## MARTENSITA INDUCIDA POR ESFUERZOS Y DEFORMACIÓN EN UN ACERO Fe-Ni-C: TERMODINÁMICA, CINÉTICA, MORFOLOGÍA Y MECANISMOS DE FORMACIÓN

O. A. Hilders\*

Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, Universidad Central de Venezuela.

Caracas, Venezuela.

\*Autor de correspondencia, email: ohilders@hotmail.com, Tel-Fax: +58 212 3725230

Recibido: Mayo 2013. Aprobado: Agosto 2013. Publicado: Noviembre 2013.

## RESUMEN

Se analiza la transformación martensítica inducida por esfuerzos y deformación en un acero austenítico Fe-Ni-C mediante deformación isotérmica por tensión, en el rango de temperaturas comprendido entre -60 y 100 °C. Los principios básicos de la termodinámica y la cinética se aplican al análisis de la martensita inducida por esfuerzos (MES), y la martensita inducida por deformación (MDE). De igual forma, se ha establecido la dependencia entre la morfología y la temperatura, para los dos tipos básicos de martensita mencionados. La formación de MES y MDE ha sido explicada a través del criterio de energía mecánica (CEM) y del criterio de bandas de deformación (CBD) respectivamente, los cuales son analizados de manera breve. Las estructuras martensíticas fueron estudiadas mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (MEB) y análisis de imágenes. Para la aleación estudiada (Ms = -30 °C), la MES se formó entre -60 y 28 °C y la MDE a temperaturas mayores a 28 °C. La MES presentó una morfología lenticular y se formó tanto en el rango elástico como en el plástico, mientras que la MDE sólo se formó en el rango plástico, presentando una morfología de paquete. En general, la fracción total de martensita formada disminuyó con el incremento de la temperatura, alcanzando un valor de 0,93 a -60 °C y 0,21 a 100 °C. Se observó que la resistencia disminuye progresivamente con el aumento de la temperatura, mientras que la ductilidad aumenta desde -60 y hasta 0 °C, para luego disminuir hasta los 100 °C. La mejor combinación de resistencia y ductilidad se presentó a los 0 °C, siendo el esfuerzo real uniforme máximo:  $\sigma_{\mu} = 975$  Mpa y la deformación real de fractura:  $\varepsilon_{\ell} = 0.54$ . Para ésta condición, la microestructura obtenida fue de lentes de martensita fuertemente orientadas y de gran tamaño. Alrededor de los 20, y hasta los 28 °C, aparece un sub-tipo de la MES denominado "martensita butterfly" (MBT), la cual se considera una estructura de transición entre la MES ("martensita lenticular" ó ML) y la MDE. Finalmente se destaca la importancia tecnológica del efecto TRIP ("transformación inducida por plasticidad"), el cual sigue siendo hoy en día objeto de diversas investigaciones en la ciencia de los materiales.

Palabras claves: Martensita inducida por plasticidad, martensita lenticular, martensita de paquete, efecto TRIP, morfología.

## STRESS AND STRAIN INDUCED MARTENSITE IN A Fe-Ni-C STEEL: THERMODYNAMICS, KINETICS, MORPHOLOGY AND FORMATION MECHANISMS

## ABSTRACT

The stress and strain-induced martensitic transformation in a Fe-Ni-C steel with Ms = -30 °C, was studied by isothermic tensile deformation between -60 and 100 °C. Thermodinamics and kinetics principles were applied to analise the straininduced martensite ( $\varepsilon$ -IM) and stress-induced martensite ( $\sigma$ -IM). The relation between the morphology and the formation temperature for both types of martensites was investigated. The mechanical energy criterion (MEC) and the deformation band criterion (DBC), were briefly described to explain the formation of  $\varepsilon$ -IM and  $\sigma$ -IM respectively. The microstructures were studied using optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), and image analysis. The  $\sigma$ -IM was formed by elastic and plastic deformation over a wide range of temperatures between -60 and 28 °C, being its morphology of the lenticular type, whereas the & IM was formed just above 28 °C by plastic deformation only, showing a packet morphology. The highest fraction of martensite formed was 0,93 at -60 °C, and the lowest 0,21 at 100 °C. In general, the higher the temperature, the lower the strength of the material. On the other hand, it was observerd an increase in ductility for the temperature range between -60 and 0 °C and a corresponding decrease between 0 and 100 °C. The best combination of strength and ductility was observerd at 0 °C, being the true ultimate tensile strength  $\sigma_u = 975$  Mpa, and the true fracture strain  $\varepsilon_f = 0.54$ . For this condition, the microstructure consists of long and strong oriented martensite plates. A transition microstructure between the  $\sigma$ -IM (lenticular morphology) and the  $\varepsilon$ -IM called "butterfly martensite" (a sub-type of the  $\sigma$ -IM), was formed between 20 and 28 °C. Finally, the TRIP (*"transformation induced plasticity"*) effect was highlighted since it is very important from a technological point of view, and even today is a matter of research in materials science.

Keywords: Strain-induced martensite, lenticular martensite, packet martensite, TRIP effect, morphology.

### INTRODUCCIÓN

La transformación martensítica inducida por esfuerzos y deformación en muchos aceros metaestables austeníticos, constituye un fenómeno de gran importancia tecnológica, debido a que la martensita generada concurrentemente con el proceso de deformación, mejora de manera sensible las propiedades mecánicas en éste tipo de material [1-4]. La transformación de la austenita metaestable a martensita debido a la aplicación de esfuerzos y a la deformación resultante, ha sido conocida desde los años 30's del siglo pasado [5], pero no fue sino hasta las décadas de los 60's y los 70's que Zackay, Parker y colaboradores [6-11]; aprovecharon este tipo de conocimiento para desarrollar y estudiar en detalle los denominados aceros TRIP (por: "transformación inducida por plasticidad"). En la mayoría de los aceros, la resistencia y la ductilidad varian de forma opuesta, por lo que generalmente se busca la mejoría de una de ellas en detrimento de la otra. Los aceros TRIP, por otra parte, poseen una alta resistencia, combinada con una gran ductilidad y una excelente tenacidad. La alta resistencia es atribuida a la precipitación de carburos, al endurecimiento debido a la deformación y al anclaje de dislocaciones por átomos de soluto segregados, todo ello debido a tratamientos de tipo termomecánico; mientras que la alta ductilidad es una consecuencia directa de la martensita generada durante el proceso de deformación [12,13]. Naturalmente, la alta tenacidad obtenida se debe a la combinación de los altos valores, tanto de ductilidad como de resistencia, que normalmente se observan.

El proceso de formación de la martensita, a través de la deformación plástica de la austenita, es en sí mismo un mecanismo de deformación, constituyendo la base que sustenta la innovación permanente de los aceros TRIP hoy en día. Una de las áreas de mayor aplicación y desarrollo de este tipo de aceros, entre otras; es la del conformado de láminas para la industria automotriz [14-17].

El intervalo de deformaciones en el cual los aceros TRIP exhiben un alto endurecimiento es bastante amplio, lo que los hace aptos para procesos donde sea requerida una alta estirabilidad, como por ejemplo, la embutición profunda [18]. Más aún, las características especiales que muestran estos aceros los hace candidatos para los nuevos procesos de conformado, como el llamado SPIF (por: "single point incremental forming") [19].

La microestructura de los aceros TRIP corresponde a la de un material multifásico compuesto por ferrita + bainita + austenita retenida. La presencia de austenita retenida  $\gamma_{FCC}$ (fase metaestable) resulta en la transformación:  $\gamma_{FCC} \rightarrow \alpha'_{BCC}$ , durante la deformación mecánica [20], siendo el contenido de carbono y el tamaño de grano de la austenita retenida, los principales factores que controlan el valor de la deformación al cual da inicio la transformación [21]. Los aceros TRIP también suelen estar aleados con altas cantidades de carbono, silicio y/o aluminio [22], por lo que son considerados como de composición compleja.

Aunque los aceros TRIP han sido llamados por algunos autores "aceros metaestables austeníticos" [23,24], sin embargo; esta no resulta una denominación apropiada, ya que la austenita metaestable inicial, a transformarse en martensita  $\alpha'_{\rm B~C~C}$ , está comprendida comúnmente entre 20 y 30% en peso del acero [18,25]. Esta denominación, utilizada especialmente durante las primeras décadas del desarrollo y estudio de los aceros TRIP, probablemente estuvo inspirada en los estudios iniciales realizados en relación a la martensita generada mediante la deformación plástica de la austenita, en aceros inoxidables austeníticos Cr-Ni del tipo 18/8 [26], y 301 [27,28]; los cuales poseen una microestructura compuesta por un 100% de austenita metaestable FCC, luego de ser templados a temperatura ambiente, y antes de sufrir deformación plástica.

En la actualidad, la denominación de los aceros que experimentan transformación martensítica inducida por esfuerzos y/o deformación, que no corresponden a las composiciones típicas de los aceros TRIP, es simplemente la de "aceros austeníticos metaestables" [29], "aceros



Fig. 1. Curvas de energía libre de las fases austenita ( $\gamma_{FCC}$ ) y martensita ( $\alpha'_{BCC}$ ), como una función de la temperatura. Se muestran las temperatura críticas de interés. (Adaptado Ref. [28]).

