismo de deformación provee a los metales la capacidad de soportar grandes deformaciones sin romperse, propiedad mejor conocida como ductilidad. Se pueden controlar las propiedades mecánicas en materiales metálicos al interferir con el movimiento de las dislocaciones [1]. Esto es posible cuando se introducen obstáculos dentro del cristal que impiden el deslizamiento a menos que se le aplique un esfuerzo superior, en otras palabras, una aplicación mayor de energía al sistema para superar dichos obstáculos.

En un metal podemos encontrar enormes cantidades de dislocaciones por lo que al referirse a la cantidad existente en una muestra se utiliza el concepto de densidad de dislocaciones. La densidad es volumétrica o de superficie, en el primer caso corresponde al número de dislocaciones por unidad de volumen, en el segundo lo mismo pero por unidad de superficie; esta última es la utilizada para este trabajo.

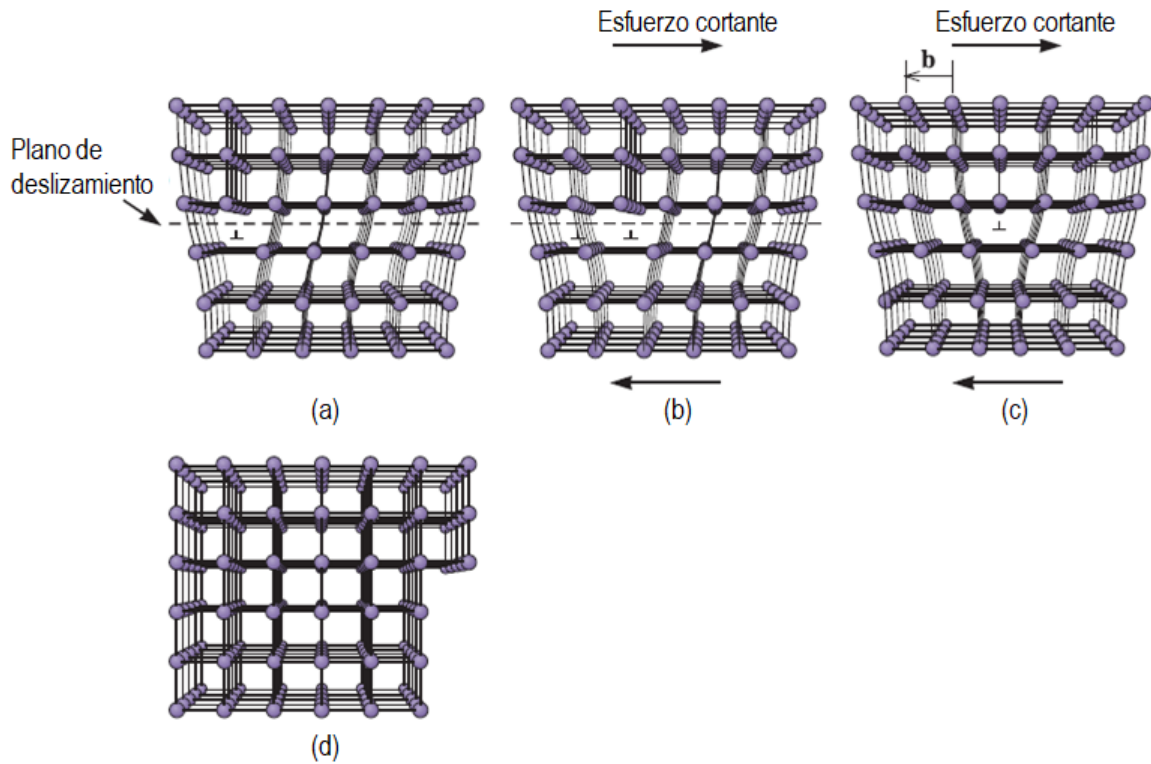


Figura 1.3: Cuando se le aplica un esfuerzo cortante a una dislocación en (a), los átomos se desplazan (b). (c) El movimiento continuo de la dislocaciones eventualmente crea un escalón (d) y el cristal es deformado [1].

1.1.2. Maclas y bordes de macla

Cuando un metal se solidifica, en primer lugar se forman pequeños núcleos sólidos tridimensionales (pequeños cristalitas). Los núcleos crecen formando grandes estructuras cristalinas de miles de millones de átomos. Cada una de estas estructuras es un cristal, los cuales crecen siguiendo distintas orientaciones. El límite en el crecimiento de un cristal es otro cristal con distinta orientación, es decir, crecen hasta ‘chocar’ unos con otros. A cada uno de estos cristales se les llama grano. A las fronteras entre granos se les llama bordes de grano y es un tipo de defecto superficial en la red cristalina. Este tipo de defecto es el que da origen a los materiales que conocemos como policristales, pues si no se formaran granos con distintas orientaciones entonces los materiales serían exclusivamente monocristalinos.

Un borde de macla es un tipo especial de borde de grano. Es un plano a través del cual existe una simetría de red espejular; esto significa que los átomos de un lado del borde son como una imagen espejo de los átomos del otro lado, tal como se ilustra en la Figura 1.4. La región de material entre estos bordes se denomina macla. Las maclas pueden originarse durante tratamientos térmicos de recocido posteriores a la deformación (maclas de recocido) así como también por deformación del cristal, en este último caso se denominan maclas mecánicas. Un esfuerzo de cizalle aplicado en dirección paralela al plano de maclado puede ocasionar la reorientación de una porción del cristal. En la Figura 1.4 se observa que un cristal con cierta orientación queda dividido en tres cristales de menor tamaño debido a la presencia de una macla en su interior. La formación de maclas mecánicas es un mecanismo de defor-

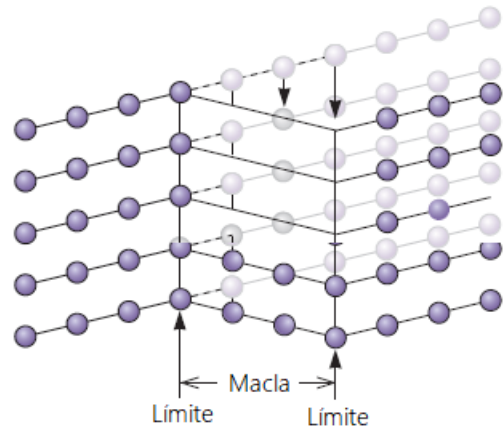


Figura 1.4: Resultado de la formación de una macla dentro de un cristal. Se aprecia la división del grano en tres distintos segmentos [18].

mación plástica y su creación puede re-orientar favorablemente planos de deslizamiento de dislocaciones, tal que antes de ello el esfuerzo aplicado no alcanzaba el crítico para moverlas. Asimismo, en ocasiones pueden actuar como un obstáculo para su deslizamiento.

1.2. Ensayo de tracción

Un ensayo de materiales es cualquier tipo de prueba cuyo fin sea determinar las propiedades mecánicas del material a ensayar. Pueden ser de dos tipos: ensayos destructivos y ensayos no destructivos. Un ensayo no destructivo es aquel que no altera de forma permanente las propiedades físicas, químicas, mecánicas o dimensionales de la muestra. Por el contrario, un ensayo destructivo provocará la deformación, rotura o daño irreversible del material.

El ensayo de tracción es un tipo de ensayo destructivo en el cual se somete a tensión uniaxial creciente a una probeta normalizada hasta generalmente producir la rotura de la misma, de esta forma es posible medir la respuesta en resistencia y deformación del material ensayado. Este procedimiento es uno de los más comunes y fundamentales dentro de todas las pruebas mecánicas que se pueden realizar en un material. Son fáciles de llevar a cabo y están completamente estandarizados.

Se realizan en máquinas de ensayo universal en donde se posiciona la probeta del material a ensayar agarrándola por sus extremos mediante dos mordazas, una fija y otra móvil como se muestra esquemáticamente en la Figura 1.5. La máquina de ensayo impone la deformación desplazando el cabezal móvil a una velocidad seleccionable. La celda de carga conectada a la mordaza fija entrega una señal que representa la carga aplicada, se mide la carga mientras se aplica el desplazamiento de la mordaza móvil [32]. Los resultados del ensayo de tracción se utilizan en la selección de materiales para aplicaciones de ingeniería. Las propiedades mecánicas relacionadas con la tracción se incluyen con frecuencia en las especificaciones del material para garantizar la calidad, y a menudo se utilizan para predecir el comportamiento de un material bajo formas de carga distintas a la tensión uniaxial [10].

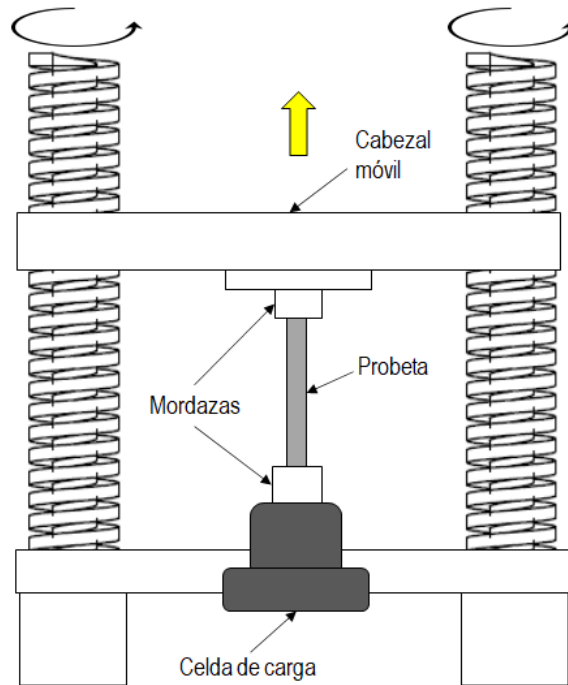


Figura 1.5: Representación esquemática de máquina de ensayo de tracción. Elaboración propia, modificada de [5].

1.2.1. Diagrama Esfuerzo-Deformación

En resistencia de materiales se define esfuerzo mecánico a la magnitud física que relaciona una fuerza aplicada y el área de la sección donde está actuando la fuerza, y es una medida de la resistencia interna que ofrece un material al haberle aplicado una fuerza externa. Estos pueden ser de tracción, compresión o cizalle. La respuesta de los materiales a esfuerzos externos es la deformación.

Se utiliza un diagrama o curva de esfuerzo(σ)-deformación(ε) para ilustrar la relación existente entre estos dos parámetros para un material dado pues da cuenta de sus propiedades mecánicas. Se construye a partir de los datos obtenidos en cualquier ensayo mecánico en donde se aplique carga a un material y se realicen simultáneamente mediciones continuas de carga y elongación o alargamiento [22]. El diagrama graficado puede ser real o ingenieril, la principal diferencia es que el esfuerzo ingenieril asume constante el área inicial de la probeta durante el ensayo, mientras que el esfuerzo real se basa en las áreas y longitudes instantáneas que van disminuyendo progresivamente de acuerdo a la tensión. El principal resultado obtenido a partir del ensayo de tracción convencional es el diagrama esfuerzo-deformación ingenieril pues resulta muy útil para determinar la resistencia y ductilidad de un material y es más fácil de determinar.

Los valores de esfuerzo y deformación ingenieril para tensión uniaxial se calculan mediante las ecuaciones (1.1) y (1.2), respectivamente

$$\sigma_i = \frac{F}{A_0}, \quad (1.1)$$

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}, \quad (1.2)$$

donde F es la carga aplicada perpendicular al área, A_0 es el área de la sección transversal inicial, l_0 la longitud original y l la longitud de la probeta en un determinado momento. El esfuerzo en el Sistema Internacional (S.I) tiene unidades de Pascal [Pa], mientras que la deformación es un parámetro adimensional aunque generalmente se encuentra en unidades de [mm/mm].

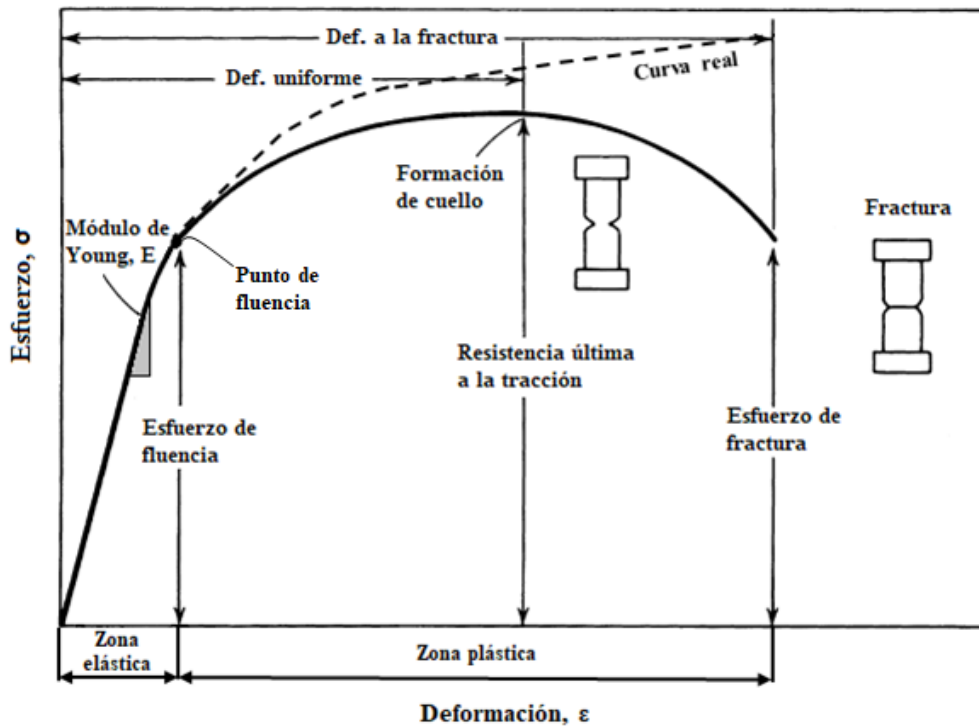


Figura 1.6: Diagrama σ - ε representativo para materiales dúctiles, ingenieril (—) y real (- - -). Elaboración propia, modificado de [10].

En la Figura 1.6 se muestra el diagrama esfuerzo-deformación representativo de los materiales dúctiles en su forma más general. Como se observa, las curvas tienen una primera parte lineal llamada zona elástica en donde la probeta se comporta como un resorte: si se retira la carga durante esa zona la probeta regresa a su longitud inicial. El punto de fluencia marca el fin de la zona elástica y el inicio de la zona plástica. Cabe destacar que la curva ingenieril y real son idénticas hasta este punto, posteriormente el esfuerzo real es siempre superior al ingenieril y, por el contrario, la deformación real es siempre menor que el valor ingenieril [32]. El área bajo la curva esfuerzo-deformación corresponde a la tenacidad, que es la cantidad de energía que un material absorbe antes de la rotura.

A continuación se definen conceptos relacionados con el método de ensayo aquí descrito, con el fin de estandarizar el léxico utilizado:

Módulo de elasticidad (E). La pendiente de la porción lineal inicial de la curva esfuerzo-deformación (zona elástica) es el módulo de elasticidad o módulo de Young. Esta constante elástica es una propiedad del material ensayado y queda determinada analíticamente por la Ley de Hooke:

$$\sigma = E\varepsilon. \quad (1.3)$$

El módulo de elasticidad es una medida de la rigidez y su valor depende del material que se utilice. Cuanto mayor es el módulo, menor es la deformación elástica resultante de la aplicación de una determinada tensión [10].

Esfuerzo de fluencia (σ_Y). Es el esfuerzo correspondiente al punto de fluencia, a partir del cual cambia la pendiente de la curva y el material comienza a deformarse plásticamente debido al deslizamiento de dislocaciones. En la vecindad del esfuerzo de fluencia el material pasa por una etapa de fluencia discontinua seguida por otra etapa de endurecimiento por deformación en la cual se requieren aumentos considerables de esfuerzo para deformar la muestra debido al aumento de resistencia de la red.

Fluencia discontinua. Es la fluctuación de fuerzas observadas al comienzo de la deformación plástica durante un ensayo uniaxial.

Resistencia a la tracción o resistencia última a la tracción (σ_{UTS}). Es la máxima ordenada en el diagrama esfuerzo-deformación ingenieril y corresponde a la carga máxima dividida por el área de la sección transversal original de la muestra. El alargamiento posterior de la probeta se acompaña de una reducción en la carga y finalmente se presenta la fractura tal como se indica en el diagrama de la Figura 1.6. En este punto la probeta revela su punto débil, concentrando la deformación en la zona en la cual se forma el cuello (hasta entonces la deformación había sido uniforme) [32], en donde ocurre un estrechamiento progresivo del área transversal de la muestra, conocido como estricción.

Elongación uniforme. Elongación asociada a la fuerza máxima ejercida sobre la pieza de ensayo justo antes de la formación de cuello.

Esfuerzo de fractura. Es el esfuerzo en el cual la probeta llega a su máximo alargamiento y máxima estricción, dando por resultado la rotura de la misma. El esfuerzo de fractura ingenieril es siempre menor que el esfuerzo de fractura real pues no considera la reducción de área en la muestra.

Elongación a la fractura o total. Elongación medida justo antes de la disminución repentina de la fuerza asociada a la fractura.

La curva esfuerzo-deformación real seguirá la línea punteada. La carga total que puede resistir la probeta se ve efectivamente disminuida después de que se alcanza la resistencia última, pero este decaimiento se debe a la disminución en área de la probeta y no a una pérdida de la resistencia misma del material. En realidad, el material soporta un aumento de esfuerzo hasta el punto de falla real.