*inoxidables austeníticos*" [30], "*acero austenítico*" [31], o según su naturaleza específica: "*aleaciones metaestables de titanio*" [32], "*aceros inoxidables dúplex metaestables*" [33], etc. Por otra parte, actualmente el término TRIP se ha generalizado, ya no para designar a cualquier acero donde se observe la correspondiente transformación de la austenita a martensita, sino para caracterizar el proceso en sí mismo (aceros asistidos por TRIP) [34,35].

Existe una considerable confusión en cuanto al nombre utilizado en la designación del tipo de martensita, en todas las clases de acero nombrados donde se produce esta fase a partir de la austenita metaestable. Esto es debido tanto a la determinación del rango en el cual se forma (elástico o plástico), como al uso de los términos *asistida* o *inducida*. Este aspecto será discutido posteriormente, una vez que se muestren cuáles son las bases termodinámicas necesarias para el proceso de transformación:  $\gamma_{FCC} \rightarrow \alpha'_{BCC}$ .

## Termodinámica de la Transformación

En el caso de los aceros, la dependencia de la energía libre de la temperatura para las fases  $\gamma$  (FCC) y  $\alpha$  (BCC) tiene la forma de la figura 1 [28]. Las dos fases se encuentran en equilibrio termodinámico a la temperatura Te, siendo Ms la temperatura de inicio de la transformación martensítica después de un enfriamiento por debajo de Te [donde la curva de energía libre de la fase  $\alpha'$  (G $\alpha'$ ) se encuentra por debajo de la correspondiente a  $\gamma$  (G $\gamma'$ ), por lo que  $\alpha'$  es más estable que  $\gamma$  ]. Este enfriamiento (Te - Ms), es el mínimo necesario para que dé inicio la transformación martensítica comúnmente conocida como *transformación atérmica*, venciéndose de este modo la barrera energética para la formación de la martensita (no señalada en la figura 1). Luego, la inestabilidad de la austenita obligará al sistema (a T y P constantes), a reducir su energía libre por mol (energía libre química) en una cantidad dada por:  $\Delta G\gamma \rightarrow \alpha' = \Delta H\gamma \rightarrow \alpha' - T\Delta S\gamma \rightarrow \alpha' = g_{\alpha'} - g_{\gamma}$  (1) donde  $\Delta H\gamma \rightarrow \alpha'$  y  $\Delta S\gamma \rightarrow \alpha'$  son los cambios en entalpía por mol y entropía por mol, necesarios para que

ocurra la disminución mencionada de la energía libre del sistema a la temperatura T (en este caso, T = Ms). Esta disminución de energía libre es igual a la diferencia entre las energía de las fases martensita y austenita,  $g_{\alpha}$ , y  $g_{\gamma}$  respectivamente. Mientras mayor sea el enfriamiento por debajo de Ms, mayor deberá ser entonces la cantidad de martensita atérmica formada [36].

Si suponemos que  $\Delta H\gamma \rightarrow \alpha$  ' y  $\Delta S\gamma \rightarrow \alpha$  ' varían poco

a temperaturas cercanas a Te, entonces, en el equilibrio:

$$\Delta H \gamma \rightarrow \alpha - Te \Delta S \gamma \rightarrow \alpha = 0$$
 (2)

por lo tanto;  $\Delta S \gamma \rightarrow \alpha$  ' puede expresarse mediante:

$$\Delta S \gamma \to \alpha \, `= \Delta H \gamma \to \alpha \, '/Te \tag{3}$$

A la temperatura Ms debe cumplirse entonces:

$$\Delta G \gamma \rightarrow \alpha \,^{\prime} = \Delta H \gamma \rightarrow \alpha \,^{\prime} - Ms \, (\Delta H \gamma \rightarrow \alpha \,^{\prime}/Te) =$$
$$\Delta H \gamma \rightarrow \alpha \,^{\prime}[1 - (Ms/Te)] =$$
$$\Delta H \gamma \rightarrow \alpha \,^{\prime}(\Delta T \gamma \rightarrow \alpha \,^{\prime}/Te)$$
(4)

donde  $\Delta T\gamma \rightarrow \alpha$  ' = Te – Ms es el sobreenfriamiento por debajo de la temperatura de equilibrio Te. Finalmente, al sustituir la ecuación (3) en la ecuación (4), obtenemos la siguiente expresión para  $\Delta G\gamma \rightarrow \alpha$  ':

$$\Delta G \gamma \to \alpha \, `= \Delta S \gamma \to \alpha \, `\Delta T \gamma \to \alpha \, ` \tag{5}$$

Esta disminución de energía libre, o fuerza motriz para la transformación, se encuentra asociada a la formación adifusional de la martensita, característica que puede ser consultada junto a la teoría cristalográfica formal, en las referencias [37] y [38] respectivamente. Otros detalles de interés relacionados con la figura 1, podrán discutirse oportunamente una vez establecidas las definiciones a utilizar respecto a los tipos de martensita obtenidos.

#### Martensita Inducida por Esfuerzos y por Deformación

Existe una cantidad considerable de denominaciones en relación a la caracterización de la martensita generada durante la deformación plástica. Por ejemplo, Bhandarkar *et al.* [10] y Fahr [23], utilizan los términos *"martensita inducida por esfuerzos"* asi como *"martensita inducida por deformación"*, para designar a la martensita que se forma antes o después del flujo plástico respectivamente. Por otra parte, Maki *et al.* [39] y Tamura [40], generalizan el término: *"martensita inducida por deformación"*, sin hacer referencia, en principio; al papel del esfuerzo en la generación de la fase martensítica. Luego de caracterizar el proceso como un fenómeno en el cual la martensita tiene su orígen debido a la deformación, Tamura [40], sugiere que: "La transformación martensítica inducida por deformación, solamente puede entenderse en términos

del esfuerzo aplicado, más que del efecto de la misma deformación". Esta afirmación lógicamente contribuye a oscurecer el tema. Incluso hoy en día, éste dilema parece subsistir, va que algunos investigadores denominan a la fase transformada en cuestión, "martensita inducida por esfuerzos", sin hacer ninguna referencia al papel de la deformación. Un ejemplo de ello es el reciente trabajo de Maletta et al. [41], en varias aleaciones NiTi (Nitinol) con memoria de forma. De la misma manera, términos como por ejemplo: "superelasticidad" (pseudo-elasticidad), el cual se define como la respuesta elástica (reversible) de un material a un esfuerzo aplicado, la cual se origina en la transformación de la austenita en martensita, ha sido asociado de una manera natural al término "martensita inducida por esfuerzos", en materiales con memoria de forma [42,43]. Esta asociación se basa en el hecho de que algunos autores, al comienzo del desarrollo de los aceros TRIP, como ya se mencionó, designaron a la martensita formada en el rango elástico "martensita inducida por esfuerzos", cuando en realidad éste tipo de martensita también puede formarse en todo el rango plástico, como veremos más adelante. El uso del término "martensita inducida por deformación" ha sido generalizado en la actualidad más que ningún otro [44-46], aunque no por ello es siempre aceptado. Otros términos que también se emplean con frecuencia son: "martensita inducida por plasticidad" [47], así como: "transformación martensítica mecánicamente inducida" [48]. Adicionalmente Maxwell et al. [49,50], mencionan el hecho de que el término "martensita inducida por deformación" debería ser usado para distinguir entre la martensita atérmica, cuya formación ocurre de manera espontánea por debajo de la temperatura Ms luego de un enfriamiento contínuo, y la martensita que se forma de manera concurrente con el proceso de deformación a una temperatura fija.

Recientemente Das *et al.* [51], han llamado la atención sobre el hecho de que en muchos estudios se ha podido monitorear la formación de la fase martensita durante la deformación por tensión de la austenita, determinándose

al analizar el reporte de los datos respectivos, que los mismos se encuentran en principio afectados, tanto por el esfuerzo que se aplica, como por la deformación plástica resultante. En éstas circunstancias no resulta claro si la transformación es inducida por esfuerzos (es decir, si el esfuerzo provee la fuerza motriz mecánica para la transformación), o si la generación de defectos durante la deformación, ayuda a nuclear la martensita (un escenario que sería descrito entonces como el de "transformación inducida por deformación"). Como es sabido, las teorías que tratan de explicar la "transformación inducida por deformación", están basadas en la relación que existe entre la densidad de defectos o lugares potenciales para la nucleación de la martensita, y la deformación plástica de la austenita [52]. Luego, el esfuerzo aplicado deberá ser lo suficientemente grande como para introducir defectos tales como dislocaciones, bandas de deslizamiento, etc. Usualmente en estas teorías, la fuerza motriz mecánica para la transformación no es tomada en cuenta. Sin embargo, Das et al. [51], demuestran que muchos datos publicados que relacionan la fracción de martensita generada con la deformación plástica, pueden de hecho explicarse únicamente en términos del esfuerzo aplicado.

No obstante lo importante de la conclusión anterior, debe tenerse en cuenta que la misma se alcanzó mediante el tratamiento de los datos experimentales, a través de un modelo de red neuronal. Este tipo de modelo se enfoca en qué podría ser más importante desde el punto de vista del procesamiento de la información, por lo que puede ser útil en problemas que impliquen estimaciones estadísticas y optimización [53], pero no necesariamente exactos al momento de establecer realmente los criterios necesarios para caracterizar un tipo determinado de martensita. Estos criterios deben tener en cuenta otros factores que ayuden más claramente a identificar, y por lo tanto, a dar nombre, a los diferentes tipos de martensita generados durante la deformación de la fase austenitica metaestable. Quizás la clasificación más exacta en cuanto a los parámetros a tener en cuenta para definir y dar nombre a la martensita que se obtiene por deformación isotérmica de la austenita, sea la dada por Maxwell et al. [49,50] y empleada por Snell et al. [54]. Estos autores han utilizado los términos: "martensita asistida por esfuerzos" y "martensita inducida por deformación" en un contexto bastante diferente: La "martensita asistida por esfuerzos", es aquélla que se nuclea en las mismas regiones donde se "dispara" la formación espontánea de la martensita atérmica (por enfriamiento) en aceros no deformados, pero ayudada por el efecto termodinámico del esfuerzo aplicado, es decir; el trabajo mecánico es ahora parte de la fuerza motriz para la transformación. Este tipo de martensita puede formarse a valores menores o mayores que Ms. En el segundo caso (T = Ms' > Ms, ver figura 1), puede verse que la fuerza motriz para que ocurra la transformación, está formada básicamente por 2 componentes: la diferencia de energía libre química:  $\Delta G' \gamma \rightarrow \alpha' < \Delta G \gamma \rightarrow \alpha' \gamma$  la diferencia de energía libre que se asocia al esfuerzo aplicado (efecto termodinámico del esfuerzo aplicado), por lo tanto, la fuerza motriz para la transformación será:

$$\Delta G \gamma \to \alpha \, `= \Delta G \, `\gamma \to \alpha \, `+ \Delta G^{\sigma} \tag{6}$$

donde  $\Delta G^{\sigma}$ , es este efecto termodinámico del esfuerzo aplicado (ver figura 1). Mientras mayor sea la temperatura de transformación, mayor será el aporte de  $\Delta G^{\sigma}$ a la fuerza motriz, sin embargo, la *"martensita asistida por esfuerzos"* sólo se formará hasta una cierta temperatura denominada  $M_d^{\sigma}$ , ya que  $\Delta G^{\sigma}$  no puede aumentar de manera indefinida. La formación de esta clase o tipo de martensita puede ocurrir tanto en el rango elástico como en el rango plástico, aún después de una considerable deformación. Finalmente, la morfología puede variar de manera apreciable, dependiendo de la temperatura de transfomación. Por otra parte, la *"martensita inducida por deformación"* es aquélla que se forma únicamente en el rango plástico, mediante mecanismos relacionados con el proceso de deformación en sí mismo. La deformación plástica crea nuevos núcleos, a partir de los cuales, y de

manera concurrente, se forma nueva martensita.



Fig. 2. (a) Relaciones cinéticas para la transformación martensítica isotérmica. (b) Relaciones cinéticas para la transformación martensítica isotérmica inducida por esfuerzos. (Adaptado Ref. [24]).

La "martensita inducida por deformación" se forma solamente por encima de la temperatura  $M_d^{\sigma}$ , y hasta un

valor igual a  $M_d^{\mathcal{E}}$ , siendo esta última igual a Md, es decir; la temperatura que se designa convencionalmente como aquélla por encima de la cual no se formará ningún tipo de martensita. La morfología de la "martensita inducida por deformación", no es dependiente de la temperatura de transformación, presentándose más o menos uniforme en el intervalo ya mencionado. En cuanto a la estructura cristalina de estos dos tipos de martensita descritos, la misma es igual en ambos casos, e igual a la que se observa en la martencita atérmica.

Antes de introducir los aspectos cinéticos a considerar en la presente investigación, relativos a la transformación martensítica isotérmica y en especial, al papel del esfuerzo (ver figura 2), se detallará de manera breve la naturaleza de la morfología que caracteriza a los dos tipos de martensita en cuestión.

En la figura 3 puede apreciarse la morfología general que se observa tanto en la *"martensita asistida por esfuerzos"* como en la martensita atérmica ordinaria [55]. Este tipo de martensita ha sido denominado "lenticular", "de placas" o "acicular" [56], en referencia a la misma morfología que

se muestra en la figura 3. Aunque existen otras clases de morfología para este tipo de martensita, sin embargo, la nombrada resulta a menudo predominante.



**Fig. 3.** Morfología típica de la "martensita inducida por esfuerzos" y de la martensita atérmica obtenida mediante enfriamiento a temperaturas menores a Ms. [55].

En el caso de la "martensita inducida por deformación", las morfologías respectivas se han llamado "de bandas" o "de paquetes" [57]. En función de establecer claramente los tipos de martensita en el presente trabajo, se adoptarán éstas definiciones, es decir; las dadas por Maxwell *et al.* [49,50] y utilizadas por Snell *et al.* [54]. Debe aclararse que no obstante lo anterior, se utilizará en adelante una nomenclatura simplificada a través del término "inducida" para describir los 2 tipos de martensita, en otras palabras: "martensita inducida por esfuerzos" (MES) y "martensita inducida por deformación" (MDE).

#### Cinética de la Nucleación Isotérmica de la Martensita

Debido al rapidísimo crecimiento de la martensita, la cinética de la transformación isotérmica en los aceros es controlada por la etapa de nucleación. La velocidad lineal de crecimiento, particularmente en las aleaciones Fe-Ni-C, ha sido determinada en 10<sup>5</sup> cm/seg ( $\approx \frac{1}{3}$  de la velocidad del sonido) [58]. Ciertos experimentos cinéticos [59-61] han demostrado que la energía de activación para la nucleación isotérmica de la martensita Q, se relaciona de manera lineal con el cambio de la energía libre para la nucleación por mol  $\Delta G_{\gamma \to \alpha'}^n$ , mediante:

$$Q = A + B \varDelta G^n \tag{7}$$

donde, tanto A como B son constantes, y el cambio de energía libre:  $\Delta G^n = \Delta G^n_{\gamma \to \alpha'}$ , será utilizado de ahora en adelante por simplificación. Cuando la energía de activación para la nucleación obedece a la ecuación (7), la tasa de transformación de la austenita en martensita  $\dot{f}$ , viene expresada a través de la ecuación:

$$\dot{f} = n_s V_i \, \nu \, e^{-\left(A + B\Delta G^n\right)/R T} \tag{8}$$

siendo  $n_s$  el número de núcleos por unidad de volumen,  $V_i$ el volumen instantáneo promedio de una placa o lente de martensita, v la frecuencia de nucleación, R la constante universal de los gases y T la temperatura absoluta. El valor crítico de  $\Delta G^n$  para alcanzar un valor fijo de  $\dot{f}$ puede escribirse por lo tanto como:

$$\Delta G_{crit}^{n}\left(\dot{f}\right) = -\frac{A}{B} - \frac{R}{B} Ln\left(\frac{\dot{f}}{n_{s}V_{i}v}\right)T$$
(9)

Esta ecuación muestra una dependencia de tipo lineal de  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f})$  con la temperatura. En la parte superior de la

figura 2-a [24], se observan una serie de líneas rectas; con un orígen común (T = 0), donde  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f}) = -A/B$ ; que representan dicha dependencia, para diferentes valores de f. Las pendientes respectivas vendrán determinadas por la expresión:  $(R/B)Ln(\dot{f}/n_sV_iv)$ , en la ecuación (9), de igual forma, para el correspondiente valor de f. También en la parte superior de la figura 2-a puede observarse la variación de la energía libre química por mol  $\Delta G\gamma \rightarrow \alpha$  ' (señalada ahora como *A*G por simplificación), con la temperatura. La tasa de transformación f a una cierta temperatura (as), puede ser determinada a partir de la intersección o corte de la recta  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f})$  vs T, con  $\Delta G$ vs T a la temperatura (as) en cuestión. Por ejemplo: para el valor de la tasa de transformación que corresponde a  $\dot{f}_1$ , el corte determina a las temperaturas T<sub>1</sub> y T<sub>1</sub>', lo cual se corresponde con éste valor de  $\dot{f}$  al hacer la extrapolación respectiva a la parte inferior de la figura 2-a, la cual muestra la variación de  $\dot{f}$  con la temperatura (ecuación 8). Por otra parte, la forma parabólica típica de este tipo de relación, indica que existe una temperatura característica  $T\alpha$ , a la cual la tasa de transformación es máxima  $(f_2)$ . A cada valor de  $\dot{f} \neq \dot{f}_2$  se asocian dos temperaturas. Puede verse que para  $\dot{f} = \dot{f}_I$  estas son:  $T_1$ ' >  $T\alpha$  y  $T_1 < T\alpha$ . En el caso de  $\dot{f} = \dot{f}_2$ , la recta  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f}_2)$  vs T resulta tangente, como puede verse en la figura 2-a, a la curva  $\Delta G$  vs T, por lo tanto, el valor de  $\dot{f}_2$  (tasa máxima de transformación), estará asociado naturalmente sólo a la temperatura característica T $\alpha$ .