Determinación del esfuerzo de fluencia

En general, el tramo final de la zona elástica y la fluencia discontinua se confunden en el diagrama esfuerzo-deformación, lo que dificulta la determinación del esfuerzo de fluencia. Por esta razón es que en el diagrama ingenieril se utiliza comúnmente el método de compensación (*Offset Method*) que consiste en trazar una recta paralela al primer tramo de la zona elástica y desplazarla hasta una magnitud de deformación de 0.2 %, la componente de esfuerzo de la intersección de la recta desplazada con la curva esfuerzo-deformación corresponde al esfuerzo de fluencia. Sin embargo, esta es una regla arbitraria que se utiliza para estandarizar la determinación del esfuerzo de fluencia y poder comparar entre distintos materiales.

Por otra parte, Christensen [7] propone un método que, a pesar de ser complejo para ser empleado como método estandarizado, se basa en una definición física del esfuerzo de fluencia. En resumen, específicamente se impone $(d^3\sigma/d\varepsilon^3)|_{\varepsilon_Y} = 0$, luego $\sigma_Y = \sigma(\varepsilon_Y)$. Esta definición determina el punto $(\varepsilon_Y, \sigma_Y)$ en el cual el módulo de la tangente de la curva cambia a la tasa más rápida al aumentar la deformación. Este método puede ser utilizado con datos reales de esfuerzo y deformación.

1.3. Materiales

El acero es una aleación compuesta principalmente de hierro y en menor medida de una cantidad variable de carbono (entre el 0.08 % y el 2 %). La adición de carbono cambia las propiedades mecánicas de la matriz de hierro, principalmente aumentando la dureza de esta última y a su vez, disminuyendo la ductilidad.

Ambos aceros utilizados en el presente trabajo son aceros austeníticos, es decir, su microestructura está compuesta predominantemente por austenita. La austenita es un ordenamiento específico de los átomos de hierro y carbono, su estructura cristalina es cúbica centrada en las caras (FCC). Se caracteriza por ser blanda, dúctil y tenaz por lo que es empleado para procesos de deformación como forja o laminación, no es estable a temperatura ambiente razón por la cual se le agregan otros elementos aleantes como estabilizantes.

1.3.1. Acero inoxidable austenítico AISI 304L

Los aceros inoxidables son ampliamente utilizados en aplicaciones de ingeniería debido a su alta resistencia a la corrosión. En particular, el acero inoxidable austenítico AISI 304L es el acero comercial más empleado en la industria en general. Es una aleación económica y versátil adecuada para una amplia gama de usos. Debido a su bajo contenido en carbono, este material es preferido en aplicaciones de soldadura para evitar la corrosión intergranular provocada por la formación de carburos de cromo durante el enfriamiento de la región afectada por el calor. En la tabla 1.1 se muestra la composición química típica de esta aleación comercial.

La presencia de cromo en su composición le provee de resistencia a la corrosión, este elemento posee gran afinidad con el oxígeno facilitando la formación de una película relativamente inerte sobre su superficie, proceso llamado pasivación, evitando la corrosión del hierro. Por otro lado, su contenido en níquel favorece la formación de austenita en su microestructura a temperatura ambiente lo cual le brinda propiedades tales como ductilidad y tenacidad. Su

Elemento	Cr	Ni	C	Mn	P	S	Si	N	Fe
%peso	18 - 20	8.0 - 12	0.030	2.0	0.045	0.030	0.75	0.10	base

Tabla 1.1: Principales elementos aleantes del acero inoxidable austenítico AISI 304L: cromo (Cr), níquel (Ni), carbono (C), manganeso (Mn), fósforo (P), azufre (S), silicio (Si), nitrógeno (N) y hierro (Fe) [36].

principal mecanismo de deformación es el deslizamiento de dislocaciones. En la tabla 1.2 se presenta un resumen de las propiedades mecánicas de este material.

Propiedad	Valor
Módulo de elasticidad (E)	193 - 200 [GPa]
Elongación a la fractura	58 [%]
Resistencia última a la tracción (σ_{UTS})	564 [MPa]
Esfuerzo de fluencia (σ_Y)	210 [MPa]

Tabla 1.2: Propiedades mecánicas acero inoxidable austenítico AISI 304L [21].

Este acero se ocupa en diversos campos, ya sea la industria química o petroquímica, médica, minera, de refinación de petróleo, alimenticia, en reactores químicos, metalurgia, minería, construcción, por nombrar algunos.

1.3.2. Acero TWIP

Existe una demanda creciente en la industria automovilística hacia el ahorro en el consumo de combustible, buscando al mismo tiempo reducir los costos y el impacto ambiental. Lo anterior debe ser posible sin comprometer los más altos estándares de seguridad y la conformabilidad del material, tales factores afectan dramáticamente el diseño del vehículo y la selección de elementos constitutivos para el mismo. Esta es la principal motivación de la industria automotriz y la comunidad científica del área metalúrgica para el desarrollo de nuevos aceros que sean más ligeros y que posean propiedades mecánicas superiores a las de los aceros convencionales utilizados para la producción de automóviles. Es con este afán que en las últimas décadas se han desarrollado aceros denominados avanzados de alta resistencia (*Advanced High Strength Steel*, AHSS). En la actualidad se han comenzado a aplicar en componentes estructurales automotrices ya que presentan la capacidad para resistir grandes cargas y mantener severas deformaciones sin fallar [33].

Dentro de esta clasificación se encuentra el acero con plasticidad inducida por maclado, mejor conocido como acero TWIP por su sigla en inglés referida a su mecanismo predominante de deformación (*Twinning Induced Plasticity*). Los aceros TWIP son materiales muy resistentes y dúctiles, que presentan mecanismos de deformación adicionales con respecto a los aceros utilizados tradicionalmente en el sector automovilístico. El uso de aceros TWIP como parte de algunos elementos constitutivos de un vehículo supondría la reducción del peso del mismo y un descenso de las emisiones contaminantes a la atmósfera [38]. Tienen una capacidad de alargamiento excepcional que puede, por ejemplo, alcanzar el 50 % para una resistencia a la tracción sobre 1000 [MPa] o incluso el 30 % para 1400 [MPa] [17]. Es la primera vez que un acero ofrece propiedades tan extremas. En la Figura 1.7 se ven ejemplificadas sus excelentes propiedades mecánicas, se muestra una gráfica comparativa que resume

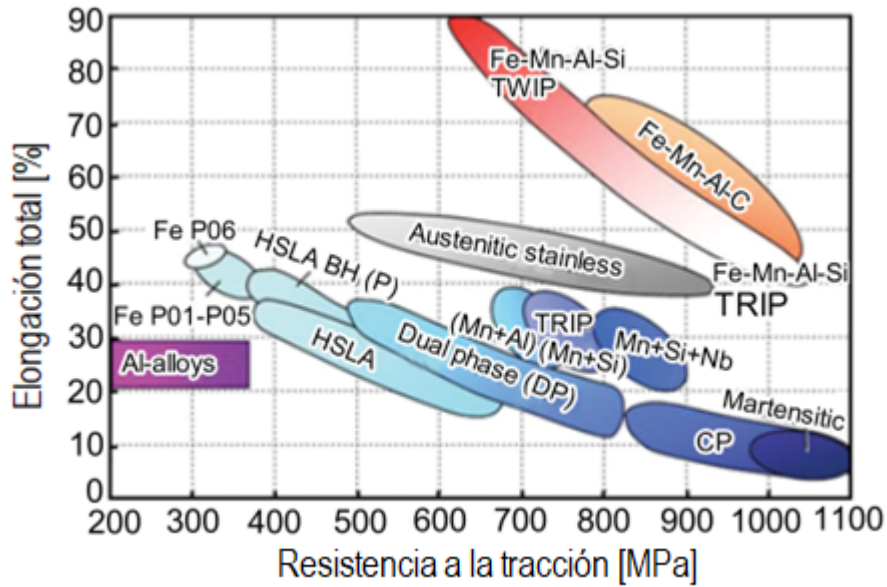


Figura 1.7: Rango general de esfuerzo de fluencia [MPa] y elongación total [%] sobre distintas aleaciones de acero comercial. Las aleaciones de acero enumeradas incluyen: aceros de bajo carbono (FeP01-P05-P06), aceros inoxidable austeníticos (*austenitic stainless*), aceros aleados con aluminio (*Al-alloys*), aceros endurecibles por recocido (BH), aceros de alta resistencia baja aleación (HSLA), aceros de fase dual (DP), aceros de fase compleja (CP), aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP), aceros martensítico (MART) y aceros TWIP [13].

valores generales de la relación entre resistencia a la tracción y elongación total para distintos aceros comerciales empleados en la fabricación de automóviles, incluidos los aceros TWIP. Se observa en la mayoría de los casos que un acero con alta ductilidad tiene baja resistencia y, caso contrario, un acero con alta resistencia presenta ductilidad muy baja. En un rango intermedio se encuentran los aceros inoxidable austeníticos. Por otro lado se localizan los aceros TWIP que tienen la ventaja de tener valores elevados de resistencia y a la vez alta ductilidad, dos características que a lo largo de los años parecían ser excluyentes.

Una característica muy importante de los aceros TWIP es su modo de deformación: en forma adicional al mecanismo clásico de deslizamiento de dislocaciones, estos aceros también se deforman mediante el mecanismo de maclado. La aplicación de esfuerzos en aceros TWIP induce la formación continua de maclas mecánicas reforzando la aleación a través del llamado “efecto Hall-Petch dinámico”: la disminución del tamaño de grano medio aumenta la resistencia de la aleación [13]. La formación de maclas mecánicas dentro de un cristal implica la creación de nuevas orientaciones en su interior lo cual se traduce en una reducción progresiva del ‘camino libre medio’ efectivo [11] por el que las dislocaciones deslizan, por lo que comienzan a apilarse en los bordes de las maclas como se ilustra esquemáticamente en la Figura 1.8. En otras palabras, la creación de maclas mecánicas durante la deformación provoca el refinamiento progresivo del tamaño de los granos. A medida que se deforma el material se origina un aumento gradual de la densidad de maclas lo que da como resultado un alto endurecimiento debido a la restricción en el deslizamiento que inducen sobre las dislocaciones.

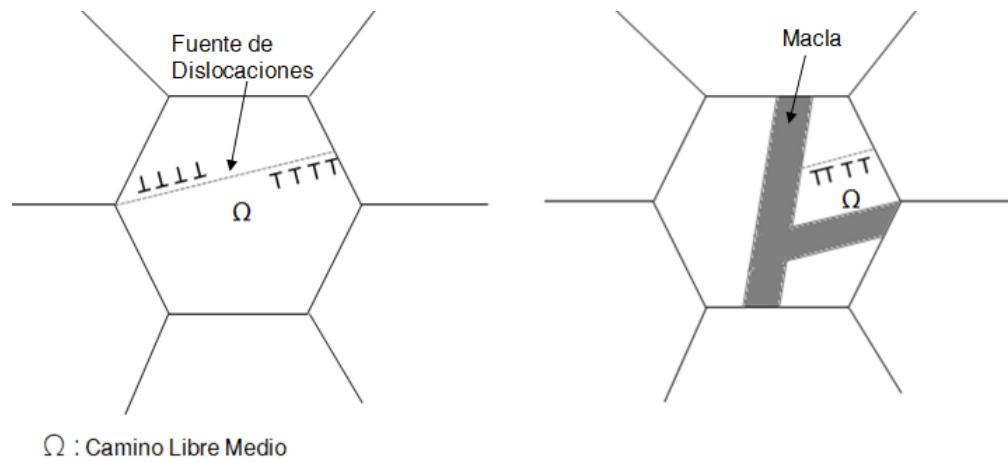


Figura 1.8: Esquema del mecanismo de endurecimiento por deformación en aceros TWIP. Ω es el camino libre medio que pueden recorrer las dislocaciones (Imagen de elaboración propia, modificada desde [11]).

El acero TWIP es austenítico con alto contenido en manganeso (entre 15 y 30%), elemento que promueve y estabiliza la austenita a temperatura ambiente. También pueden tener otros elementos aleantes como: silicio, carbono, aluminio, cobre, nitrógeno, cromo, níquel, vanadio, estaño y fósforo. Los distintos aleantes de los aceros TWIP son los responsables de las características de cada acero, de modo que para aumentar la resistencia a la corrosión, para mejorar las propiedades mecánicas o para modificar la energía de falla de apilamiento, se utilizan distintos elementos aleantes [17].

Energía de Falla de Apilamiento

El mecanismo de deformación de una aleación se correlaciona con la energía de falla de apilamiento respectiva (*Stacking Fault Energy*, SFE) el cual es un parámetro intrínseco del material que caracteriza la energía requerida para crear un defecto dentro de la red. Valores entre 20 - 50 [mJ/m²] favorecen la formación de maclado mecánico en la austenita, mientras que una SFE > 50 [mJ/m²] suprime la formación de maclas mecánicas y, en cambio, el material se deformará exclusivamente por deslizamiento de dislocaciones [13].

El valor de la SFE para un acero depende principalmente de los elementos aleantes que lo componen, aunque la temperatura también genera efectos sobre ésta [16]. Se ha informado con anterioridad que las adiciones de aluminio, cobre y silicio aumentan la SFE, mientras que la adición de carbono resulta en una disminución de este parámetro [6, 16]. Se presentan en la Tabla 1.3 valores de SFE para distintas aleaciones TWIP. Se incluyen, a modo de comparación, valores de SFE para aluminio y cobre, ambos metales cuentan con microestructura FCC, son elementos estabilizadores de la austenita a temperatura ambiente y son utilizados como aleantes de acero TWIP, además se incluye el valor para el acero inoxidable austenítico AISI 304L. Se observa claramente cómo el aumento en porcentaje de aluminio para diferentes aleaciones TWIP provoca el aumento de SFE. Asimismo se muestra un aumento, aunque en menor grado, de la SFE al elevar el porcentaje de cobre. A su vez, el aluminio posee una SFE más elevada que la del cobre. Las aleaciones TWIP requieren un control estricto sobre su SFE por lo que precisan control sobre su composición para lograr el elevado rendimiento

mecánico que presentan[13].

Acero TWIP [%peso]	SFE [mJ/m ²]
Fe-19Mn-5Cr-0.25C-1Al	20.9
Fe-19Mn-5Cr-0.25C-2.5Al	30.5
Fe-19Mn-5Cr-0.25C-3.5Al	39.4
Fe-19Mn-5Cr-0.25C-4Al	47.5
Fe-25Mn-0.15C-0.6Al	7.75
Fe-25Mn-0.15C-2.2Al	15.1
Fe-25Mn-0.15C-4.8Al	54.7
Fe-17Mn-0.7C-1.5Cu	20.7
Fe-17Mn-0.7C-3Cu	22.3
Otros	-
Al	166
Cu	41
304L	18

Tabla 1.3: SFE para distintas aleaciones TWIP y otros materiales metálicos FCC [11, 24, 35, 4].

1.4. Ultrasonido

Las ondas ultrasónicas son ondas mecánicas que se propagan por medios elásticos con idéntica naturaleza que las de sonido pero cuyas frecuencias se encuentran por sobre el rango de audición humano, es decir, frecuencias sobre 20 [kHz]. Se clasifican según la dirección de desplazamiento de las partículas del medio por el cual se propagan. Existen ondas de tipo: longitudinal donde el movimiento de las partículas es paralelo a la dirección de propagación, transversal donde el movimiento de las partículas es perpendicular a la dirección de propagación y superficiales o de Rayleigh que sólo pueden viajar a lo largo de las superficies de materiales sólidos. Son de interés para el presente estudio los tipos de ondas transversales y longitudinales.

La velocidad de propagación de onda, ya sea longitudinal, transversal o superficial, sobre un sólido elástico depende de las constantes elásticas específicas de cada material y por lo tanto es constante si éstas no varían. Para el caso de un medio sólido isótropo lineal, puede ser calculada para ondas longitudinales (v_L) y transversales (v_T) según las ecuaciones (1.4) y (1.5), respectivamente:

$$v_L = \sqrt{\frac{E(1 - \nu)}{\rho(1 + \nu)(1 - 2\nu)}} \quad (1.4)$$

$$v_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1 + \nu)}} \quad (1.5)$$

donde ρ es la densidad del material, E el módulo de Young y ν el coeficiente de Poisson, constante elástica lineal que proporciona una medida del estrechamiento de sección cuando se estira por tensión axial y se adelgaza en las direcciones perpendiculares a la de estiramiento.

1.4.1. Ultrasonido y dislocaciones

Desde sus inicios, el modelo teórico de la dinámica de dislocaciones plantea que éstas interactúan con ondas elásticas [30, 14, 26]. Una alta densidad de dislocaciones en un material puede cambiar la velocidad de propagación de una onda elástica que se propague a través de él. Esto quiere decir que dos muestras de un mismo material que difieran en su densidad de dislocaciones, tendrán también diferentes constantes elásticas y por ende, distinta velocidad de propagación de ondas elásticas. Esta es la razón por la cual la tecnología de ultrasonido es atractiva para ser utilizada en el estudio de la densidad de dislocaciones de un sólido cristalino de forma cuantitativa y no intrusiva.