En la figura 2-a podemos apreciar, que para T = 0, la pendiente de la función  $\Delta G$  vs T, es decir:  $(\partial \Delta G/\partial T)_P$  es también nula. Dado que  $(\partial \Delta G/\partial T)_P = -\Delta S$  [62], entonces, deberá cumplirse que:  $\Delta S = 0$  para T = 0, lo cual es un requerimiento de la tercera ley de la termodinámica. Ya

que la curva  $\Delta G$  vs T es cóncava hacia abajo, y su primera derivada comienza a incrementar su valor positivo a partir de T = 0, entonces, su segunda derivada (o curvatura), también será positiva en toda la curva. Como establecen Olson *et al.* [24], esta curvatura positiva está de acuerdo con el valor negativo de  $\Delta Cp$  [62], de la transformación martensítica, por lo que podemos escribir:

$$\frac{\partial}{\partial T} \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial T} \right)_{P} = \left( \frac{\partial^{2} \Delta G}{\partial T^{2}} \right)_{P} = -\left( \frac{\partial \Delta S}{\partial T} \right)_{P} = -\frac{\Delta C p}{T}$$
(10)

Dado que  $\Delta Cp$  es (-), entonces  $(\partial^2 \Delta G/\partial T^2)_p$  será (+). Una consecuencia de ésta curvatura, es que la formación de la martensita obedece a la ley cinética de la ecuación (8), tal como se demostró en la figura 2-a. Obviamente, ya que la recta  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f}_3)$  vs T no corta a la curva  $\Delta G$ vs T, la tasa de transformación  $\dot{f}_3$  no será posible de alcanzar (ver parte inferior de la figura 2-a).

En las cercanías de T $\alpha$  la curva  $\Delta G$  vs T se confunde con la recta  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f}_2)$  vs T, por lo que ambas resultan equivalentes. Luego, si  $\Delta G$  vs T se aproxima a una ley potencial del tipo:  $\Delta G = C_1 + C_2$  T <sup>w</sup>, donde C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub> y w son constantes, entonces, en la ecuación (8)  $\Delta G^n$  puede sustituirse por  $\Delta G$ , quedando entonces:

$$\dot{f} = n_s V_i v e^{-(A+B(C_1 + C_2 T^W))/RT}$$
 (11)

Esta ecuación puede igualmente expresarse en la forma:

$$\dot{f} = n_{s} V_{i} v e^{-\left(\frac{A}{R}T^{-l} + \frac{BC_{l}}{R}T^{-l} + \frac{BC_{2}}{R}T^{W-l}\right)}$$
(12)

A partir de esta última expresión ya es posible definir la temperatura característica T $\alpha$ , o temperatura a la cual la tasa de transformación es máxima. La primera derivada de  $\dot{f}$  respecto a T en la ecuación (11) es:

$$\frac{\partial \dot{f}}{\partial T} = n_s V_i v \left( \frac{A}{R T^2} + \frac{B C_I}{R T^2} - \frac{(W-I)BC_2}{R T^{W-2}} \right) \cdots$$

$$\cdots e^{-\left(\frac{A}{R} T^{-1} + \frac{B C_I}{R} T^{-1} + \frac{B C_2 T^{W-I}}{R}\right)}$$
(13)

Si hacemos  $(\partial \dot{f} / \partial T)_{T=T_{\alpha}} = 0$ , entonces tenemos:

$$\left(\frac{A}{RT_{\alpha}^{2}} + \frac{BC_{I}}{RT_{\alpha}^{2}} - \frac{(W-I)BC_{2}}{RT_{\alpha}^{W-2}}\right) = 0 \quad (14)$$

ya que ninguno de los términos:  $n_s$ ,  $V_i$  o v; puede ser cero [ $\dot{f}$  en la ecuación (11) siempre sería cero], como tampoco lo es el exponencial en la ecuación (13), para ningún valor total del exponente: positivo, negativo o cero. Luego, el máximo de la curva  $\dot{f}$  vs T (esquematizada en la parte inferior de la figura 2-a), corresponde a  $\dot{f} = \dot{f}_2$ , siendo la temperatura respectiva T $\alpha$ ; la cual quedaría expresada finalmente, partiendo de la ecuación (14), como:

$$T_{\alpha} = \left[\frac{A + BC_{l}}{(W - l)BC_{2}}\right]^{l/W}$$
(15)

#### Nucleación Isotérmica Inducida por Esfuerzos

La influencia del esfuerzo externo aplicado, en la tasa de transformación isotérmica de la austenita en martensita, fue demostrada hace mucho tiempo por Patel *et al.* [63]. Basándonos en la discusión anterior de la cinética de nucleación isotérmica de la martensita, puede analizarse la cinética respectiva para la nucleación isotérmica inducida por esfuerzos, en base a la figura 2-b [24].

En la parte superior de la figura en cuestión, la línea recta representa la variación de  $\Delta G_{crit}^n$  con la temperatura, para un valor específico de  $\dot{f}$ . Cuando la curva  $\Delta G$  vs T se encuentra por encima de esta recta, no se podrá alcanzar el mencionado valor de la tasa de transformación, como ya se explicó para el caso de  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f}_3)$  en la figura 2-a. No obstante esto, sin embargo, este valor de  $\dot{f}$  puede alcanzarse, superponiendo un incremento adicional  $\delta \Delta G$  a la fuerza motriz, el cual es igual a la separación vertical entre las dos curvas. El esfuerzo necesario para proveer esta fuerza motriz extra, es igual a  $\sigma_1$  a la temperatura en consideración T $\sigma_1$ , según puede observarse en la parte inferior de la figura 2-b. El tipo de curva aquí mostrado, para el comportamiento del esfuerzo como una función de la temperatura, ha sido verificado por Olson *et al.* [64] en un acero TRIP de alta resistencia.

El esfuerzo mínimo necesario para que la transformación proceda, ocurre a la temperatura  $T_{\beta}$ , condición en la cual la curva  $\Delta G$  vs T posee la misma pendiente que la recta  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f})$  vs T, como se señala mediante una línea discontínua tangente en el punto respectivo (ver la parte superior de la figura 2-b). Ahora bien, para determinar la temperatura  $T_{\beta}$  es necesario igualar estas dos pendientes. La pendiente que correspondería a  $\Delta G_{crit}^n(\dot{f})$  vs T, de acuerdo a la ecuación (9) es:

$$\frac{\partial}{\partial T} \left[ \Delta G_{crit}^{n} \left( \dot{f} \right) \right] = -\frac{R}{B} Ln \left( \frac{\dot{f}}{n_{s} V_{i} \nu} \right)$$
(16)

Por otra parte, la pendiente de  $\Delta G$  vs T, particularizada para T = T<sub> $\beta$ </sub>, es igual a:

$$\left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T}\right)_{T_{\beta}} = \left[\frac{\partial \left(C_{I} + C_{2}T^{W}\right)}{\partial T}\right]_{T_{\beta}} = WC_{2}T^{W-1}_{\beta} \quad (17)$$

Igualando las ecuaciones (16) y (17), tenemos:

$$-\frac{R}{B}Ln\left(\frac{\dot{f}}{n_s V_i \nu}\right) = WC_2 T_{\beta}^{W-l}$$
(18)

Por lo que finalmente, la temperatura  $T_{\beta}$  a la cual se necesita un mínimo de esfuerzo para mantener una tasa o velocidad de transformación  $\dot{f}$  dada, es:

$$T_{\beta} = \left[ -\frac{R}{BWC_2} Ln\left(\frac{\dot{f}}{n_s V_i v}\right) \right]^{1/(W-1)}$$
(19)

Las temperaturas  $T\alpha$  y  $T_{\beta}$  están relacionadas, ya que ambas tienen que ver con la curvatura de  $\Delta G$  vs T, sin embargo, son fundamentalmente diferentes:  $T\alpha$  es fija para una determinada aleación, mientras que  $T_{\beta}$  es una función de la velocidad de transformación.

En la presente investigación se plantea el objetivo general de caracterizar la transformación martensítica isotérmica inducida por esfuerzos y por deformación, en la aleación austenítica Fe-29%Ni-0,26%C; deformada por tensión en el rango de temperaturas comprendido entre -60 y 100°C. Se hará especial énfasis en el estudio y análisis del tipo de morfología martensítica que se obtenga, así como en la influencia de ésta en algunas propiedades mecánicas del material. De igual manera, se analizarán en forma breve los papeles específicos del esfuerzo y la deformación, en los mecanismos que explican la formación de los dos tipos de martensita objeto de estudio: la MES y la MDE.

Las ideas expuestas en esta introducción, ayudarán a la comprensión e interpretación de los factores que explican la naturaleza de la transformación martensítica isotérmica inducida por esfuerzos y deformación en la aleación bajo estudio, así como también a la formulación de relaciones útiles para ésta y otras aleaciones similares.

# MATERIALES Y MÉTODOS

## Material

La aleación utilizada fue recibida en forma de planchas de unos 14,5 mm de espesor, 20 cm de ancho y 1,45 m de largo. Este material fue originalmente fundido en un horno de inducción al vacío por la compañía U.S. Steel Corp., obteniéndose lingotes de 85 Kg, los cuales a su vez fueron

fundidos y vaciados, como lingotes de 42,5 Kg. Estos últimos fueron homogenizados a 1200 °C por 20 h y se laminaron en caliente para obtener finalmente las planchas respectivas. La composición química del acero estudiado (% en peso) corresponde a un 70,86Fe; 28,81Ni, y 0,26C como elementos mayoritarios y 0,040Mn; 0,022Si; 0,004S y 0,004P como elementos minoritarios. Esta composición simple, con la presencia del Ni y el C como elementos de aleación principales (substitucional e intersticial), implica que no se formarán otras fases adicionales a la austenita, que compliquen el análisis de los aspectos básicos de la transformación martensítica isotérmica.

#### Preparación de Muestras

Las muestras para los ensayos de tensión se obuvieron a partir de las planchas laminadas en caliente, las cuales fueron previamente austenizadas a 1200 °C por 2 h y templadas en agua. La temperatura Ms que corresponde a esta aleación es de –30 °C [65], mientras que el tamaño de grano promedio encontrado después de la austenización fue de 97  $\mu$ m ( $\approx$  ASTM N° 3,80).

Las probetas de tensión planas (figura 4), de 1,0 mm de espesor y de una longitud en la zona de ensayo de 30 mm, se maquinaron en forma tal que el eje axial de las mismas fuese paralelo a la dirección de laminación y coincidiera con la zona central de las planchas. El material a menos de 6 mm de la superficie de las planchas no fue utilizado, de manera que se dispuso de probetas de 2,5 mm de espesor, reducidas posteriormente a 1,0 mm. El diseño de éstas probetas se derivó del tipo utilizado por Fujiwara *et al.* [66]. Una vez maquinadas las probetas hasta sus medidas finales, se calentaron por 2 h a 400 °C con la finalidad de darles un grado suficiente de estabilidad térmica, y luego fueron finalmente templadas en agua.



Fig. 4. Probeta de tensión plana utilizada en los ensayos a diferentes temperaturas (las medidas están en mm).

El total de probetas maquinadas fue de 150, ya que la transformación martensítica se realizó a 10 temperaturas diferentes. El mínimo de probetas calculadas por cada temperatura fue de 10, de manera que la evolución de la transformación pudiera asegurarse. Por otra parte, de las restantes 50, 20 fueron necesarias para los ensayos por duplicado a cada temperatura sin detener la aplicación de la carga (hasta la fractura), y 30 que quedaron en reserva.

#### Ensayos Mecánicos de Tensión

Se utilizó un aparato de los llamados "de intercambio de calor" para los ensayos mecánicos de tensión. El aparato aparece ilustrado en la figura 5. Cada probeta es sometida a carga por medio de una barra o columna de tensión superior, conectada mediante una junta universal a la parte superior de la misma. La probeta se encuentra sujeta por su otro extremo a una barra de tensión inferior conectada a una base o soporte metálico. La carga ejercida hacia arriba (carga axial), por la columna de tensión superior, se aplica

también hacia abajo, mediante una barra o columna de compresión hueca y concéntrica a la barra de tensión superior, soldada al soporte o base metálica y sujeta por su parte superior al marco de la estructura de una máquina universal de ensayos mecánicos Instron® TTCL. En esta forma, la barra de tensión inferior puede aplicar una carga equivalente hacia abajo, manteniéndose el conjunto en una sola posición rígida. La columna de tensión superior, se adaptó al sistema de carga de la máquina.



Fig. 5. Esquema de la unidad adaptada a la máquina de ensayos Instron®: 1 y 2: entrada y salida de alcohol etílico; 3 y 4: entrada y salida de aceite de silicona; 5: cubierta de metal; 6: cámara Dewar interna; 7: barra de tensión superior; 8: barra de compresión; 9: juntas universales; 10: muestra; 11: termocupla; 12: barra de tensión inferior; 13: cámara Dewar externa; 14: anillo de teflón; 15: base-soporte; 16: soporte de poliestireno.

Las probetas a ensayar fueron sumergidas en un medio refrigerante apropiado, contenido en una cámara interna de vidrio "Dewar", la cual a su vez fue colocada en otra cámara "Dewar" externa metálica. Para los ensayos a baja temperatura, el medio refrigerante utilizado fue alcohol etílico y para los ensayos efectuados por encima de la temperatura ambiente, aceite de silicona, en ambos casos, contenidos en la cámara interna. En la cámara externa se mantuvo siempre aceite de silicona, utilizado por su bajo coeficiente de viscosidad, su estabilidad frente al calor y su inercia química frente a los metales. El alcohol etílico (etanol), solidifica a -114 °C y pasa a estado de vapor a 78 °C, lo que lo hace idóneo para los ensayos realizados a baja temperatura. El rango total de temperaturas para los ensayos, fue de 160 °C, siendo éstas: -60; -50; -40; -30; -10; 0; 20; 28; 85 y 100 °C. Algunos ensayos adicionales fueron realizados a 25 °C, además de ciertas pruebas de enfriamiento contínuo por debajo de Ms = -30 °C, con la finalidad de producir martensita atérmica y establecer las comparaciones necesarias en cuanto a la morfología.

Todos los ensayos fueron realizados a una velocidad del cabezal de 1,4 mm/min, controlándose la temperatura a través de un termopar cobre-constantán. Los datos de cada ensayo fueron obtenidos automáticamente en la forma de carga vs desplazamiento del cabezal, mientras que la deflección elástica del mismo se restó del desplazamiento total [56]. Las curvas para los datos finales de esfuerzo real  $\sigma$  vs deformación real  $\varepsilon$ , se construyeron a partir de los datos correspondientes de esfuerzo de ingeniería *S* y deformación de ingeniería *e* (para la zona comprendida entre el esfuerzo de fluencia y la carga máxima), usando las relaciones [67]:

$$\sigma = S\left(1 + e\right) \tag{20}$$

$$\varepsilon = \operatorname{Ln}\left(1 + e\right) \tag{21}$$

La parte final de cada curva se obtuvo mediante el uso de la extrapolación lineal  $\sigma$  vs  $\varepsilon$ , comprendida entre la carga máxima y la carga de fractura.

#### Preparación Metalográfica

y:

Concluídos los ensayos de tensión, se tomaron muestras metalográficas en zonas equidistantes, situadas alrededor de 5 mm de las superficies de fractura.

)

La preparación metalográfica inicial se realizó utilizando técnicas estándar. Luego de la aplicación de las mismas, las muestras fueron pulidas electrolíticamente, utilizando una solución formada por un 90% en volumen de ácido acético (CH<sub>3</sub>COOH) y 10% de ácido perclórico (HClO<sub>4</sub>), a una temperatura de 0 °C, con una diferencia de potencial de 25 V por 1 minuto. Por otra parte, la solución empleada para el ataque electrolítico estuvo compuesta por 100 ml de alcohol metílico (CH<sub>4</sub>O), y por 5 gr de cloruro cúprico (CuCl  $_2 \cdot 2H_2O$ ), disueltos en 100 ml de agua destilada.

#### Metalografía Cuantitativa

El análisis metalográfico cuantitativo se realizó utilizando técnicas estereográficas y de análisis de imágenes [68], mediante las cuales fue posible estudiar la evolución de la fracción volumétrica de martensita fa', obtenida a cada temperatura. Los principales instrumentos utilizados para ello fueron: un microscopio óptico Carl Zeiss® ICM 405, equipado con rejillas para análisis de microestructuras y cámara de 35 mm y un analizador automático de imágenes Buehler® Omnimet MHT Standard System. Las imágenes fotografiadas fueron procesadas a color posteriormente, mediante el editor Microsoft Word 2010®.

#### Microscopía Electrónica de Barrido

Cuando el estudio e interpretación de las microestructuras se hizo difícil, particularmente en algunas muestras con MDE, estas fueron preparadas una vez más para ser analizadas por microscopía electrónica de barrido (MEB). Las superficies estudiadas se atacaron con Nital al 4% en una primera etapa, y posteriormente se sometieron a un ataque iónico. Para las observaciones se utilizó un equipo Hitashi-Akashi® "Mini-SEM" MSM-2 a 20 Kv.

#### **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

#### Correlación General Esfuerzo-Deformación

Los datos finales  $\sigma$  vs  $\varepsilon$ , para el rango de temperaturas estudiado: -60 °C  $\leq$  T  $\leq$  100 °C, se muestran en la figura 6. De las diez condiciones experimentales analizadas, solo dos correspondieron a la presencia de MDE: 85 y 100 °C.



**Fig. 6.** Datos esfuerzo real vs deformación real para las 10 condiciones experimentales estudiadas. MES: formada entre –60 °C y 28 °C. MDE: formada a 85 y 100 °C.