El clásico trabajo de Granato & Lücke (GL) [19, 20] desarrolla la teoría que relaciona el decaimiento de la velocidad de propagación de una onda elástica debido a la presencia de dislocaciones. Se realiza una analogía de estas últimas como cuerdas con sus extremos fijos que interactúan con las ondas elásticas: la onda elástica incide en un segmento de dislocación de largo L , con sus extremos fijos y, como resultado, la dislocación oscila como una cuerda vibrando, generando ondas secundarias. Estas ondas secundarias interfieren con la onda incidente generando una onda coherente con una velocidad de propagación efectiva menor. Esta aproximación ha sido ampliamente utilizada para interpretar mediciones acústicas y de ultrasonido en materiales metálicos. Posteriormente, una serie de desarrollos teóricos realizados por Maurel *et al.* [27, 3] demuestran que la teoría de GL cuenta con dos limitaciones: la primera es la incapacidad de discriminar entre ondas longitudinales y ondas transversales y, por otro lado, entre dislocaciones de tornillo o de borde. La segunda restricción es que explica el decaimiento de amplitud de una onda elástica en términos de las pérdidas internas, pero sólo en la localidad de una dislocación individual sin considerar la pérdida de coherencia de las ondas debido a la múltiple dispersión (*scattering*) provocada por numerosas dislocaciones. La nueva teoría generalizada descrita por Maurel *et al.* abarca ambas limitantes, construyendo una teoría detallada de la interacción de ondas elásticas con dislocaciones en sólidos homogéneos e isotrópicos, entregando explicación de hechos experimentales que antes no la habían tenido.

1.4.2. Ultrasonido como sonda para la plasticidad

La espectroscopía de resonancia ultrasónica (*Resonant Ultrasound Spectroscopy*, RUS) es una técnica de laboratorio empleada para medir el espectro de resonancia de una muestra metálica. Tener medidas cuantitativas de las frecuencias de resonancia permite obtener las constantes elásticas del material. Este método se asemeja a un sistema de cuerda con sus extremos fijos sobre el cual se pueden inferir las frecuencias naturales a partir de características físicas que son conocidas como el largo, tensión y masa de la cuerda. En RUS se resuelve el problema inverso pues lo que se obtiene a través de medidas experimentales son las frecuencias de resonancia del sistema. Al tener conocimiento de las dimensiones, masa y densidad de la muestra es posible inferir sus constantes elásticas lo cual permite tener una medida de la velocidad. Sin embargo este procedimiento es sólo aplicable sobre muestras con

una geometría bien definida en condiciones de laboratorio.

En el trabajo de Mujica *et al.* [29] se empleó RUS para medir las diferencias de velocidad de ondas transversales dentro de cinco muestras obtenidas desde la misma barra de aluminio, cada una de ellas fue sometida a distinto tratamiento termo-mecánico para inducir distinta densidad de dislocaciones. Basándose en la teoría generalizada de Maurel *et al.*, se exhibe que variaciones de un nivel de 10^9 [mm^{-2}] en la densidad de dislocaciones (Λ) en aluminio producen un cambio de un 1 % en la velocidad de propagación de ondas transversales, medido con un 0.15 % de exactitud. Complementario a las medidas de RUS se cuantificó la densidad de dislocaciones de las muestras usando difracción de rayos-X (XRD), técnica experimental que anteriormente ha demostrado ser útil para cuantificar la densidad de dislocaciones [37, 12]. Los resultados obtenidos se presentan en la Figura 1.9.

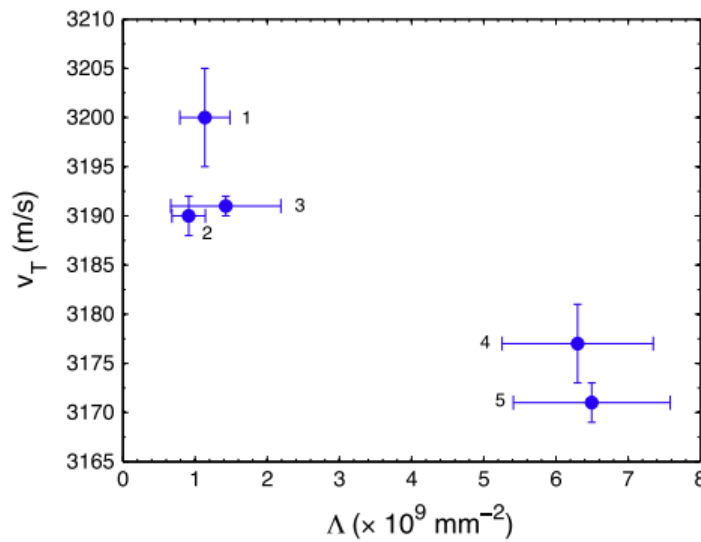


Figura 1.9: v_T versus Λ para cinco muestras con distintos tratamientos termo-mecánicos. Valores de v_T obtenidos por medio de técnica RUS, valores de Λ obtenidos mediante XRD [29].

Los resultados que se obtuvieron por medio de RUS y XRD manifiestan total coherencia entre sí, pues las muestras con mayor densidad de dislocaciones presentan menor velocidad de propagación de onda, lo cual es predicho por la teoría generalizada de Maurel *et al.*. Además, exhibe que el error relativo a las medidas de velocidad son de mucho menor magnitud que los errores asociados a las mediciones con XRD, es decir, la técnica ultrasónica no sólo es un procedimiento de sondaje no intrusivo, sino que además es un método de medición mucho más preciso. Ahora bien, estos resultados fueron obtenidos a partir de muestras de laboratorio por lo que surge la interrogante si es que este procedimiento podría adaptarse para ser aplicado sobre piezas en servicio fuera de las condiciones de laboratorio.

En el artículo presentado por Salinas *et al.* [34] se documenta un avance significativo al realizar medidas, *in situ* y de forma continua, de la velocidad de propagación de ondas transversales en aluminio como función del esfuerzo en tiempo real. A partir de estas medidas se pudo inferir el valor de la densidad de dislocaciones correspondiente, desde el análisis reportado por Mujica *et al.*, al enlazar los resultados de RUS con la densidad de dislocaciones

según la ecuación (1.6)

$$\frac{\Delta v_T}{v_T^0} = -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(nL^3) = -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(\Lambda L^2) \quad (1.6)$$

donde

$$\Delta v_T = v_T - v_T^0 \quad (1.7)$$

v_T es la velocidad de propagación de ondas transversales medida en cierto instante y v_T^0 es el valor inicial. El cociente $\Delta v_T/v_T^0$ es el cambio relativo en la velocidad de ondas transversales entre dos muestras de un mismo material que difieren en la densidad de dislocaciones superficial $\Lambda = nL$, con n el número de dislocaciones de largo L por unidad de volumen. De igual forma, se define

$$\Delta\Lambda = \Lambda - \Lambda_0 \quad (1.8)$$

como la variación en la densidad de dislocaciones donde Λ_0 es la densidad de dislocaciones inicial, antes de que la muestra sufra deformación plástica. La ecuación (??) muestra entonces, como ya se había establecido, que un aumento en la densidad de dislocaciones resulta en una disminución de la velocidad de propagación de onda.

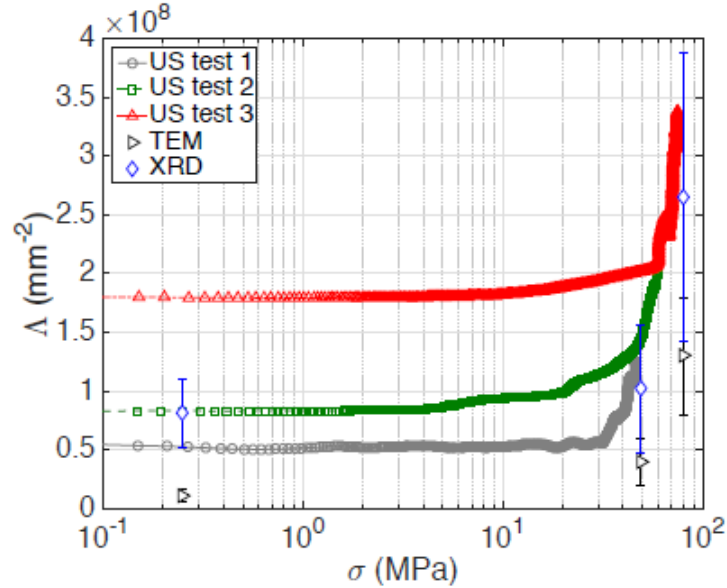


Figura 1.10: Λ versus σ , obtenido mediante técnica de ultrasonido, en escala semi-log. Además, la densidad de dislocaciones obtenida mediante TEM y XRD [34].

Parte del trabajo de Salinas *et al.* consistió en realizar tres ensayos de tracción consecutivos sobre una misma muestra de aluminio, en los cuales el esfuerzo máximo alcanzado iba en orden ascendente. La velocidad de propagación de las ondas fue obtenida por medio de medidas de tiempo de vuelo de breves pulsos ultrasónicos, método que consiste básicamente en el envío de un pulso ultrasónico y la determinación del tiempo que demora en atravesar el medio por el que viaja. Adicionalmente, para obtener Λ , se extrajo el valor de L desde mediciones directas empleando microscopía electrónica de transmisión (TEM), técnica experimental dominante

durante las últimas décadas para el estudio de la densidad de dislocaciones. Por último, estos resultados fueron comparados con análisis de la densidad de dislocaciones de la muestra original y posteriores a los ensayos utilizando XRD y TEM. En la Figura 1.10 se exhibe el gráfico con los resultados tanto de la densidad de dislocaciones obtenidas por ultrasonido en función del esfuerzo aplicado para los tres ensayos de tracción como de las caracterizaciones hechas por medio de XRD y TEM. En él se da cuenta de un monitoreo continuo de la densidad de dislocaciones, algo que sería imposible de ejecutar con XRD o TEM para piezas en servicio debido a su naturaleza intrusiva. Las medidas acústicas muestran que la densidad de dislocaciones se mantiene constante hasta alcanzar el esfuerzo de fluencia, que además aumenta en cada ensayo posterior debido al endurecimiento por deformación; a partir de este punto comienza el régimen de deformación plástica y se observa un crecimiento abrupto en la densidad de dislocaciones. Nótese que los valores obtenidos a través de XRD y TEM tienen barras de error significativas. A pesar de ello, los resultados obtenidos a partir de XRD son coherentes con lo obtenido por medio de medidas acústicas. Los valores adquiridos con TEM son menores que los de ultrasonido y XRD, lo cual es algo que se presume a causa de la migración de dislocaciones hacia la superficie de la muestra durante su preparación, no obstante, evidencian la misma tendencia de crecimiento en función del esfuerzo aplicado. Estos resultados demuestran que realizar mediciones de velocidad de propagación de pulsos ultrasónicos proporciona una medida cuantitativa confiable de los cambios en la densidad de dislocaciones.

Dependencia de constantes elásticas de orden superior con la densidad de dislocaciones y generación del segundo armónico

Los fenómenos que ocurren en el mundo físico en que vivimos y que se intentan explicar a través de la ciencia son no-lineales. En particular, las relaciones existentes entre constantes asociadas a la elasticidad de los materiales sólidos son no-lineales, aunque la aproximación lineal si es bastante útil para explicar muchos fenómenos.

La acústica no-lineal (ANL) es una rama de la física y acústica en la que, entre otras cosas, se relacionan los parámetros no-lineales de una onda que viaja sobre un sólido con sus constantes elásticas de orden superior. A amplitudes de onda suficientemente grandes es posible observar la formación de armónicos de orden superior al de la frecuencia fundamental. Estas distorsiones se producen debido a los efectos de la no-linealidad del sólido las cuales se encuentran siempre presentes, pero a pequeñas amplitudes son absorbidas o dispersadas.

El interés en la ANL es utilizarla como herramienta para el monitoreo de la proliferación de dislocaciones en metales y aleaciones, motivados por el hecho de que las cantidades no-lineales medidas son en general bastante más sensibles a la densidad de dislocaciones que las cantidades lineales (como la velocidad).

Un método experimental acústico no-lineal ampliamente utilizado como instrumento de evaluación no destructiva es la generación de segundo armónico (*Second Harmonic Generation*, SHG). En este método se genera un segundo armónico a partir de una onda elástica monocromática en propagación como resultado de la inhomogeneidad del material elástico y la presencia de características microestructurales como las dislocaciones [15]. La respuesta no-lineal del segundo armónico se cuantifica mediante el parámetro adimensional β , definido como

$$\beta = \frac{8}{xk^2} \frac{A_{2w}}{A_w^2} \quad (1.9)$$

donde k es el número de onda, x la distancia de propagación, y A_w y A_{2w} son los desplazamientos físicos absolutos de las ondas armónicas fundamentales y secundarias, respectivamente [25]. Debido a la dificultad en la calibración de los transductores ultrasónicos a bajas amplitudes de excitación, es bastante complejo poder obtener los desplazamientos absolutos. Es por esto que en lugar de obtener β en forma adimensional, experimentalmente se calcula la variable análoga β' [25]:

$$\beta' = \frac{8}{xk^2} \frac{V_{2w}}{V_w^2} \quad (1.10)$$

donde V_w y V_{2w} son las amplitudes del primer y segundo armónico, respectivamente, en unidades de voltaje y se miden de forma directa. El parámetro β' entonces tiene unidades de [m/V] en el S.I.

El trabajo de Espinoza *et al.* reporta medidas *ex situ* del parámetro β' sobre muestras de aluminio y cobre con tratamientos termo-mecánicos distintos para inducir distinta densidad de dislocaciones; además se realizaron medidas sobre una probeta de aluminio que había sido deformada plásticamente mediante un ensayo de flexión de tres puntos de apoyo. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 1.11. En (a) se presenta β' para las muestras de aluminio como función de la velocidad de propagación de ondas transversales obtenidas a partir de RUS, en (b) lo mismo pero para las muestras de cobre. En (c) se presentan medidas espaciales (x) de β' para la probeta de aluminio flexionada, efectuadas sobre las caras frontales y laterales.

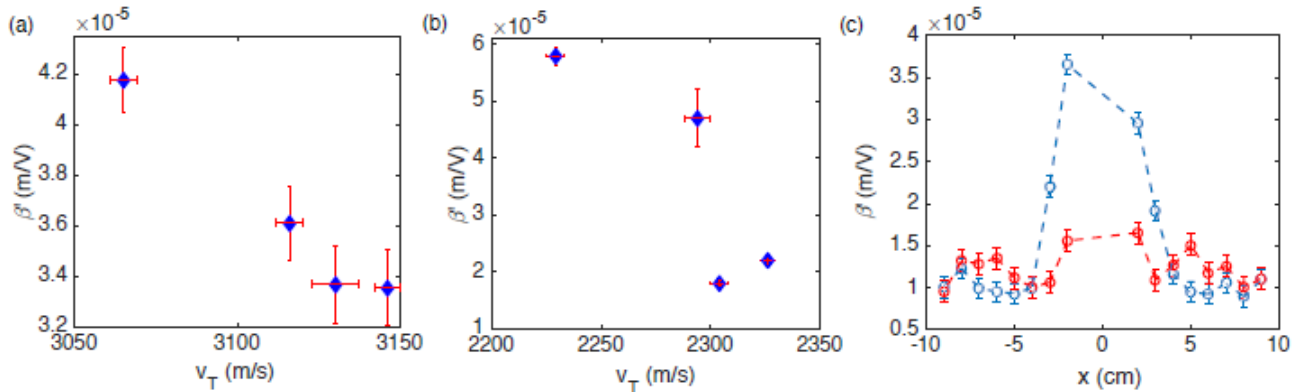


Figura 1.11: (a-b) β' versus v_T , para Al y Cu respectivamente; se midió sobre cuatro muestras con distinta densidad de dislocaciones inducida para ambos materiales. (c) β' versus x para un paralelepípedo de Al deformado mediante ensayo de flexión de tres puntos de apoyo a una fuerza máxima de 5 kN; medidas hechas sobre las caras frontales (azul) y caras laterales (rojo) [15].

Se desprende de (a) y (b) que los cambios en la velocidad son del orden de 2.5 y 4 % para las muestras de Al y Cu respectivamente. Mientras que para las mismas muestras el parámetro

β' varía en un 20 y 60 %, en el mismo orden. Esto demuestra que β' es más sensible que el parámetro lineal de velocidad respecto al contenido de dislocaciones. En (c) las mediciones muestran un aumento notable en el valor de β' cerca del punto de empuje central, justamente en el lugar en el cual se produce una zona de concentración de esfuerzos. No obstante, aún no existe un modelo aceptado que relacione cuantitativamente estas inequívocas variaciones con un incremento específico de la densidad de dislocaciones.

Un enfoque distinto sobre el parámetro acústico no-lineal

En la literatura respecto a la respuesta del segundo armónico cuantificado mediante el parámetro acústico no-lineal β , se utiliza unívocamente la relación descrita en la ecuación (1.9) que presenta el escalamiento de la amplitud del segundo armónico proporcional al cuadrado de la amplitud del primer armónico. Esta relación ha sido ampliamente utilizada para el cálculo de resultados experimentales. Sin embargo, cálculos de F. Lund de la Universidad de Chile y colaboradores [8] indican que la fórmula usual no puede ser completamente correcta. El soporte teórico de esta aseveración se basa principalmente en dos puntos:

- En primer lugar, la fórmula usual para la amplitud del segundo armónico crece linealmente con la distancia x entre el punto de observación y la fuente [28]. Esto tiene como consecuencia que el flujo de energía también lo hace, lo que contradice la conservación de la energía para una fuente monocromática de amplitud constante. También, esa fórmula se obtiene usando teoría de perturbaciones, en que las correcciones sucesivas al resultado de primer orden deben ser pequeñas comparadas con la aproximación lineal. Esto deja de ser válido para x suficientemente grande.
- Una segunda objeción a la fórmula usual es que no toma en cuenta el hecho físico de que la frecuencia de oscilación de un oscilador no lineal no es igual a la frecuencia de oscilación de su aproximación lineal. Hay una corrección que depende de la amplitud de la oscilación [23].