La temperatura de 28 °C corresponde a la condición por encima de la cual ya no se forma MES. Esta temperatura es la que convencionalmente se designa como  $M_d^{\sigma}$ . Debe aclararse que las microestructuras analizadas en muestras ensayadas a T  $\leq$  Ms = -30 °C, estarán formadas por una mezcla de martensita atérmica, producto del enfriamiento inicial, y MES generada de forma concurrente durante el proceso de deformación.



**Fig. 7.** Fracción transformada como una función de la deformación real para las 10 condiciones experimentales estudiadas. MES: formada entre -60 °C y 28 °C. MDE: formada a 85 y 100 °C.

Los datos experimentales de la fracción transformada vs deformación real, para las 10 condiciones estudiadas, se muestran en la figura 7. La forma de las curvas en ésta figura es de naturaleza sigmoidal, tal como las obtenidas por Angel [26], para este tipo de transformación. La tasa de transformación d  $f\alpha'/d \varepsilon$  es 0 para  $\varepsilon = 0$ , alcanzando un máximo luego de cierta cantidad de deformación.

Generalmente los cambios observados en la deformación uniforme máxima  $\varepsilon_{U}$ , y en la tasa de endurecimiento por deformación  $d\sigma/d\varepsilon$ , constituyen dos de las características más importantes conocidas en los aceros TRIP y en todos aquéllos que sufren transformación martensítica inducida por plasticidad. En estos aceros se observa un aumento simultáneo de la resistencia,  $d\sigma/d\varepsilon$  y  $\varepsilon_{\nu}$ , es decir; se genera un retardo en el inicio de la inestabilidad plástica (cuello), por lo que la deformación total que puede aprovecharse en ciertos procesos de conformado, es mayor; todo ello sin sacrificar la resistencia [18,51,69,70]. Por otra parte, al aumentar la resistencia en las aleaciones ferrosas comunes,  $d\sigma/d\varepsilon$  no resulta suficiente como para postergar el inicio de la inestabilidad plástica, por lo que generalmente el valor de  $\varepsilon_{U}$  es bajo. Los aumentos que se observan tanto en la resistencia general, como en  $d\sigma/d\varepsilon$  y  $\varepsilon_{\cup}$ , en los aceros TRIP; tienen su origen en la introducción de barreras para el movimiento de las dislocaciones, que son adicionales a las ya existentes. Esta introducción de nuevas barreras debe hacerse durante el proceso de deformación, no antes, para que pueda manifestarse el aumento de  $d\sigma/d\varepsilon$  y no se produzca un aumento simple de la resistencia. Ahora bien. las nuevas barreras para el movimeiento de dislocaciones, están constituidas por la martensita generada durante el proceso de deformación de la austenita (MES y MDE).

Para la mayoría de las aleaciones ferrosas en el rango de deformación plástica uniforme, se cumple la relación de Hollomon-Ludwick [71]:  $\sigma = K \varepsilon^n$ , donde *K* es el factor o coeficiente de resistencia y *n* el índice de endurecimiento por deformación. Mediante la aplicación del criterio de Considère [72] puede demostrarse que cuando la pendiente de la curva  $\sigma$  vs  $\varepsilon$  es numéricamente igual al esfuerzo, se alcanza la deformación uniforme máxima, la cual a su vez es igual al índice de endurecimiento por deformación *n*. Luego, el esfuerzo en cuestión será el correspondiente a la carga máxima:  $\sigma_u$ . Estas condiciones, que constituyen un resumen del criterio de Considère, generalmente pueden ser expresadas a través de la ecuación siguiente:

$$\left(\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}\varepsilon}\right)_{\varepsilon_{\mathrm{u}}=\mathrm{n}} = \sigma_{\mathrm{u}} \tag{22}$$

Resulta importante resaltar la diferencia que existe entre la tasa de endurecimiento por deformación  $d\sigma/d\varepsilon$ , y el índice de endurecimiento por deformación *n*. Puede demostrarse que ambos se relacionan mediante [71]:

$$\left(\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}\varepsilon}\right) = n \frac{\sigma}{\varepsilon} = \varepsilon_{\mathrm{u}} \frac{\sigma}{\varepsilon} \tag{23}$$

Mientras *n* es un valor constante, el valor de la pendiente  $d\sigma/d\varepsilon$  es una función de los valores particulares de  $\sigma$  y  $\varepsilon$ , luego de alcanzada una cierta deformación. Dado que se debe cumplir:  $\varepsilon_u > \varepsilon$  en el rango de deformación plástica uniforme,  $d\sigma/d\varepsilon$  será mayor al inicio de la deformación plástica uniforme, e irá descendiendo hasta el valor para el cual la deformación iguala al valor de  $\varepsilon_u$  (cuello). Para esa condición, las ecuaciones (22) y (23) serán iguales.

En la Tabla 1 se resumen los resultados obtenidos para el esfuerzo de fluencia  $\sigma_{ys}$  (0,2%);  $\sigma_u$ ; el esfuerzo de fractura  $\sigma_f$ ; *K*;  $\varepsilon_u = n$  y la deformación de fractura  $\varepsilon_f$ .

 
 Tabla 1. Propiedades mecánicas del acero estudiado para las diferentes condiciones experimentales

Т	σys	σu	$\sigma_{f}$	K	$\varepsilon u = n$	$\mathcal{E}_{f}$
°C	MP	MPa	MPa	MPa		5
	а					
-60	834	1058	1031	1366	0,12	0,12
-50	772	1072	1040	1434	0,16	0,16
-40	670	923	896	1235	0,16	0,16
-30	487	972	961	1385	0,27	0,31
-10	342	749	738	1068	0,27	0,33
0	209	975	994	1390	0,47	0,54
20	215	467	520	669	0,29	0,35
28	212	460	512	659	0,29	0,35
85	210	477	545	684	0,30	0,41
100	193	440	477	631	0,30	0,38

Como puede verse, existe un descenso monótono en la resistencia en general, al incrementarse la temperatura en el rango que ha sido analizado; salvo para la condición que corresponde a 0 °C, donde la deformación plástica,

pese a iniciarse a un bajo valor de esfuerzo de fluencia, sin embargo, se asocia a altos valores de  $\sigma_u$  y  $\sigma_f$ , es decir; a niveles similares a los asociados a las temperaturas más bajas. En otras palabras, a 0 °C el material muestra una alta tasa de endurecimiento por deformación, ya que pasa de 209 MPa ( $\sigma_{ys}$ ), a 975 MPa ( $\sigma_u$ ) registrando la mayor deformación plástica uniforme de  $\varepsilon_u = n = 0,47$ . En la figura 6 es posible constatar este comportamiento para la condición en cuestión. De igual manera, a 0 °C también se obtuvo un alto coeficiente de resistencia *K* (valor que se obtiene para  $\sigma$  cuando  $\varepsilon = 1$ ), así como el mayor valor de la deformación de fractura ( $\varepsilon_f = 0,54$ ).

También es posible observar en la Tabla 1, que los valores de la ductilidad, medidos a través de  $\varepsilon_u$  y  $\varepsilon_f$ , aumentan de manera progresiva y en forma modesta con el aumento de la temperatura, siendo igualmente la condición a 0 °C, la que interrumpe este aumento moderado, mostrando, como ya se mencionó, los mayores valores de  $\varepsilon_u$  y de  $\varepsilon_f$ .

#### Análisis Específico de Algunas Propiedades Mecánicas

En la figura 8 se muestran cuatro de las propiedades que se han analizado como una función de la temperatura de transformación isotérmica. Cada una de estas propiedades caracteriza un tipo de variación específica de importancia para la aleación bajo estudio. En la figura 8-a se observa la variación monotónica sin interrupciones de  $\sigma_{ys}$ : El inicio de la fluencia plástica se manifiesta a esfuerzos menores en la medida en que la temperatura aumenta. Este tipo de comportamiento ha sido explicado en base a las fuerzas de Peierls-Nabarro, o fuerzas interatómicas que controlan las propiedades básicas de las dislocaciones. Estas fuerzas controlan la altura de la barrera de energía potencial que las dislocaciones deberán superar para que se produzca la fluencia. Esta última se verá favorecida, es decir; ocurrirá a un esfuerzo menor, con el incremento de la temperatura, ya que de ésa forma más energá estará disponible para que las dislocaciones superen la barrera en cuestión [73,74]. Por el contrario, a temperaturas menores no se dispone de



**Fig. 8.** Esfuerzo de fluencia, % de elongación, ductilidad remanente y esfuerzo inicial para la formación de MES, como funciones de la temperatura de transformación isotérmica [(a), (b), (c) y (d) respectivamente]. Se indican las temperaturas Ms y  $M_d^{\sigma}$  en todos los casos.

energía suficiente como para que la barrera energética sea superada fácilmente por las dislocaciones, lo que implica un aumento del esfuerzo para que se produzca la fluencia.

El incremento del % de elongación  $\delta$ , con el aumento de la temperatura, es de tipo monótono (figura8-b) interrumpido por el brusco aumento mostrado por la aleación ensayada a 0 °C. Como ha sido explicado, este aumento tiene que ver no solamente con una mayor facilidad de fluencia experimentada a mayor temperatura, sino también con la martensita formada concurrentemente al deformar. Como puede observarse, la MES se ha formado entre -60 y 28 °C, mientras que la MDE lo ha hecho únicamente a 85 y 100 °C. En la figura 8, la presencia de MES se señala mediante: •  $\sigma$ , y la de MDE como: •  $\varepsilon$ .

En la presente investigación (figura 8-c), hemos definido el parámetro "Indice de ductilidad remanente" mediante:

$$\lambda = \Delta \mathcal{E}_{f,u} / \mathcal{E}_f = (\mathcal{E}_f - \mathcal{E}_u) / \mathcal{E}_f$$
(24)

donde:  $\Delta \varepsilon_{f,u} = \varepsilon_f - \varepsilon_u$ , indica la cantidad disponible de deformación después del inicio de la inestabilidad plástica y hasta la fractura. Luego,  $\lambda$  mide esta misma cantidad, pero como una fracción relativa de  $\varepsilon_f$ , por lo que tenderá a 0 cuando ocurra la fractura sin que previamente se haya manifestado la formación de un cuello ( $\varepsilon_u = \varepsilon_f$ ); y tendrá un valor aproximado a 1, cuando la deformación total, o de fractura, resulte muy grande comparada con  $\varepsilon_u$ . En el presente caso, a las temperaturas de -60, -50 y -40 °C, se obtuvo un valor de  $\lambda$  igual a cero; entre -30 y 28 °C se alcanzó un valor máximo cercano al 20% ( $\lambda = 0,18$ ; para el ensavo a -10 °C) y los mayores valores se alcanzaron para las condiciones de 85 y 100 °C ( $\lambda = 0,27$ ; para el ensayo a 85 °C). En general, se prefiere un valor de  $\lambda$  lo más bajo posible, ya que en los procesos de conformado la deformación posterior al inicio de la inestabilidad plástica  $(\varepsilon_f - \varepsilon_u)$ , no es aprovechable [75]. No obstante esto, sin embargo,  $\lambda = 0$  (-60, -50 y -40 °C), en el presente caso se

encuentra asociado a valores bajos de  $\varepsilon_u$ , es decir; a una condición en la que la deformación útil es pobre (ver Tabla 1). Por otra parte, las condiciones de 85 y 100 °C, pese a estar asociadas a valores relativamente altos de  $\varepsilon_u$ , también poseen un rango de deformación plástica  $\varepsilon_f - \varepsilon_u$ apreciable, por lo que sus valores de  $\lambda$  son los más altos. Es evidente que las condiciones intermedias resultan las más útiles (-30, -10, 0, 20 y 28 °C), dado que poseen los mayores valores de  $\varepsilon_u$ , combinados con valores medios de  $\lambda$ . En particular, la condición para 0 °C se considera la mejor, debido a que el respectivo valor de  $\lambda$  (0,13) resultó el menor del grupo, así como al hecho ya mencionado de que se asocia al mayor valor de  $\varepsilon_u = n$  (0,47).

Como se observa en la figura 1, la MDE se forma entre las temperaturas ya definidas,  $M_d^{\sigma} y M_d^{\varepsilon}$ . Puede verse que para temperaturas cada vez más cercanas a  $M_d^{\mathcal{E}}$ , existe una diferencia de energía libre química entre las curvas de la austenita (G $\gamma$ ) y de la martensita (G $\alpha$ '), cada vez más pequeña. Por ésta razón la componente termodinámica del esfuerzo aplicado  $\Delta G^{\sigma}$ será también cada vez mayor, de manera tal que se complete el requerimiento de la fuerza motriz total necesaria para la formación de la MDE. Puede entonces entenderse, por qué mientras más alta sea la temperatura, también lo será el grado de deformación que se requiere (dado que el esfuerzo que se aplica también es mayor), para que se dé inicio a la formación de la MDE a partir de la austenita. Esto también sucede en el caso de la MES, con la diferencia de que su formación se inicia en el rango elástico. En la figura 8-d se muestra el esfuerzo que se requiere para ello. Resulta evidente que estos datos solo pueden estar referidos a temperaturas tales que se cumpla:  $-30 \text{ °C} = \text{Ms} < \text{T} < \text{M}_{d}^{\sigma} = 28 \text{ °C}$ , ya que para la condición: T  $\leq$  Ms = -30 °C, como ya se mencionó, la microestructura estaría formada por una mezcla de dos tipos de martensita: atérmica y MES, por lo que resultaría

difícil establecer el esfuerzo ( $\sigma$  i) al cual se daría inicio a la formación de esta última.

Las temperaturas reportadas a las cuales se determinó de forma aproximada el esfuerzo al cual se inicia el proceso de formación de la MES (rango elástico) son: -30, -10, 0, 10, 20 y 25 °C. La temperatura de -30 °C reportada en la figura 8-d, representa en realidad una temperatura cercana a este valor, pero por encima de Ms ( $\approx -27$  °C). Esta temperatura fue incluida con la finalidad de tener un punto de referencia práctico, aunque sabemos que representa el valor de la temperatura a la cual dá inicio la formación de martensita atérmica. Por otra parte, 25 °C < 28 °C fue la temperatura superior seleccionada a la que se forma MES, sin el riesgo de generar grandes porcentajes de MDE.

La detección metalográfica del inicio de la transformación resultó difícil, por lo que hubo necesidad de tomar varias muestras deformadas en el rango elástico para cada una de las condiciones. Los porcentajes iniciales de MES que corresponden a las temperaturas de -30, -10, 0, 10, 20 y 25 °C, fueron respectivamente: 2,0%; 2,0%; 1,5%; 2,5%; 2,5% y 3,0%. Los datos de la figura 8-d, demuestran que el esfuerzo  $\sigma$  i es una función creciente de la temperatura: mientras mayor sea ésta, mayor será la energía mecánica que se requiere para dar inicio al proceso de formación de la MES, y por lo tanto, mayor será el esfuerzo necesario para ello (ver figura 1).

#### Análisis de los Tipos de Martensita Formados

En este aparte se detallan los dos tipos de morfología de la martensita ya nombrados: la MES y la MDE, además de otros 2 sub-tipos de la MES (morfologías de transición): la "martensita butterfly" (MBT) y la de "bastón" (MBA). La MDE es descrita a través de sus morfologías posibles: la "martensita de paquete" MPQ, y la de "bandas" MBD.

#### MES a Temperaturas Inferiores a Ms

Este tipo de martensita, en algunos casos, se encuentra asociada a la martensita atérmica. En la figura 9 puede observarse esta clase de microestructura en una muestra fracturada a -60 °C. Ahora bien, de acuerdo a la figura 1, a temperaturas inferiores a Ms, la diferencia de energía libre entre las fases  $\gamma$  y  $\alpha$ 'es mayor que la correspondiente



**Fig. 9.** Mezcla de martensita atérmica y MES en una muestra fracturada a -60 °C ( $\varepsilon_f = 0.12$ ;  $f\alpha' \approx 93\%$ ).

a dicha temperatura, es decir; mayor a la mínima necesaria  $(\Delta G\gamma \rightarrow \alpha')$ , para iniciar la formación de la martensita atérmica. Entonces, la energía libre "extra", adicional a la mínima necesaria, podrá emplearse en la generación de más martensita. Mientras menor sea la temperatura por debajo de Ms, mayor será la cantidad de martensita atérmica producida, ya que se dispondrá de una fuerza motriz cada vez mayor. Si luego del enfriamiento a una temperatura T < Ms, una muestra es deformada a la misma temperatura, se producirá MES en la austenita que ha quedado sin transformar, obteniéndose finalmente una microestructura con 2 tipos de martensita. Si la extensión del proceso de deformación es suficiente, la fracción total de martensita transformada será alta, y por lo tanto, difícil de analizar, como en el caso de la figura 9. A temperaturas superiores a -60 °C, y a deformaciones moderadas, puede obtenerse una morfología lenticular para esta mezcla de martensita atérmica + MES, bastante más clara y definida, debido al mayor volumen de la microestructura que se encuentra ocupado por la fase austenítica.



**Fig. 10.** Mezcla de martensita atérmica y MES en una muestra fracturada a -40 °C ( $\varepsilon = 0,09$ ;  $f\alpha' \approx 48\%$ ).