Dicho esto, la formulación hecha por F. Lund que abarca ambas observaciones para el cálculo de la amplitud del segundo armónico se presenta en la ecuación (1.11)

$$A_{2w} = \frac{\pi}{8(32\pi)^{1/3}} \frac{1}{k} \beta^{1/3} (2kA_w)^{4/3} \quad (1.11)$$

en otras palabras, el parámetro acústico no-lineal estaría dado por

$$\beta = \frac{1}{2^4 \alpha^3} \left(\frac{A_{2w}^3}{A_w^4} \right) \frac{1}{k} \quad (1.12)$$

donde k es el número de onda y $\alpha \equiv \pi/[8(32\pi)^{1/3}] \sim 1/10$. Pues bien, resulta interesante analizar desde el ámbito experimental esta corrección propuesta para la amplitud del segundo armónico y en particular para el parámetro no-lineal acústico β .

Por las dificultades ya mencionadas a la hora de calibrar los transductores, también se puede definir una variable auxiliar β' que permita cuantificar este parámetro de forma expe-

rimental a partir de datos que son medibles de forma directa, como lo es el voltaje asociado a las amplitudes:

$$\beta' = \frac{1}{2^4 \alpha^3} \left(\frac{V_{2w}^3}{V_w^4} \right) \frac{1}{k} \quad (1.13)$$

esta variable auxiliar β' también tiene unidades de [m/V] en el S.I.

La influencia de los bordes de maclas en la propagación de ondas elásticas

Para poder estudiar la influencia de las maclas en la propagación de ondas elásticas, los bordes de éstas pueden ser modelados como membranas deformables que responden a una onda elástica entrante, dentro de las cuales la deformación resultante genera la dispersión de la onda principal en ondas secundarias. Sin embargo, esta teoría aún no se encuentra desarrollada formalmente.

Para los alcances de este trabajo sólo bastará con tomar medidas utilizando la técnica de ultrasonido no-lineal SHG de las diferencias existentes entre muestras de acero TWIP con distintos niveles de deformación inducida. Esto servirá como contribución experimental para la formulación de un modelo teórico respecto a la influencia que tienen los bordes de maclas en la propagación de ondas elásticas.

Capítulo 2

Metodología

Este trabajo se divide principalmente en dos partes:

- 2.1 Medidas *in situ*, durante ensayo de tracción, de la velocidad de ondas transversales en probetas de acero inoxidable austenítico AISI 304L.
- 2.2 Medidas *ex situ* en muestras de acero TWIP, de los siguientes parámetros:
 - Velocidad de ondas transversales.
 - Velocidad de ondas longitudinales.
 - Parámetro acústico no-lineal β' .

2.1. Medidas *in situ* en acero inoxidable austenítico AISI 304L

2.1.1. Materiales

- Transductores ultrasónicos de contacto para ondas transversales Olympus V156-RM.
- Osciloscopio Lecroy WaveJet 334A.
- Generador de funciones Agilent 33521A.
- Dispositivo de control de instrumentos GPIB-USB-HS National Instruments.
- Amplificador bipolar NF Corporation - BA4850 DC.
- PC con tarjeta de adquisición NI-DAQ.
- Programas Matlab y LabView.
- Extensómetro o strain gage.
- Sensores de contacto inductivos para posición.
- Máquina de prueba universal INSTRON 3369 con software Bluehill.

2.1.2. Técnica de propagación de pulsos

La técnica de propagación de pulsos también llamada ‘tiempo de vuelo’ (*Time Of Flight*, TOF) consiste básicamente en enviar un pulso ultrasónico a través de una muestra y deter-

minar el tiempo que demora en recorrer su espesor.

Para este experimento, el envío y recepción de pulsos se realiza mediante dos transductores de contacto para ondas transversales. Un transductor es un dispositivo capaz de convertir una cantidad física en una señal eléctrica o viceversa. Los transductores utilizados son de forma cilíndrica y, tal como un pequeño tambor, poseen una membrana que cuando se encuentra en estado vibratorio retorna valores de voltaje. Sus dimensiones son 17.8 [mm] de diámetro y 16 [mm] de altura y su frecuencia de resonancia está centrada en 5 MHz. Con ellos se realizan medidas ultrasónicas de tiempo de vuelo de forma continua mientras la probeta de acero se somete a ensayo de tracción.

Generación de pulsos

Los pulsos son creados digitalmente empleando el software LabView. A través de esta herramienta computacional se genera una función sinusoidal de amplitud modulada por una función Gaussiana tal como se ilustra en la Figura 2.1. La frecuencia central de los pulsos es de 5 MHz y coincide con la frecuencia de resonancia de los transductores ultrasónicos para que la ganancia recibida sea máxima. El número de ciclos es $N = 5$, la longitud de onda es $\lambda = 0.62$ [mm] por lo que la longitud total del pulso es ≈ 3.1 [mm] que es, en efecto, corta en comparación con la distancia que recorre (12.5 [mm]). La amplitud de excitación es de 3 [V] *peak-to-peak*, la que es amplificada por un factor 10 mediante el amplificador de señales.

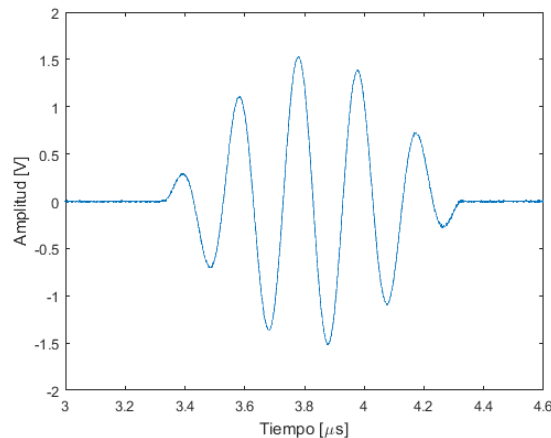


Figura 2.1: Ejemplo de pulso emitido, generado de forma digital.

Tiempo de vuelo

En principio, el tiempo de vuelo puede determinarse como la diferencia entre los tiempos asociados a los máximos encontrados en las curvas de emisión y de recepción. La Figura 2.2 muestra la señal emitida y la recibida, además de las envolventes de ambas señales, calculadas como el valor absoluto de su transformada de Hilbert. Para calcular la diferencia de los tiempos donde se encuentran los máximos de ambas curvas se realiza la correlación cruzada entre ambas señales.

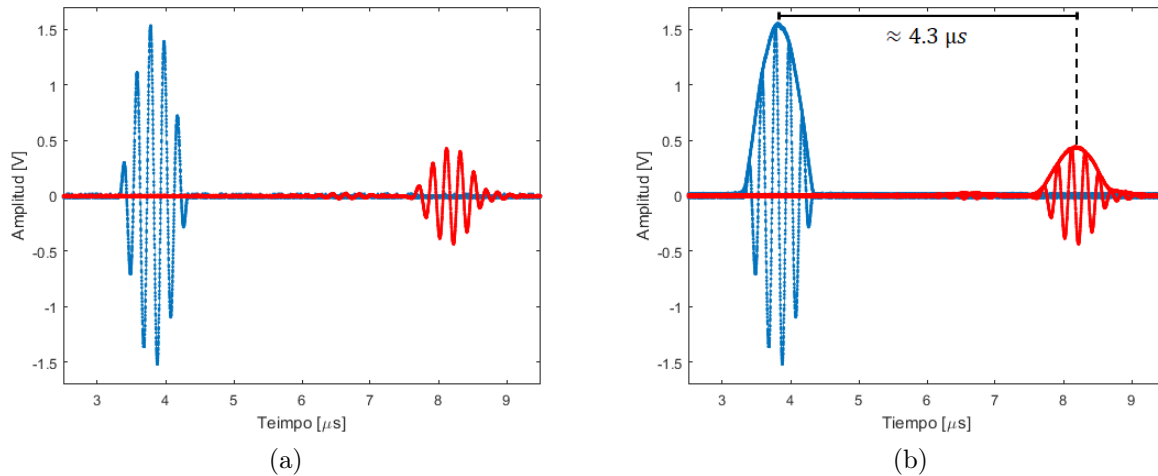


Figura 2.2: (a): Ejemplo de pulso emitido y recibido. (b): Envolventes de señal emitida y recibida. El tiempo de vuelo puede estimarse como la diferencia entre los tiempos de amplitud máxima de las envolventes.

2.2. Procedimiento para ensayo de tracción

Los ensayos son efectuados en la máquina de tracción INSTRON 3369, equipada con una celda de carga de 50 kN. Se controla vía el software Bluehill diseñado por el proveedor. El sistema mide datos de carga y deformación en tiempo real y permite la sincronización con otros instrumentos durante el ensayo. Las variables de entrada son la carga máxima final (F_{max}) y la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$). Para este trabajo se realizan ensayos a velocidad de deformación constante.

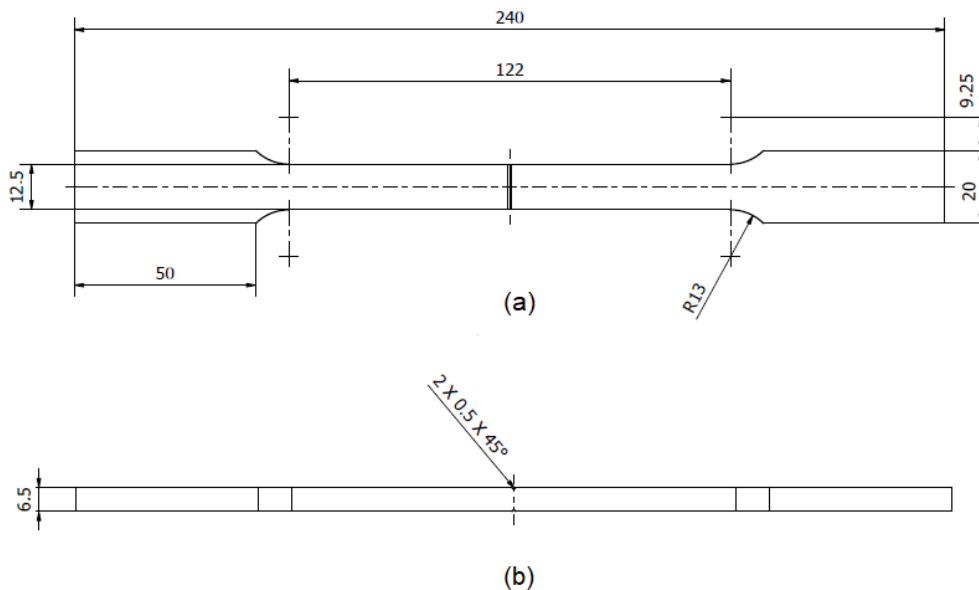


Figura 2.3: (a) Vista frontal de probeta de acero ensayada bajo el estándar ASTM E8/E8M. (b) Vista lateral. Medidas en [mm].

La geometría y dimensiones de las probetas ensayadas se encuentran estandarizadas según la norma ASTM E8/E8M para ensayos de tracción [2]. Adicionalmente fueron agregadas cuñas de 0.5 [mm] de profundidad sobre la parte media en dos de sus caras paralelas con el fin de definir la zona de formación de cuello y así posicionar los sensores de medición en una región cercana. Esto se ve representado en la Figura 2.3, en donde se exhibe la vista frontal y lateral del plano utilizado para el corte de muestras. Las probetas son cortadas desde la misma placa de acero inoxidable austenítico 304L, tal como fue recibida. El corte es efectuado mediante electroerosión, proceso de alta precisión y cuya importancia radica en el hecho de que no induce aumento de la densidad de dislocaciones en las superficies, como sí lo hacen los procesos de corte convencionales.

Para determinar los parámetros de carga a efectuar sobre las probetas durante la tracción se infiere, a partir de la ecuación (1.1), el área de la sección transversal original en la zona de la cuña y los valores reportados de σ_Y y σ_{UTS} desde la Tabla 1.2, una aproximación a la carga F_Y que produce la fluencia del material y la carga F_{UTS} que define el término de la deformación uniforme y el comienzo de la deformación localizada. Como se estableció en la sección anterior, estos parámetros fijan límites clave del comportamiento plástico del material, los valores calculados se presentan en la Tabla 2.1.

Fuerza	Valor [kN]
F_Y	14.5
F_{UTS}	38.8

Tabla 2.1: F_Y y F_{UTS} para las probetas de acero inoxidable austenítico 304L.

El protocolo para cada una de las probetas ensayadas es como sigue:

Preparación. En primer lugar se lleva a cabo una tracción ‘elástica’, con $\dot{\epsilon} = 0.5$ [mm/m-min], en la cual $F_{max} = 8$ [kN], es decir, $F_{max} < F_Y$ por lo tanto se mantiene dentro del régimen de deformación elástico. Esta tracción es seguida inmediatamente por una compresión a la misma velocidad de deformación, desde la carga F_{max} hasta que la carga sea nula. Este procedimiento se repite tres veces y se efectúa a modo de prueba, para corroborar el correcto funcionamiento de los instrumentos de medición.

Ensayo. Luego de la etapa de preparación se lleva a efecto el ensayo propiamente tal, que consiste en realizar tres tracciones sucesivas a una tasa $\dot{\epsilon} = 1.0$ [mm/mm/min], en las cuales las cargas máximas aplicadas para cada una de ellas, exceptuando la tercera, cumplen con la condición $F_Y < F_{max} < F_{UTS}$ para así poder estudiar la transición de régimen elástico a plástico.

Tomando en cuenta el endurecimiento por deformación que se produce durante la deformación plástica, se tiene que la carga máxima aplicada para estos tres ensayos va en orden ascendente, es decir: $F_{max}^1 < F_{max}^2 < F_{max}^3$. La tercera y última tracción pretende llegar a la fractura del material por lo que $F_{max}^3 > F_{UTS}$. Los valores de carga máxima final para cada una de estas tracciones se presentan en la Tabla 2.2.

Cabe destacar que entre dos tracciones consecutivas siempre se aplica una compresión a la misma velocidad de deformación, hasta que la carga sea nula y así comenzar con la siguiente tracción.

Tracción	F_{max} [kN]
PZ01	23
PZ02	30
PZ03	50

Tabla 2.2: Carga máxima para cada ensayo de tracción. Nomenclatura PZ hace referencia a *Plastic Zone*.

2.2.1. Montaje experimental

En paralelo al procedimiento de tracción, se llevan a cabo mediciones de los siguientes parámetros: tiempo de vuelo, espesor y deformación. La zona de medición de dichos parámetros se ubica en la cercanía de la zona de máxima concentración de esfuerzos: 15 [mm] por sobre la zona de la cuña, en dirección transversal a la probeta.

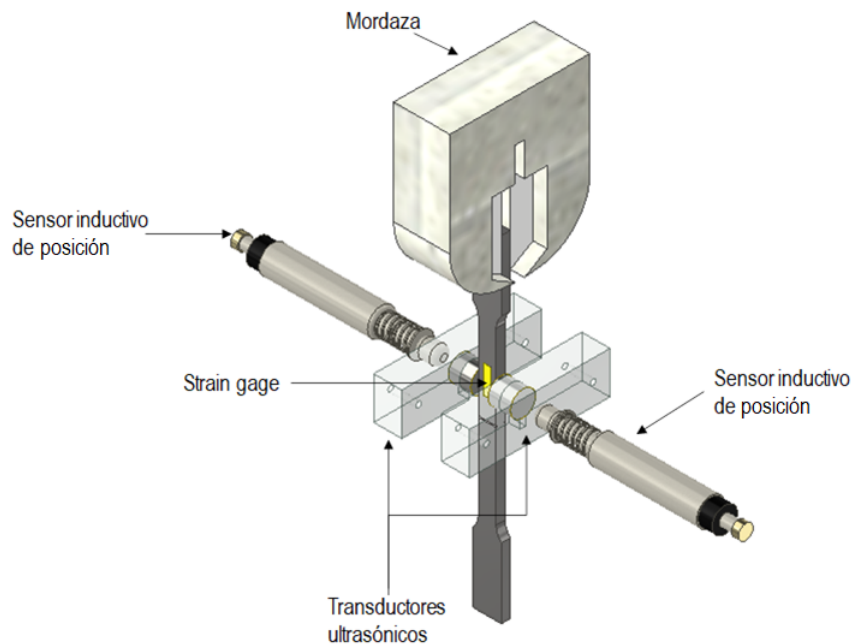


Figura 2.4: Esquema del montaje experimental. Los transductores se fijan a la probeta a través de un sistema compuesto por dos piezas acrílicas rectangulares que se sujetan entre sí por medio de una fuerza de compresión constante ejercida por dos pernos y dos resortes. Los sensores inductivos se poscionan en contacto con las piezas acrílicas.

Respecto al tiempo de vuelo, el proceso de generación, envío y recepción de pulsos se lleva a cabo por medio de un programa generado en LabView, la información para la creación del pulso se envía vía GPIB (*General-Purpose Instrumentation Bus*) desde el computador hacia el generador de funciones. El pulso generado es amplificado y enviado al transductor emisor que se encuentra en contacto con la cara lateral de la probeta, luego el transductor receptor, ubicado en contacto con la cara contraria, capta el pulso cuando este atraviesa el espesor correspondiente. Tanto la señal de emisión como la señal de recepción son leídas por medio de dos canales del osciloscopio de alta velocidad. La información de ambos canales es transferida nuevamente vía GPIB al computador, donde se adquieren por medio de un

segundo programa generado en LabView.

Complementariamente se efectúan mediciones del espesor que recorren los pulsos, en tiempo real y de forma continua, a medida que este se reduce producto del estrechamiento por la tensión ejercida. Para esto se ocupan dos sensores inductivos de posición, los cuales cuentan con un resorte en su estructura que al situarse fuera de la posición de equilibrio provoca un cambio de impedancia en el circuito asociado. Dicho de otra forma, existe una relación lineal entre la posición del resorte y el voltaje de salida de los sensores. Los sensores se ubican en ambas caras laterales, en contacto con el montaje de los transductores. Esta medida continua permite obtener la distancia de propagación en tiempo real y calcular la velocidad de los pulsos, así como también la reducción de área para el cálculo del esfuerzo real. Adicionalmente se realizan medidas de deformación local en la vecindad de la zona de medición usando un strain gage o extensómetro adherido a la cara frontal mediante un adhesivo instantáneo. Tanto los datos provenientes de los sensores inductivos como del strain gage son traspasados al computador a través de la tarjeta de adquisición. En la Figura 2.4 se presenta una imagen esquematizada del montaje antes descrito, en la Figura 2.5 se muestra una fotografía del montaje real.

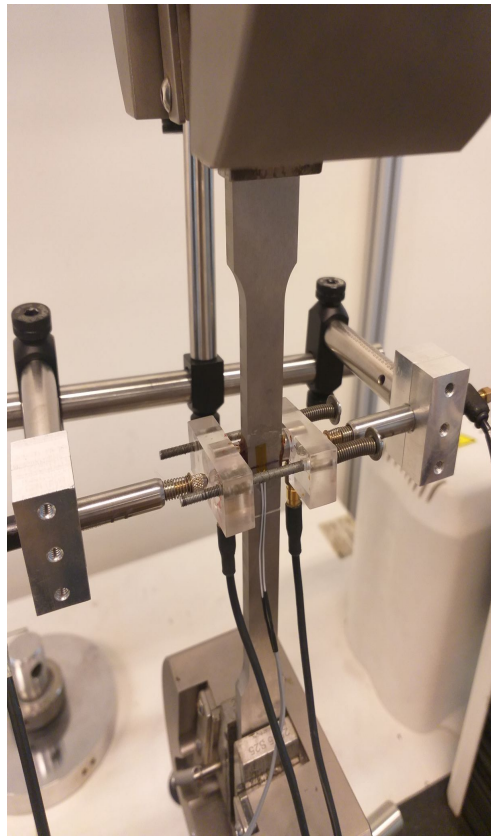


Figura 2.5: Imagen del montaje experimental real.

2.3. Medidas *ex situ* en acero TWIP

2.3.1. Materiales

- Transductores ultrasónicos de contacto para ondas transversales Olympus V157-RM.
- Transductores ultrasónicos de contacto para ondas longitudinales Olympus A109S-RM.
- Osciloscopio Tektronix TDS2012 .
- Generador de funciones Agilent 33220A.
- Dispositivo de control de instrumentos GPIB-USB-HS National Instruments.
- Amplificador bipolar NF Corporation - HSA 4011 DC.
- PC con programas Matlab y LabView.

2.3.2. Muestras de acero TWIP

La composición del acero TWIP empleado para la fabricación de las muestras es Fe-22Mn-1.5Al-0.6C (%peso). La presencia de aluminio, según lo anteriormente discutido, estabiliza la fase austenítica durante la deformación y aliviana el peso de la aleación. Por otra parte, contribuye al aumento del valor de SFE final del material en el cual se favorece la formación de maclas mecánicas en régimen de deformación plástica.

Para estudiar la interacción de las ondas ultrasónicas, se preparan muestras con diferente porcentaje de deformación inducido. Para esto se dispone una barra de acero TWIP recocido a 1000°C durante 6 horas, posteriormente se divide en tres lingotes cortados y preparados para laminado en frío. Se realiza el proceso de laminación sobre los lingotes correspondientes para así obtener tres niveles de deformación: 0, 10 y 20%. Se cortan muestras 3 muestras con geometría de prisma rectangular por cada lingote. La fabricación de las muestras fue realizada por Claudio Aguilar de la Universidad Técnica Federico Santa María.

Se toman mediciones de ultrasonido en todas las direcciones por lo que también se mide el espesor asociado a cada una de ellas utilizando un tornillo micrométrico. En la Figura 2.6 se muestra un esquema con la rotulación de las caras, para los prismas rectangulares cortados, respecto a la dirección de laminación.

2.3.3. Procedimiento de ultrasonido

Se realizan medidas de tiempo de vuelo de ondas transversales y ondas longitudinales y del parámetro acústico no-lineal sobre cada una de las direcciones de las muestras de acero TWIP de forma *ex situ*. Respecto al parámetro acústico no-lineal, se compara el escalamiento asociado a la fórmula usual presentada en la ecuación (1.9), con el escalamiento propuesto por F. Lund presentado en la ecuación (1.12). Se determina el más adecuado para proceder con el cálculo de β' para cada muestra de acero TWIP.

Medidas de velocidad

Las medidas de velocidad se ejecutan mediante la técnica de propagación de pulsos. Se genera un pulso por medio de LabView que pasa hacia el generador de funciones y luego por el amplificador de señales. Con el par de transductores piezoeléctricos se emite y recibe

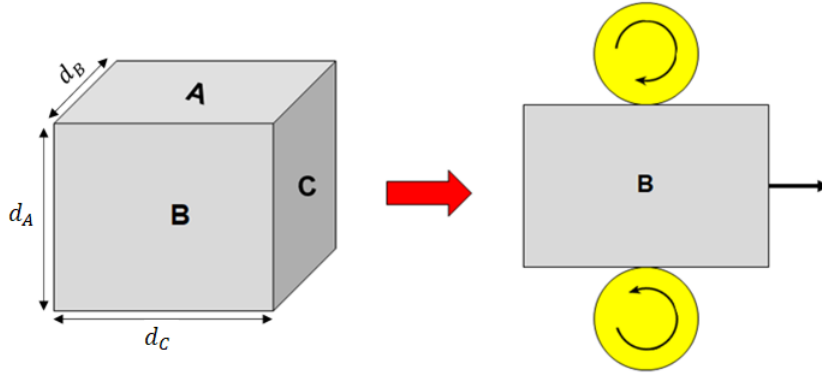


Figura 2.6: Disposición de las muestras cortadas para el proceso de laminación. (A) corresponde a la dirección de laminación, (B) al espesor y (C) a la dirección transversal al laminado. d_A , d_B y d_C son los espesores correspondientes a las direcciones de medición.

la señal que viaja por la muestra y se transfieren los datos al computador vía GPIB y se adquieren mediante un programa generado en LabView. Se realizan medidas de tiempo de vuelo de ondas transversales y longitudinales sobre cada muestra, en las tres direcciones. Los transductores transversales poseen un diámetro de 6.35 [mm] mientras que el diámetro de los transductores longitudinales es de 12.7 [mm]. En ambos casos se envía un pulso con frecuencia de 5 MHz y con amplitud de 2 [V] *peak-to-peak* amplificada en un factor 10. El tiempo de vuelo se calcula de forma análoga a lo expuesto en la sección 2.1.2.

Procedimiento para la generación del segundo armónico

Se realizan medidas de amplitud de la frecuencia fundamental y segundo armónico sobre las muestras de acero TWIP a través de la emisión de ondas longitudinales. Por medio del generador de funciones y el amplificador, el transductor emisor es excitado con una señal sinusoidal continua de frecuencia 3 MHz. Este transductor se localiza en una de las caras de la muestra generando la onda que viaja a través del material, la cual es recibida en la cara contraria por el transductor receptor. Posteriormente, la señal es leída por el osciloscopio donde se traspa al dominio de frecuencias mediante un análisis de Fourier, luego es enviada hacia el computador mediante GPIB y adquirida por medio de un programa generado en LabView, mediante un análisis de datos realizado en Matlab se obtiene el voltaje asociado a la amplitud del armónico fundamental (V_w) y del segundo armónico (V_{2w}). El esquema del montaje experimental se ve representado en la Figura 2.7.

Para lograr una mayor precisión en la toma de datos se realiza un barrido de amplitud sobre la onda emitida, entre 3 y 7 [V] *peak-to-peak* amplificado por un factor 10. Se obtienen los valores de V_w y V_{2w} para cada amplitud de excitación. Se ejecuta este procedimiento cinco veces por cada muestra y cada dirección, desacoplando y volviendo a acoplar los transductores sobre las caras para así probar la reproducibilidad del método y tener una medida de la dispersión.

A modo de generalización y comparación entre el escalamiento cuadrático y a la potencia de cuatro tercios de la respuesta no-lineal del segundo armónico (ecuaciones (1.9)) y (1.12),

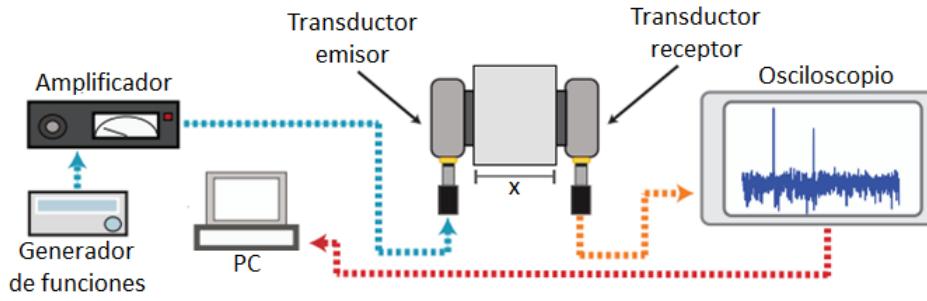


Figura 2.7: Esquema del montaje experimental utilizado para las mediciones de SHG sobre muestras de acero TWIP [15].

respectivamente), se definen las constantes de proporcionalidad m_1 y m_2 , tal que

$$V_{2w} = m_1 V_w^2 \quad \wedge \quad V_{2w} = m_2 V_w^{4/3} \quad (2.1)$$

Se grafican ambos escalamientos según los datos medidos experimentalmente, se realiza un ajuste lineal sobre ambas curvas y se determina cuál de ellas es la que mejor ajusta a la data experimental. Dependiendo del resultado, se calcula β' para las muestras TWIP conforme a la ecuación (1.10) o (1.13) según la ley de potencia que mejor se ajuste.

Capítulo 3

Resultados y discusión

3.1. Medidas *in situ* en acero inoxidable austenítico AISI 304L

Respecto a los resultados aquí expuestos, se debe tomar en cuenta que durante los ensayos de tracción se detectó el deslizamiento de la mordaza móvil con respecto a la probeta y, en consecuencia, de los sensores inductivos pues el movimiento de estos últimos es solidario al movimiento del cabezal móvil. Por esta razón se disminuyó la velocidad de deformación para ensayos posteriores, y así aminorar el deslizamiento relativo entre los instrumentos. Sin embargo, este cambio no obtuvo mayor éxito con respecto al deslizamiento, por lo que las medidas de espesor en tiempo real resultaron ser poco confiables.

Se realizó el procedimiento experimental sobre un total de 11 probetas. Debido a lo expuesto en el párrafo anterior, en el onceavo y último procedimiento se tomó la precaución de medir el espesor final entre tracciones consecutivas mediante micrómetro. Estos valores fueron tomados como referencia para generar un arreglo de datos de espesor, cuya reducción en régimen plástico se obtuvo mediante una simple interpolación lineal entre los valores medidos, la cual es una aproximación plausible para el régimen de elongación uniforme. A continuación, se presentan los resultados obtenidos sobre esta última probeta y se comparan los datos de velocidad adquiridos mediante el espesor medido y mediante el arreglo de espesor corregido. La velocidad de deformación empleada fue $\dot{\epsilon} = 0.3$ [mm/mm/min].

3.1.1. PZ01

La Figura 3.1 expone los resultados de las mediciones realizadas de tiempo de vuelo y espesor durante la ejecución de la primera tracción en que se supera el límite elástico. Asimismo, en la Figura 3.2 se presentan resultados de la velocidad de ondas transversales inferida a partir de los datos anteriores.

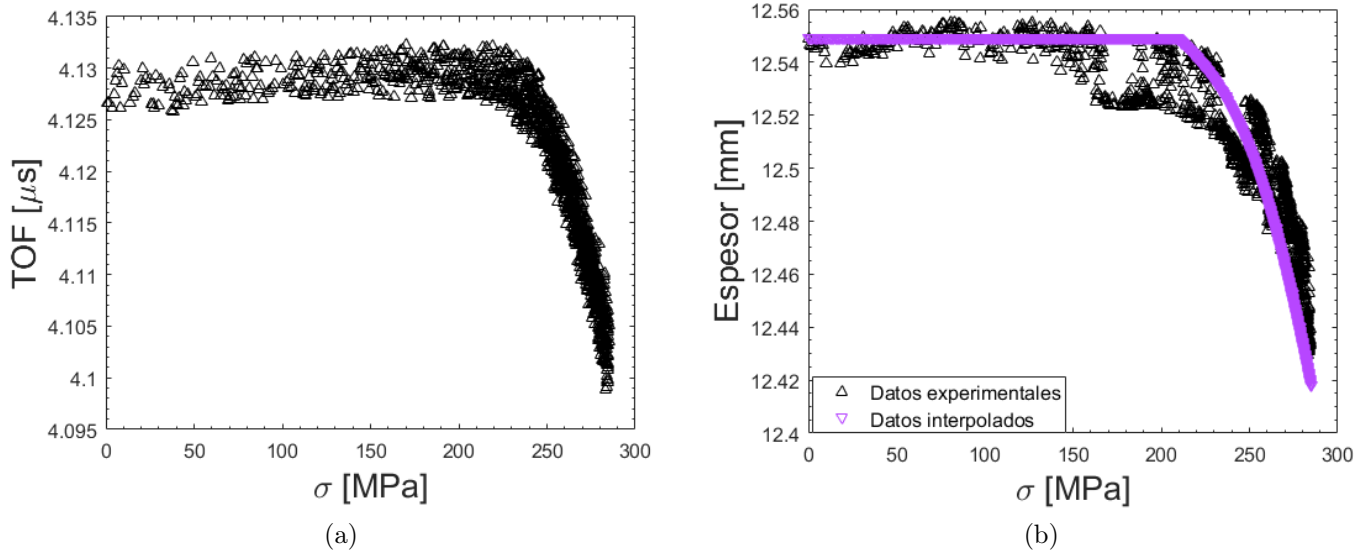


Figura 3.1: (a): TOF versus σ . (b): Espesor medido (Δ) y espesor corregido mediante interpolación lineal (∇) versus σ .

En primer lugar, la Figura (3.1a) exhibe un comportamiento aproximadamente constante del tiempo de vuelo en torno a $\text{TOF} = 4.128$ [μs] durante la primera porción del ensayo, que corresponde con el régimen elástico de deformación. Se produce una zona de inflexión en la vecindad de $\sigma \approx 210$ [MPa]. Luego de esta curvatura sigue un decaimiento pronunciado hasta el final del ensayo, este decaimiento es provocado por la proliferación de dislocaciones durante el régimen de deformación plástica.

La Figura (3.1b) revela una medición de espesor en tiempo real bastante ruidosa o irregular, que se relaciona directamente con el deslizamiento de los sensores inductivos durante el ensayo pues el punto de contacto no se mantuvo constante entre los sensores y la probeta. Aún así se alcanza a diferenciar, al igual que en el caso de la Figura (3.1a), entre dos zonas: una primera parte más o menos constante en comparación a una segunda zona de decaimiento pronunciado. Asimismo, la zona de inflexión se ubica en la vecindad cercana a $\sigma \approx 210$ [MPa]. Debido a este problema vinculado directamente con el montaje, se procede, como se estableció anteriormente, a generar un arreglo de datos de espesor con mediciones hechas *a priori* y *a posteriori* de la tracción. Como se puede observar, la forma adoptada por este arreglo de datos de espesor corregido se asemeja bastante a la forma de los datos experimentales, lo que corrobora que es una aproximación aceptable. Se diferencian principalmente en la regularidad y en la pendiente, pues el espesor medido *a posteriori* resultó ser menor que el espesor final medido por los sensores.

La Figura (3.2a) muestra los datos de velocidad obtenidos a partir de TOF y los datos

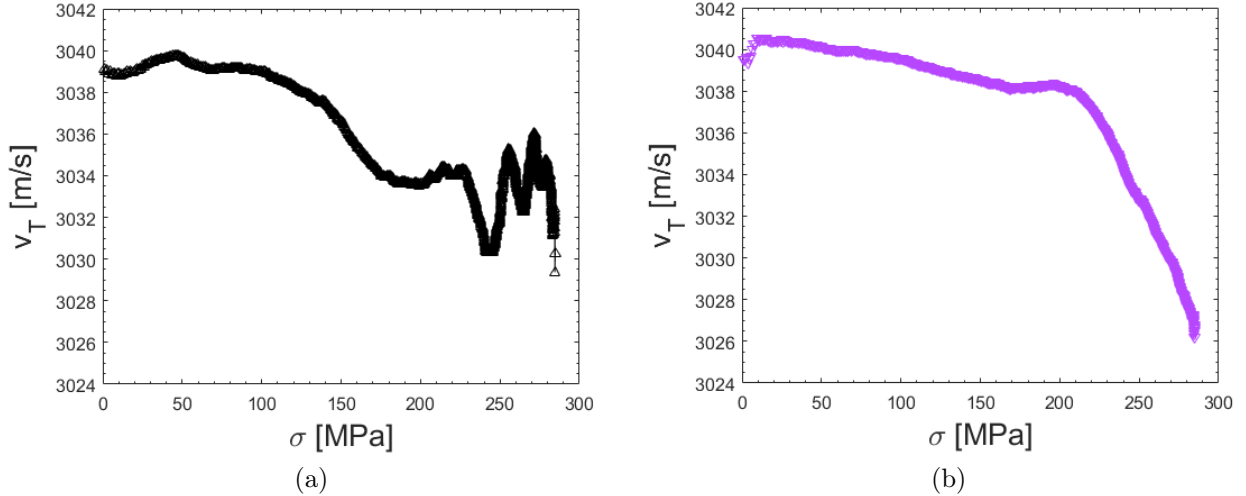


Figura 3.2: (a): v_T , calculado a partir de mediciones continuas y en tiempo real de TOF y espesor, versus σ . (b): v_T corregido versus σ .

experimentales de espesor, mientras que el gráfico de la Figura (3.2b) presenta la velocidad corregida, calculada mediante TOF y el arreglo de datos de espesor generado vía interpolación. En el primero se observa un comportamiento totalmente irregular de v_T en función del esfuerzo, en el segundo se ve un comportamiento definido. Para este último se observa una pequeña caída de aproximadamente 2 [m/s] durante la zona elástica, provocada principalmente por el ligero aumento de TOF durante la misma que puede ser explicado por el reacondicionamiento de los transductores. Luego, tal y como las gráficas de la Figura 3.1, se produce una inflexión en la curva y un decaimiento abrupto de v_T . Cabe destacar que esta simple aproximación hecha sobre el espesor permite observar el decaimiento de velocidad provocado por la proliferación de dislocaciones, como es predicho por la teoría.

3.1.2. PZ02

En esta sección se exponen resultados y análisis de las mediciones hechas sobre la segunda tracción plástica, para las mismas variables del caso anterior.

Se observa en la Figura (3.3a) que las mediciones de TOF tienen un aspecto mucho más limpio al comparar con el caso anterior, lo que puede explicarse por un posible reacondicionamiento hacia una posición más estable de acomodamiento de los transductores. Al igual que durante la primera tracción, se distingue una primera zona donde el comportamiento de TOF es relativamente constante que corresponde a la zona elástica, para luego observar nuevamente un decaimiento abrupto en la zona plástica debido a la proliferación de dislocaciones. Esta vez el cambio de curvatura se produce en la vecindad de $\sigma \approx 250$ [MPa], lo cual es coherente con el endurecimiento por deformación que se produjo debido a la primera tracción ejecutada por lo que, para este caso, se requiere un esfuerzo mayor para desencadenar el aumento en la densidad de dislocaciones.

Respecto al gráfico de la Figura (3.3b) es posible observar buena similitud entre el espesor medido y corregido, a excepción por un último tramo en donde se presenta un salto

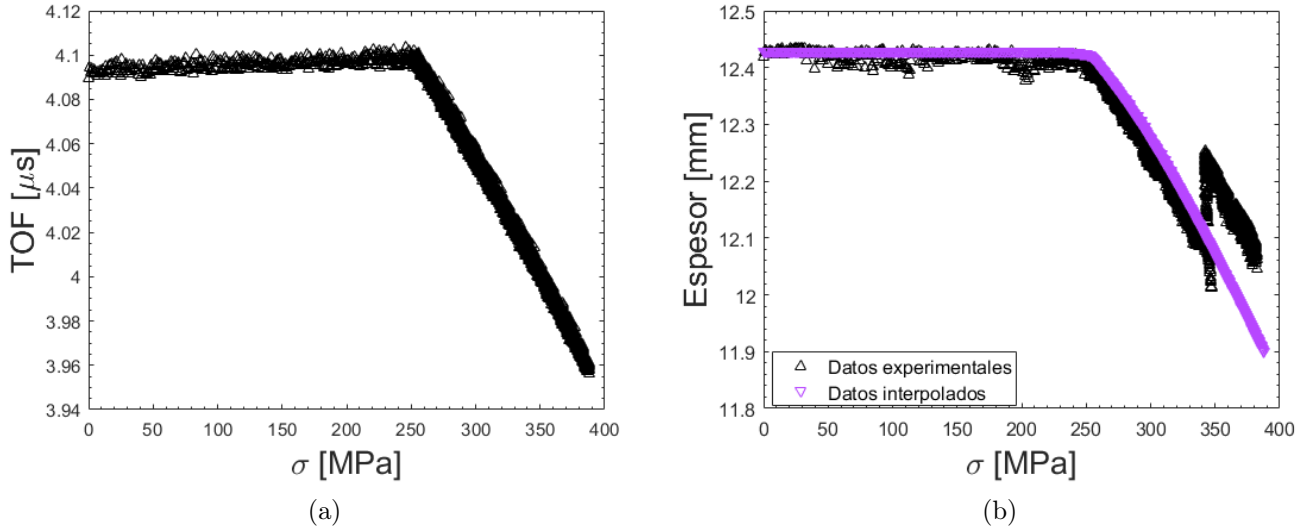


Figura 3.3: (a): TOF versus σ . (b): Espesor medido (Δ) y espesor corregido mediante interpolación lineal (∇) versus σ .

o discontinuidad en el espesor medido debido al deslizamiento de los sensores inductivos de desplazamiento. Por consiguiente, el gráfico de v_T de la Figura (3.4a) presenta también un salto en su comportamiento, no obstante es posible distinguir una primera parte con un pequeño decaimiento durante la zona elástica y luego un decremento más pronunciado en torno a $\sigma \approx 250$ [MPa] hasta llegar a la discontinuidad. Por otro lado, el gráfico de v_T corregida de la Figura (3.4b) permite distinguir claramente los dos regímenes de deformación: elástico con v_T prácticamente constante (existe un ligero decaimiento en los primeros 100 [MPa] de 2[m/s]), y plástico con decremento total de 25 [m/s] aproximadamente para los últimos 100 [MPa].

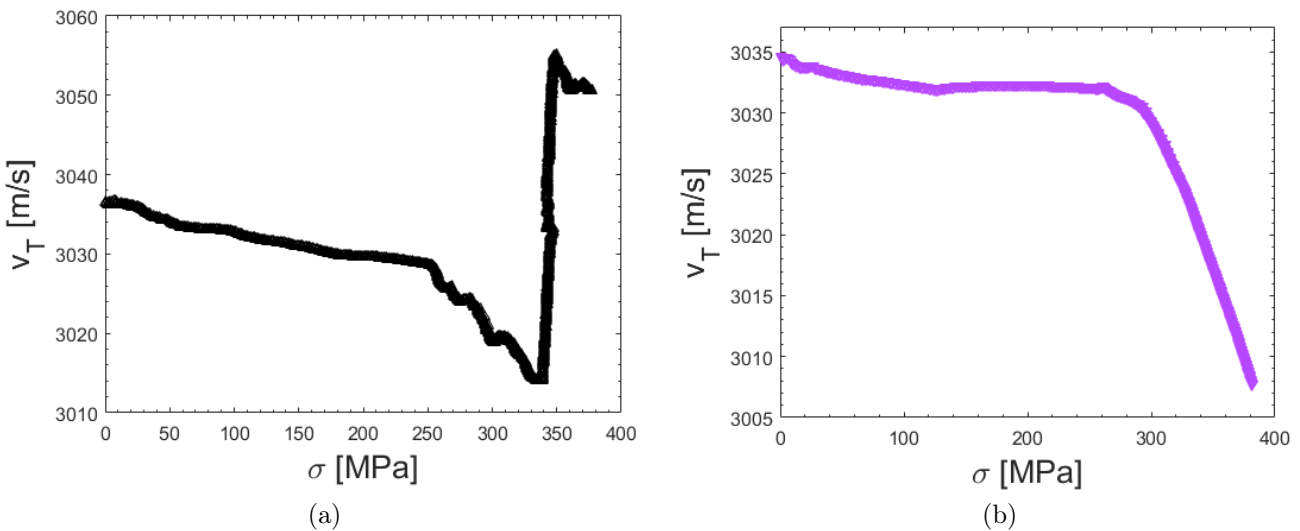


Figura 3.4: (a): v_T calculado a partir de mediciones continuas y en tiempo real de TOF y espesor, versus σ . (b): v_T corregido versus σ .

3.1.3. PZ03

Para la tercera y última tracción, vale la pena decir que la carga máxima alcanzada fue de 33.5 [kN] sin llegar a la fractura, de hecho no se superó F_{UTS} . Esto, debido a que la máquina de tracción utilizada no permite llegar a cargas tan altas a una velocidad de deformación tan baja por problemas asociados al motor. Dicho esto, se presentan a continuación los resultados.

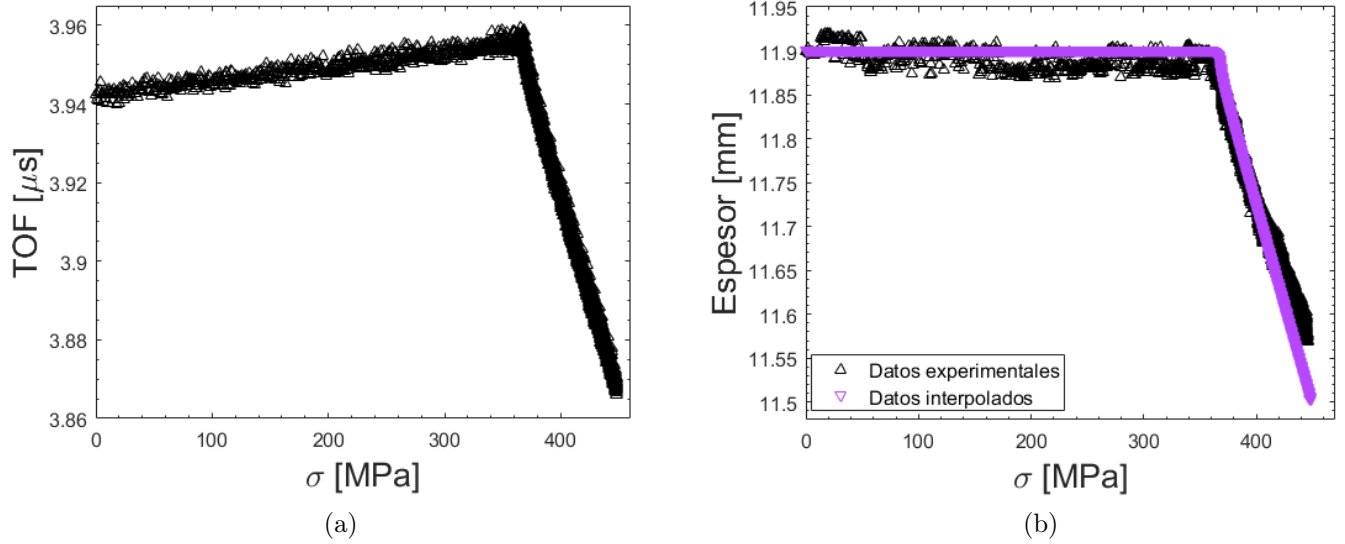


Figura 3.5: (a): TOF versus σ . (b): Espesor medido (Δ) y espesor corregido mediante interpolación lineal (∇) versus σ .

Se tiene que el gráfico de la Figura (3.5a) también sostiene un aspecto bastante regular, presenta un crecimiento de TOF en función del esfuerzo durante la zona elástica de aproximadamente 17 [ns]. En principio este aumento no tiene explicación directa, puede ser algún error sistemático relacionado con el montaje. En las mediciones anteriores se observaba un pequeño aumento pero no tan pronunciado como en este caso. Sin embargo, alrededor de $\sigma \approx 365$ [MPa], aparece una vez más el decremento abrupto de TOF relacionado al aumento en densidad de dislocaciones. Como ocurrió ya en el caso anterior, se requiere un esfuerzo aún mayor para provocar la proliferación dramática de dislocaciones a causa del endurecimiento por deformación provocado por las dos tracciones anteriores.

En relación al gráfico de la Figura (3.5b) se ve que existe buena similaridad entre el espesor medido y corregido, con la diferencia que el valor final medido mediante micrómetro *a posteriori* es menor que el medido por los sensores inductivos de posición, dando por resultado un espesor corregido con una pendiente levemente más negativa en la zona plástica. Durante este ensayo no se alcanzó la formación de cuello, por lo que la probeta se encuentra en régimen de deformación uniforme y por lo tanto esta aproximación sigue siendo válida.

Ahora bien, con respecto a los gráficos de la Figura 3.6, en ambos se ve decaimiento de v_T durante la zona elástica de 10 [m/s], debido al crecimiento de TOF que se produce en la misma zona. En $\sigma \approx 365$ [MPa] se muestra una inflexión hacia una pendiente más negativa, es decir, un decremento mayor de v_T a medida que crece el esfuerzo. En la Figura (3.6a) esto se ve truncado por una serie de irregularidades provocadas por la inexactitud de las medidas

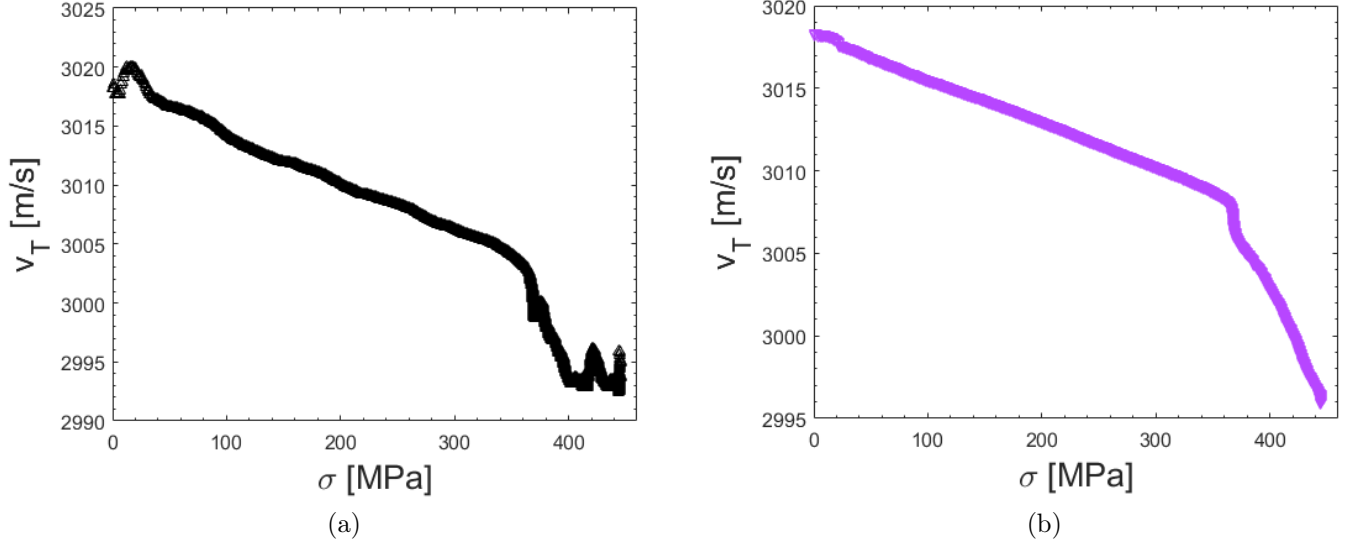


Figura 3.6: (a): v_T calculado a partir de mediciones continuas y en tiempo real de TOF y espesor, versus σ . (b): v_T versus σ .

de espesor en la parte final del experimento. Se ve esto corregido en la Figura (3.6b), en donde se aprecia una disminución de 12 [m/s] durante los últimos 80 [MPa].

3.1.4. Sumario

Esta sección presenta un resumen de los resultados obtenidos a lo largo de todo el procedimiento experimental. Primero, la Figura (3.7a) muestra las curvas de esfuerzo-deformación real en base al espesor corregido para la tracción PZ01 y una parte de la tracción PZ02. Durante la segunda tracción, el strain gage adherido a la probeta se despegó debido a la rigidez del adhesivo instantáneo, este no pudo soportar el estiramiento al que estaba siendo sometido. Afortunadamente, se logró documentar una parte de la deformación plástica durante PZ02. Lamentablemente, debido a este hecho no se pudo construir la curva para la tracción PZ03. Para PZ01 y PZ02 se calculó el esfuerzo de fluencia mediante el método de Christensen [7], los valores obtenidos fueron $\sigma_Y \approx 122$ [MPa] y $\sigma \approx 234$ [MPa] respectivamente. Estos datos fueron remarcados en la Figura (3.7a), así como también en la Figura (3.7b) que presenta la velocidad corregida para el conjunto de las tres tracciones ejecutadas. Se ve en esta última que para PZ01 no coincide exactamente con el cambio abrupto de v_T pero sí con una leve caída que se produce un poco antes, en cambio para PZ02 coincide casi de forma perfecta con el decaimiento abrupto de v_T , para el caso de PZ03 no se cuenta con esta información pero la curva deja entrever un decaimiento previo de v_T de menor magnitud antes del quiebre de la curva, que se exhibía claramente en el gráfico de la Figura (3.6b) y que por el momento no tiene explicación concreta.

En la Figura 3.8 se muestra el monitoreo continuo de la densidad de dislocaciones para el conjunto de tracciones realizadas sobre la probeta de acero inoxidable austenítico 304L, la cual fue inferida desde la ecuación (1.6) y los resultados corregidos de v_T . Se tomó $L = 10$ [nm] y $L = 100$ [nm] para los gráficos de las Figuras (3.8a) y (3.8b) respectivamente. Se tomaron estos valores de longitud promedio de los segmentos de dislocación de forma referencial, pues

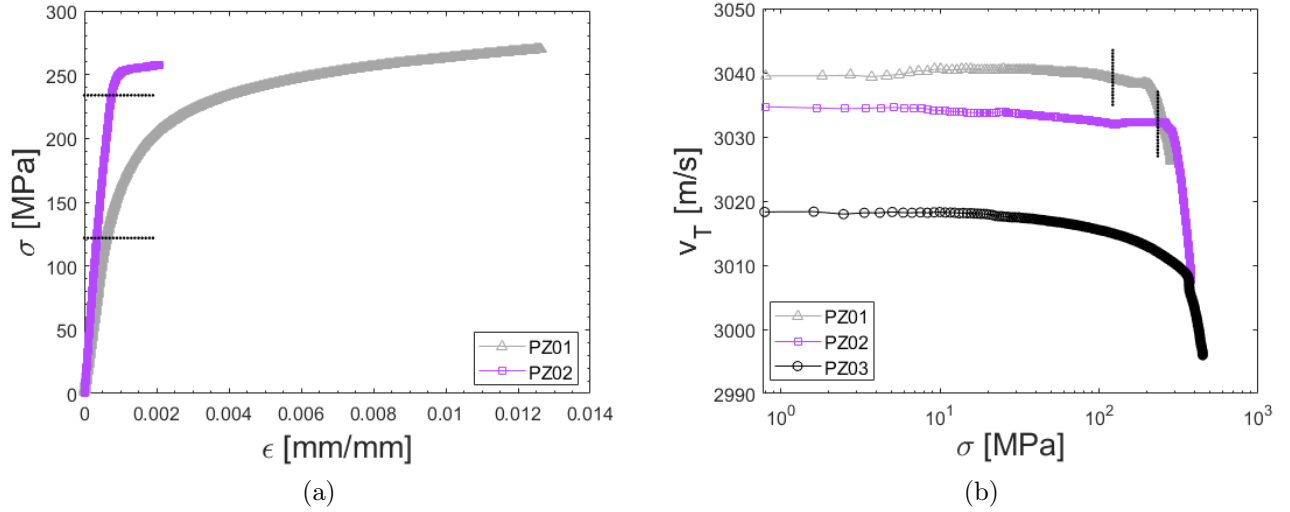


Figura 3.7: (a): σ versus ϵ para tracciones PZ01 y PZ02. (b): v_T corregido versus σ en escala semi-log para PZ01, PZ02 y PZ03. Las líneas horizontales y verticales, en (a) y (b) respectivamente, corresponden al esfuerzo de fluencia medido según Christensen [7].

no se cuenta con un valor exacto para este parámetro extraído desde la literatura o desde métodos como TEM o XRD, esto se hace sólo para tener una idea de los órdenes de magnitud asociados. Para ambas gráficas el comportamiento de Λ es idéntico, como era de esperarse, excepto porque difieren en dos órdenes de magnitud. Se observa que las curvas no se alcanzan a tocar debido a este leve decaimiento previo de v_T que se observó en las secciones anteriores, siendo más pronunciada en la tercera y última tracción. Aún así, se observa que todas las curvas colapsan en una misma línea, lo cual se revelaba igualmente en la Figura 1.10 extraída desde el artículo de Salinas *et al.*.

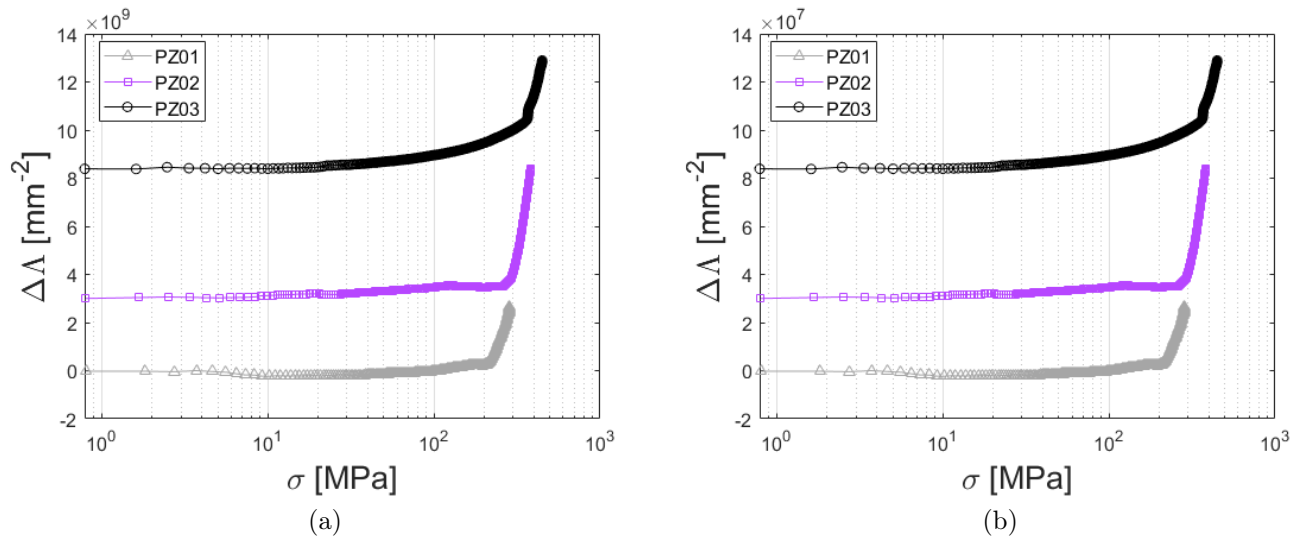


Figura 3.8: (a): Λ versus σ para $L = 10$ [nm]. (b): Λ versus σ para $L = 100$ [nm]. Ambos gráficos contienen la información correspondiente a PZ01, PZ02 y PZ03.

Para finalizar, a partir de los resultados entregados se da cuenta de un monitoreo continuo y en tiempo real de la proliferación de dislocaciones durante los ensayos de tracción utilizando la técnica ultrasónica de propagación de pulsos. A pesar de los errores de montaje que se pudo identificar, con una pequeña corrección aplicada sobre los datos de espesor ya fue posible apreciar el comportamiento que se presumía según la base teórica y experimental que fue expuesta.

3.2. Medidas *ex situ* en acero TWIP

Se efectuaron mediciones de manera *ex situ* sobre 3 muestras de acero TWIP por nivel de deformación (un total de 9 muestras), sin embargo se presentan los resultados obtenidos del promedio calculado a partir de los resultados de dos de las muestras por categoría. Sobre éstas, fueron escogidas entre el total debido a que existe pleno conocimiento sobre su orientación respecto a la dirección en que fueron laminadas. Para el resto de las muestras, cuyos resultados no son exhibidos aún, se encuentra un proceso de metalografía en curso para la identificación de la direccionalidad respecto a la laminación y así poder complementar la información aquí expuesta. A continuación, se presentan los resultados obtenidos.

	0 % def.	
	<i>Muestra 1</i>	<i>Muestra 2</i>
d_A [cm]	1.625 ± 0.002	1.731 ± 0.002
d_B [cm]	1.700 ± 0.001	1.935 ± 0.004
d_C [cm]	1.690 ± 0.001	1.739 ± 0.002

Tabla 3.1: Dimensiones de las muestras de acero TWIP con 0 % de deformación.

	10 % def.	
	<i>Muestra 1</i>	<i>Muestra 2</i>
d_A [cm]	1.369 ± 0.002	1.724 ± 0.001
d_B [cm]	1.941 ± 0.002	1.835 ± 0.003
d_C [cm]	1.504 ± 0.002	1.7671 ± 0.0001

Tabla 3.2: Dimensiones de las muestras de acero TWIP con 10 % de deformación.

	20 % def.	
	<i>Muestra 1</i>	<i>Muestra 2</i>
d_A [cm]	1.837 ± 0.002	1.922 ± 0.002
d_B [cm]	1.980 ± 0.002	1.982 ± 0.003
d_C [cm]	1.775 ± 0.001	1.859 ± 0.002

Tabla 3.3: Dimensiones de las muestras de acero TWIP con 20 % de deformación.

Las Tablas 3.1, 3.2 y 3.3 muestran los resultados de las mediciones de espesor asociadas a las direcciones de las muestras de acero TWIP. Se ve una dispersión mínima del 0.01 % y máxima de 0.2 %.

3.2.1. Velocidad de propagación

En esta sección se presentan los resultados y el análisis para la velocidad de ondas transversales y longitudinales. Estos datos fueron obtenidos a partir de mediciones hechas utilizando la técnica experimental ultrasónica de tiempo de vuelo.

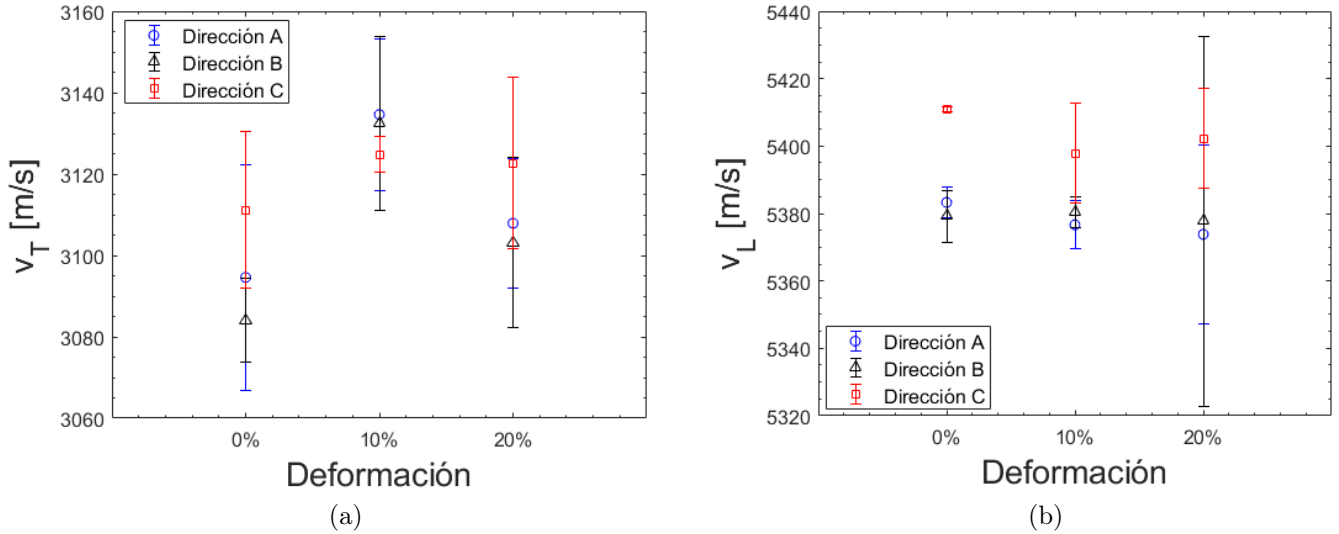


Figura 3.9: (a): v_T versus [%] de deformación. (b) v_L versus [%] de deformación.

En primer lugar, se debe analizar el hecho de que existen tres mecanismos posibles para variar la velocidad de las ondas: a) Aparición de dislocaciones como cuerdas elásticas, fenómeno que se ha estudiado en profundidad y se conoce de forma robusta. b) Aparición de paredes de macla, que interactúan con la onda como membranas elásticas, el cual no se conoce tan bien. c) Disminución del tamaño de grano debido a la proliferación de maclas. Los dos primeros mecanismos disminuyen la velocidad de las ondas, el tercero la aumenta [31].

Al analizar primeramente el gráfico de la Figura (3.9a), correspondiente a la velocidad de propagación de ondas transversales, para las medidas en espesor (dirección B), y en la dirección de laminación (dirección A) al pasar de 0% de deformación a 10% de deformación v_T aumenta. Luego, al pasar a 20% de deformación, v_T disminuye. Dentro del esquema descrito en el párrafo anterior, una manera de explicar este comportamiento es que hasta 10% aparecerían muchas maclas pero no muchas dislocaciones. Luego, entre 10% y 20%, no aparecerían muchas maclas nuevas pero sí muchas dislocaciones.

Por otro lado, el gráfico de la Figura (3.9b) presenta la velocidad de propagación de ondas longitudinales. Para v_L se ve que no es posible notar diferencias importantes entre los resultados las mediciones para los distintos niveles de deformación. Esto se debe a que la longitud de propagación del pulso se encuentra dentro del campo cercano” de los transductores, dentro de esta región es posible que existan reflexiones que alteren la emisión y, por ende, el frente de ondas no llega completamente plano al transductor receptor, lo cual se ve representado esquemáticamente en la Figura 3.10. Por lo tanto, estas medidas no son tan precisas como para ver cambios pequeños ocasionados por la deformación pero sí son suficientemente precisas como para obtener una buena estimación de la velocidad de ondas longitudinales

en acero TWIP. De las mediciones se obtiene un valor promedio de la velocidad de ondas longitudinales de 5387 [m/s] con una desviación estándar de 20.5 [m/s].

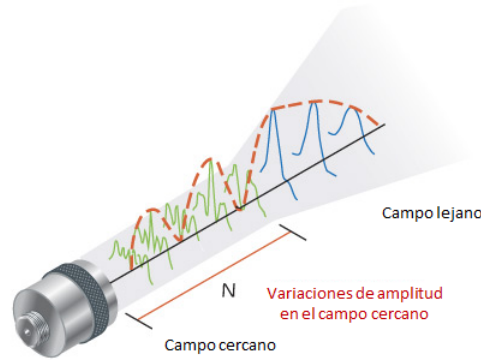


Figura 3.10: Patrón de emisión típico de un transductor, N es la longitud del campo cercano. Imagen adaptada de [9].

3.2.2. Segunda generación armónica

Esta sección presenta los resultados obtenidos a partir de la técnica ultrasónica de segunda generación armónica, cuyo protocolo consiste en la medición de las amplitudes en voltaje del primer y segundo armónico sobre las muestras de acero TWIP.

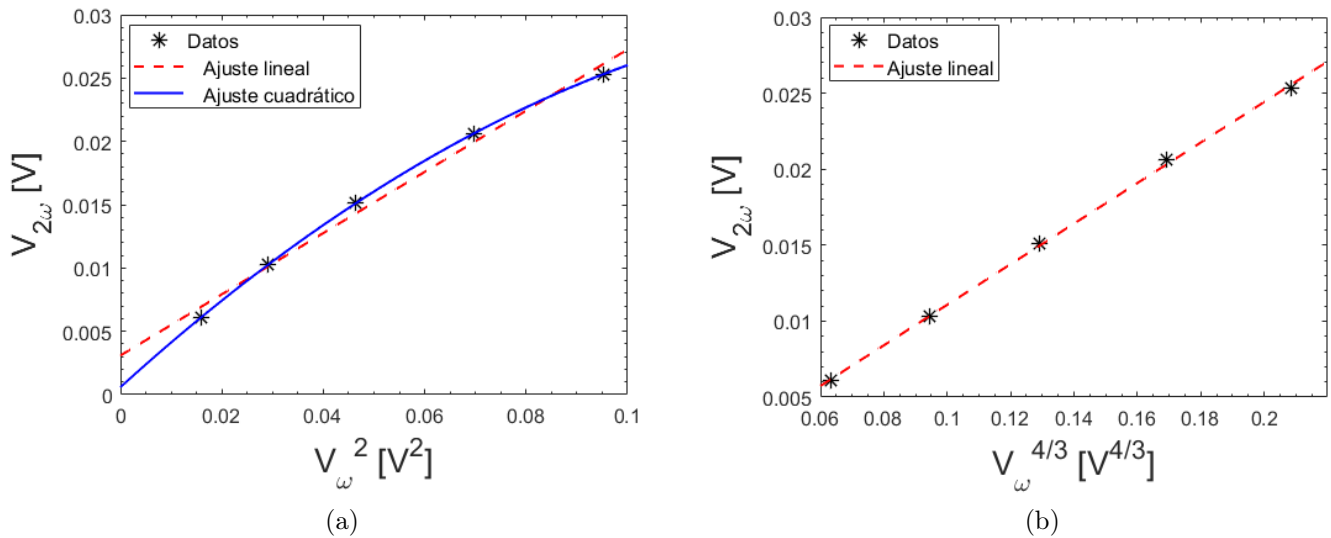


Figura 3.11: (a): Escalamiento $V_{2\omega} = m_1 V_{\omega}^2$ aplicada a los datos experimentales (*), ajuste lineal (---) con $R^2 = 0.9896$ y ajuste cuadrático (—) con $R^2 = 1$. (b) Escalamiento $V_{2\omega} = m_2 V_{\omega}^{4/3}$, ajuste lineal (---) con $R^2 = 0.9993$.

En la Figura 3.11 se presentan los resultados del escalamiento cuadrático y el escalamiento en ley de potencia de cuatro tercios, en particular la Figura (3.11a) deja en evidencia que la ley de potencia cuadrática no ajusta linealmente los datos. Es más, se observa claramente una curvatura sobre la cual el ajuste cuadrático encaja perfectamente, con $R^2 = 1$, mientras

que para el ajuste lineal $R^2 = 0.9896$. Recordar que el coeficiente de determinación R^2 es un parámetro estadístico que determina la calidad del modelo o ajuste sobre los datos. En contraste, la Figura 3.11b presenta un valor de $R^2 = 0.9993$, comprobando que la ley de potencia a la cuatro tercios ajusta mejor los datos experimentales. Esto se repite para todas las mediciones hechas sobre las muestras. Por tanto, la formulación hecha por F. Lund para el parámetro acústico no-lineal β de la ecuación (1.12) es más precisa, corroborado con datos experimentales. En otras palabras, la amplitud del segundo armónico no es proporcional al cuadrado de la amplitud del armónico fundamental, sino que es proporcional a la amplitud del armónico fundamental a la potencia de cuatro tercios. Cabe destacar que el corrimiento de las curvas con respecto al origen está vinculado al ruido instrumental, por lo que no es tomado en consideración.

De acuerdo al párrafo anterior, se procedió a calcular β' según la ecuación (1.13), que en términos de la constante de proporcionalidad m_2 queda expresado de la siguiente manera:

$$\beta' = \frac{1}{2^4 \alpha^3} (m_2)^3 \frac{1}{k} \quad (3.1)$$

y cuyos resultados se exponen en la Figura 3.12. La gráfica de la Figura (3.12a) muestra el comportamiento de β' versus la deformación, el cual es contrario al de v_T visto anteriormente en la Figura (3.9a). Esto también se ve reflejado en la Figura (3.12b) en la cual se grafica β' versus v_T para las muestras TWIP, se observa el comportamiento inverso de ambas variables respecto al contenido de dislocaciones. Lo anterior se condice con lo presentado en la Figura 1.11 obtenida desde el trabajo de Espinoza *et al.* en el cual ya se registraba una relación inversa entre ambas variables respecto al contenido de dislocaciones.

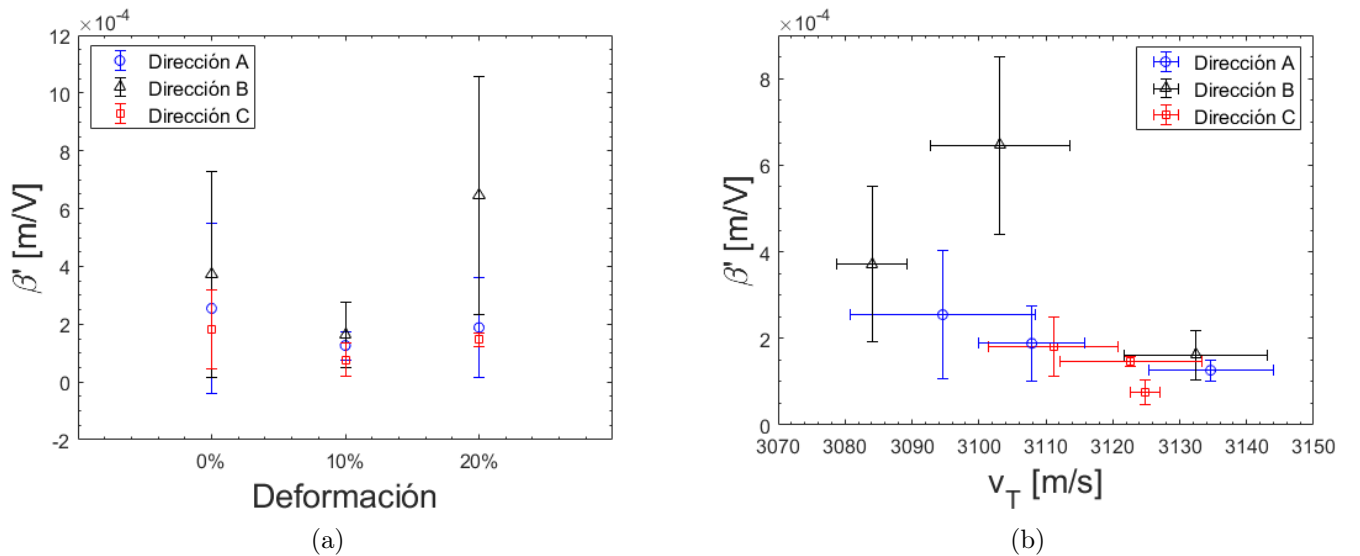


Figura 3.12: (a): β' versus [%] de deformación. (b): β' versus v_T . El parámetro β' calculado a partir de la ley de potencia de cuatro tercios.

Por lo demás, se observa que el parámetro acústico no-lineal es bastante más sensible a los cambios en la densidad de dislocaciones que la velocidad de propagación, por ejemplo, un

cambio de $\sim 1.5\%$ para v_T se ve reflejado en un cambio de $\sim 56\%$ para el valor computado del parámetro β' .

Siguiendo con el razonamiento de la sección 3.2.1, los resultados obtenidos de β' refuerzan la idea o hipótesis de que existiría una primera etapa en donde, para este material, ocurriría principalmente la formación de maclas y en menor grado el aumento en la densidad de dislocaciones, la cual estaría seguida por una segunda etapa en la que predominantemente aumentaría la densidad de dislocaciones. Esta argumentación correlaciona con lo expuesto por De Cooman *et al.* [11] a través de metalografías TEM en las cuales se observa la microestructura de muestras TWIP con diferentes estados de deformación inducida: 5, 10 y 20%. En ellas se da cuenta de que en las etapas iniciales de deformación (5%), la densidad de dislocaciones aumenta y no hay formación de maclas aún. A una deformación media de 10%, ya se observa la formación de maclas inducidas de aspecto angosto o estrecho que cruzan todo el grano, dividiéndolo en subgranos más pequeños. A una deformación muy alta del 20%, se observa una alta densidad de dislocaciones en las regiones entre maclas, los bordes de maclas actúan como una fuerte barrera para el deslizamiento de las dislocaciones. Queda entonces de manifiesto que los cambios microestructurales debido a la deformación, genera cambios en las propiedades acústicas del material y que pueden ser cuantificados de forma no-intrusiva a través de las técnicas ultrasónicas utilizadas. Por último, sería interesante realizar metalografías TEM sobre las muestras TWIP del presente estudio para correlacionarlas de manera directa con las medidas acústicas ya expuestas.

Conclusión

Primeramente, se establece que se han cumplido tanto el objetivo general como los específicos planteados para el presente trabajo. Se efectuaron las medidas ultrasónicas correspondientes, tanto de manera *in situ* durante ensayos de tracción sobre probetas de acero inoxidable austenítico 304L, así como también de forma *ex situ* sobre muestras de acero TWIP con distinto nivel de deformación inducido. Los resultados obtenidos por medio de las medidas ultrasónicas permitieron realizar un análisis consistente de las características microestructurales de las muestras de acero debido a los mecanismos de deformación presentes, en particular y de forma más acabada, del deslizamiento de dislocaciones en las piezas metálicas.

Respecto a las medidas *in situ*, se logró medir de forma continua y en tiempo real la velocidad de propagación de ondas transversales, demostrando el decaimiento durante la zona plástica debido a la proliferación de dislocaciones, como es predicho por la teoría. Se identificó como fuente de error sistemático el deslizamiento de los sensores de posición inductivos durante los ensayos de tracción por lo que las medidas de espesor realizadas mediante estos instrumentos no son del todo confiables. Esto es algo que debe mejorarse para próximos montajes. No obstante, los datos de tiempo de vuelo obtenidos mediante ultrasonido son válidos y serán correlacionados con datos de espesor extraídos desde simulaciones de tracción uniaxial, proceso que ya se encuentra en curso. De esta forma, se podrán corroborar los datos aquí ya expuestos y robustecer el estudio.

Respecto a las medidas *ex situ*, se tiene como resultado sobresaliente el hecho de que la formulación usual para el parámetro acústico no-lineal β no es completamente correcto. Se demostró que la formulación hecha por F. Lund y colaboradores ajusta mejor con los datos experimentales y, por lo tanto, que la amplitud del segundo armónico sería proporcional a la amplitud del armónico fundamental a la potencia de cuatro tercios. Esto es un aporte significativo no sólo para este trabajo sino que es una contribución para la rama de la física que estudia la acústica no-lineal. Por otro lado, las medidas de velocidad de ondas transversales y el parámetro β' con esta corrección muestran diferencias entre los distintos niveles de deformación y correlacionan entre ellos de buena manera, los resultados expuestos para velocidad de ondas longitudinales son menos claros respecto a estas diferencias debido a que las mediciones fueron hechas dentro del campo cercano de los transductores. Se aconseja para próximas mediciones verificar la longitud del campo cercano de los transductores previo a la toma de los datos. Respecto a las muestras TWIP, no se puede concluir determinantemente aún el orden de formación y magnitud en que operan los mecanismos de deformación presentes, sin embargo la obtención de metalografías podría develar mayor información acerca de este tema al ser correlacionadas con las medidas acústicas. Es en este mismo sentido que

se encuentra en curso el proceso de microscopía óptica sobre las muestras TWIP rezagadas para revelar su direccionalidad e incluirlas en el análisis.

Para finalizar, en base al trabajo desarrollado se concluye que las técnicas ultrasónicas utilizadas son métodos no intrusivos consistentes, precisos y simples de ejecutar, los cuales son sensibles respecto a las características microestructurales y entregan información confiable acerca de los estados de deformación de piezas metálicas. En particular, la técnica de propagación de pulsos es un procedimiento que podría ser realizado sin dificultad sobre piezas metálicas en terreno para cuantificar su densidad de dislocaciones.

Bibliografía

- [1] Donald R Askeland and Pradeep P Phule. *The science and engineering of materials*. Springer, 2003.
- [2] E8-99 ASTM et al. Standard test methods for tension testing of metallic materials. *Annual book of ASTM standards*. ASTM, 2001.
- [3] Felipe Barra, Rodrigo Espinoza-González, Henry Fernández, Fernando Lund, Agnès Maurel, and Vincent Pagneux. The use of ultrasound to measure dislocation density. *JOM*, 67(8):1856–1863, 2015.
- [4] PS Branicio, JY Zhang, and DJ Srolovitz. Effect of strain on the stacking fault energy of copper: a first-principles study. *Physical Review B*, 88(6):064104, 2013.
- [5] William D Callister et al. *Fundamentals of materials science and engineering*, volume 471660817. Wiley London, 2000.
- [6] Liqing Chen, Yang Zhao, and Xiaomei Qin. Some aspects of high manganese twinning-induced plasticity (twip) steel, a review. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 26(1):1–15, 2013.
- [7] Richard M Christensen. Observations on the definition of yield stress. *Acta Mechanica*, 196(3):239–244, 2008.
- [8] F. Lund. comunicación privada. Beta and 2nd harmonic generation. Aún no publicado, 2020.
- [9] Olympus Corporation. Ultrasonic transducers. Recuperado de: <https://www.olympus-ims.com/es/ndt-tutorials/flaw-detection/beam-characteristics/> (URL), 2021.
- [10] Joseph R Davis. *Tensile testing*. ASM international, 2004.
- [11] BC De Cooman, Ohjoon Kwon, and Kwang-Geun Chin. State-of-the-knowledge on twip steel. *Materials Science and Technology*, 28(5):513–527, 2012.
- [12] G Dini, R Ueji, A Najafizadeh, and SM Monir-Vaghefi. Flow stress analysis of twip steel via the xrd measurement of dislocation density. *Materials Science and Engineering: A*, 527(10-11):2759–2763, 2010.

- [13] Richart Elliott, K Coley, Sina Mostaghel, and Mansoor Barati. Review of manganese processing for production of trip/twip steels, part 1: current practice and processing fundamentals. *JOM*, 70(5):680–690, 2018.
- [14] JD Eshelby. Lxxxii. edge dislocations in anisotropic materials. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 40(308):903–912, 1949.
- [15] Carolina Espinoza, Daniel Feliú, Claudio Aguilar, Rodrigo Espinoza-González, Fernando Lund, Vicente Salinas, and Nicolás Mujica. Linear versus nonlinear acoustic probing of plasticity in metals: A quantitative assessment. *Materials*, 11(11):2217, 2018.
- [16] Hamza Essoussi, Said Ettaqi, and Elhachmi Essadiqi. The effect of alloying elements on the stacking fault energy of a twip steel. *Procedia Manufacturing*, 22:129–134, 2018.
- [17] Felipe Díaz del Castillo Rodríguez. Laboratorio de tecnología de materiales. Facultad de Estudios Superiores Cautitlán, Departamento de Ingeniería. Los nuevos aceros para la industria automotriz. Recuperado de: http://olimpia.cuautitlan2.unam.mx/pagina_ingenieria/mecanica/mat/mat_mec/m3/nuevos_aceros.pdf (URL), 2009.
- [18] FP Fulay, DR Askeland, and WJ Wright. The science & engineering of materials. *Cengage Learning*, 2011.
- [19] A v Granato and Kurt Lücke. Theory of mechanical damping due to dislocations. *Journal of applied physics*, 27(6):583–593, 1956.
- [20] AV Granato and K Lücke. Application of dislocation theory to internal friction phenomena at high frequencies. *Journal of applied physics*, 27(7):789–805, 1956.
- [21] Philip D Harvey. *Engineering properties of steel*. Asm Intl, 1982.
- [22] INSTRON. Stress-strain diagram. Recuperado de: <https://www.instron.us/en-us/our-company/library/glossary/s/stress-strain-diagram> (URL), 2021.
- [23] Lev Davidovich Landau and Evgenii Mikhailovich Lifshitz. *Mechanics: Volume 1, Section 28*, volume 1. Butterworth-Heinemann, 1976.
- [24] Fan Liu, Hao Yuan, Jian Yin, and Jing Tao Wang. Influence of stacking fault energy and temperature on microstructures and mechanical properties of fcc pure metals processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 662:578–587, 2016.
- [25] KH Matlack, J-Y Kim, LJ Jacobs, and Jianmin Qu. Review of second harmonic generation measurement techniques for material state determination in metals. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 34(1):273, 2015.
- [26] Agnes Maurel, Jean-François Mercier, and Fernando Lund. Elastic wave propagation through a random array of dislocations. *Physical Review B*, 70(2):024303, 2004.

- [27] Agnès Maurel, Vincent Pagneux, Felipe Barra, and Fernando Lund. Wave propagation through a random array of pinned dislocations: Velocity change and attenuation in a generalized granato and lücke theory. *Physical Review B*, 72(17):174111, 2005.
- [28] KR McCall. Theoretical study of nonlinear elastic wave propagation. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 99(B2):2591–2600, 1994.
- [29] Nicolás Mujica, Rodrigo Espinoza, Judit Lisoni, Fernando Lund, et al. Ultrasound as a probe of dislocation density in aluminum. *Acta materialia*, 60(16):5828–5837, 2012.
- [30] Frank Reginald Nunes Nabarro. The interaction of screw dislocations and sound waves. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 209(1097):278–290, 1951.
- [31] P Palanichamy, A Joseph, T Jayakumar, and Baldev Raj. Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel. *NDT & E International*, 28(3):179–185, 1995.
- [32] Universidad de Chile. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. Resistencia de Materiales, Ingeniería Civil Mecánica. Ensayo de tracción. Recuperado de: https://www.u-cursos.cl/ingenieria/2012/1/ME4601/1/material_docente/bajar?id_material=429399 (URL), 2012.
- [33] Antonio Enrique Salas Reyes et al. Estudio de la ductilidad en caliente de aceros fe-mn-c-si-al de plasticidad inducida por maclaje (twip). 2014.
- [34] Vicente Salinas, Claudio Aguilar, Rodrigo Espinoza-González, Fernando Lund, and Nicolás Mujica. In situ monitoring of dislocation proliferation during plastic deformation using ultrasound. *International Journal of Plasticity*, 97:178–193, 2017.
- [35] RE Schramm and RP Reed. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 6(7):1345, 1975.
- [36] Sandmeyer. Steel Company. Specification sheet: Alloy 304/304L. Recuperado de: <https://www.sandmeyersteel.com/images/Alloy304-304L-APR2013.pdf> (URL), 2021.
- [37] Shigeto Takebayashi, Tomonori Kunieda, Naoki Yoshinaga, Kohsaku Ushioda, and Shigenobu Ogata. Comparison of the dislocation density in martensitic steels evaluated by some x-ray diffraction methods. *ISIJ international*, 50(6):875–882, 2010.
- [38] Diana Herrán Medina. Trabajo de fin de grado. UC3M, Ingeniería de Tecnologías Industriales. Estudio sobre la composición de las capas de óxido formadas sobre aceros twip con diferentes contenidos en cromo. Recuperado de: <https://core.ac.uk/download/pdf/288501586.pdf> (URL), 2018.