Lo anterior puede ser visualizado muy bien en la figura 10. En este caso particular podría suponerse que las lentes de martensita atérmica se formaron primero alcanzando un mayor tamaño, mientras que en la austenita remanente se formó la respectiva MES, al deformar posteriormente. Aunque resulta difícil establecer alguna diferencia entre los dos tipos de martensita presentes en la figura 9, no obstante, en la parte superior izquierda pueden notarse varias lentes que presentan una sub-estructura ausente en todas las demás: la llamada "vena central" (o como es conocida por su nombre en inglés: "midrib" [39]). En el caso de la figura 10, puede verse que esta sub-estructura

#### MES a Temperaturas Superiores a Ms

La temperatura referencial por encima de la cual ya no se formará martensita atérmica, es Ms = -30 °C, por lo que la deformación a  $\approx -27$  °C asegura, en principio, que solo la MES estará presente en la microestructura. La figura 11 muestra esta condición en particular, para una fracción transformada de  $\approx 25\%$ , luego de deformar hasta un valor de  $\varepsilon = 0,16$ . Esta figura demuestra que las lentes de MES son más pequeñas que las de martensita atérmica, como se sugirió para la mezcla de estas en la figura 10. Un análisis más detallado de este tipo de martensita, puede hacerse a



**Fig. 11.** MES obtenida a  $-30 \,^{\circ}\text{C} (\approx -27 \,^{\circ}\text{C})$ . Muestra deformada hasta  $\varepsilon = 0,16$  ( $f\alpha' \approx 25\%$ ).

partir de la figura 12, donde se observan lentes primarios, secundarios y terciarios en una microestructura deformada a –10 °C hasta un valor de  $\varepsilon = 0,14$ . Como será analizado posteriormente, los mecanismos de transformación, los cuales dependen de la temperatura y las diferencias de energía libre, determinan que aunque las deformaciones reportadas en las figuras 9 y 12 sean muy similares, sin embargo, el valor de *f* $\alpha$ ' para la MES formada a –10 °C, sea de 25%, mientras que para –60 °C, *f* $\alpha$ '  $\approx$  93%.



**Fig. 12.** Martensita lenticular en una muestra ensayada a -10 °C ( $\varepsilon = 0,14 < \varepsilon_f = 0,33$ ;  $f\alpha' \approx 25\%$ ). Se señala una lente de MES y el fondo oscuro de  $\gamma$  retenida.



**Fig. 13.** Microestructura lenticular (MES) obtenida a 0 °C, a un valor de deformación igual a  $\varepsilon = 0.18 < \varepsilon_f = 0.54$ . La fracción transformada respectiva es de:  $f\alpha' \approx 23\%$ .

La microestructura de la MES correspondiente al material ensayado a 0 °C, se muestra en la figura 13. Las lentes de martensita están fuertemente orientadas, lo cual, junto al considerable tamaño de las mismas, es un posible factor de importancia en relación a la gran ductilidad y tasa de endurecimiento por deformación, así como al valor de la deformación uniforme máxima exhibidas por la aleación ensayada en esta condición. La formación de las placas lenticulares de MES en ésta y las demás condiciones, será explicada posteriormente de manera breve, en base a la termodinámica de equilibrio, y utilizando el criterio de energía mecánica [76]. Estas placas lenticulares de MES comienzan a perder su identidad a los 20 °C, apareciendo junto a otras estructuras de menor tamaño, las cuales han sido identificadas como "martensita butterfly" (MBT).

La forma común de las lentes de MES en la figura 14-a [77], ha sido sustituida por una donde los bordes se confunden con la MBT; incluso, aparecen zonas donde ésta última es la microestructura dominante. La muestra de esta figura fue ensayada a 20 °C hasta la fractura, y en la misma se puede observar el carácter autocatalítico de la formación de la MES, a través del obvio patrón de zig-zag típico en éste tipo de transformación [78]. De acuerdo a



**Fig. 14.** Microestructuras de martensita lenticular (MES) obtenidas en tres condiciones experimentales diferentes: (a) Muestra ensayada a 20 °C y deformada hasta  $\varepsilon_f = 0,35$  ( $f\alpha' \approx 67\%$ ). (b) Muestra ensayada a 20 °C y deformada hasta  $\varepsilon = 0,23 < \varepsilon_f = 0,35$  ( $f\alpha' \approx 38\%$ ). (c) Muestra ensayada a -10 °C y deformada hasta  $\varepsilon = 0,22 < \varepsilon_f = 0,33$  ( $f\alpha' \approx 45\%$ ).

los resultados que se han obtenido, es posible que la MBT se produzca de manera masiva en las etapas finales de la deformación isotérmica. En la figura 14-b no es evidente la presencia de MBT, aún cuando la muestra respectiva

fue ensayada a 20 °C. Este efecto tiene relación con el hecho de que la deformación respectiva fue tan solo de  $\varepsilon$  = 0.23; por lo que la fracción transformada correspondiente alcanzó apenas el 38%. La indefinición de las lentes de MES en éste último caso, es evidente, aunque se observa la presencia del patrón de zig-zag ya mencionado. Una comparación con la microestructura de la figura 14-c, revela que las lentes de la MES en esta última (muestra ensayada a -10 °C), se encuentran bien definidas, aún cuando ambas: la deformación y la fracción transformada correspondientes, son similares a las presentadas en la figura 14-b. Por todo lo anterior, puede decirse que ya en las cercanías de la temperatura ambiente comienza a manifestarse una transición morfológica de la clase de martensita predominante a baja tempereatura (MES), a otra predominante a temperaturas moderadas. Aunque la MBT es considerada como un sub-tipo de la MES, puede ser objeto de un análisis individual, ya que posee ciertas características propias de interés.

#### Morfologías de Transición: MBT y MBA

La MBT se presentó en cantidades apreciables a 28 °C, siendo esta última, la temperatura más alta a la cual pudo observarse MES. La MBT fue denominada inicialmente de "perfil en ángulo", por Klostermann *et al.* [79], "pares en ángulo obtuso", "chevron" [80,81] etc. Varios autores han analizado este tipo de martensita: su mecanismo de formación [82,83], sus características geométricas [84], su relación con la temperatura de transformación [39], etc.

Recientemente Jafarian *et al.* [85], han determinado las relaciones de orientación que posee la MBT con la fase  $\gamma$  a través de las superficies interna y externa. La definición de éstas superficies se hará posteriormente, al establecer la geometría de este tipo de martensita. En la figura 15, las microestructuras mostradas se obtuvieron a 28 °C, luego de deformar hasta valores de  $\varepsilon = 0,23$  (figura 15-a), y de  $\varepsilon = 0,28$  (figura 15-b), siendo las respectivas fracciones transformadas: 31 y 42%. Como es posible observar, las





**Fig. 15.** Microestructuras obtenidas por deformación a 28 °C. (a) MES (lenticular + MBT). (b) MBT.

deformaciones mayores están asociadas al predominio de la MBT, al igual que en el caso de la figura 14. Antes de mencionar otros aspectos de la MBT, deben establecerse algunas características importantes de la morfología más frecuente, y que ha sido más detalladamente estudiada entre las encontradas en la MES: la lenticular.

Hasta ahora no hemos hecho distinción alguna entre la morfología lenticular común (o de placa) y la llamada de "placa delgada" (ambas dentro de la definición que se ha dado de MES). Esto obedece a que la última de ellas no aparece en ninguna de las condiciones analizadas, aunque podría ser confundida con las placas de poco espesor que se observan en la figura 15-a, o también en la figura 11, por ejemplo. Una clara distinción entre estas morfologías ha sido establecida por Shibata et al. [78]. Primeramente, ya que la interfase  $\gamma / \alpha$ ' de la martensita lenticular (ML), es ligeramente curva y no tiene un plano habitual definido, el plano de la vena central o "midrib" es tomado como tal reportándose [86,87], que el mismo es cercano a {259}, o  $\{3 \ 10 \ 15\}_{\gamma}$ , lo cual concuerda con el plano invariante que se encuentra a partir de las teorías fenomenológicas de la cristalografía de la martensita [88-90]. La transformación de la ML ocurre a partir de la vena central, región formada por una alta densidad de maclas. Por otra parte, en el caso de la martensita de placa delgada (MPD), la interfase  $\gamma / \alpha$ ' es planar, presentándose igualmente una serie de maclas regularmente espaciadas, pero que se extienden desde una

Acta Microscopica Vol. 22, No. 4, 2013, pp. 328 - 365

interfase a la otra. En éste caso se ha reportado [91,92], que el plano habitual es cercano al  $\{3\ 10\ 15\}_{\gamma}$ . En la figura 16 se muestran estas características de la ML y la MPD.

Otra característica de importancia en relación a la ML y la MPD, es que la temperatura de formación de la segunda es generalmente bastante baja, manteniendo su morfología al crecer, mientras que para temperaturas relativamente altas se produce un cambio en el modo de deformación, de maclaje a deslizamiento, por lo que la martensita crecerá adoptando una forma lenticular con una alta densidad de dislocaciones. Shibata *et al.* [78], en su análisis de la ML y la MPD en las aleaciones Fe-33Ni y Fe-31Ni-10Co-3Ti, han encontrado que no existe diferencia entre el midrib de la martensita lenticular y la MPD en sus primeras etapas de formación. Por otra parte, se determinó que entre la MPD (midrib de la ML) y la austenita, existe una relación de orientación cercana a la de Greninger-Troiano (figura 15-a). Esta relación se describe mediante:

$$(111)_{\gamma} 1^{\circ} de (011)_{\alpha'}; [\overline{1}01]_{\gamma} 2,5^{\circ} de [\overline{1} \overline{1}1]_{\alpha'}$$
 (25)



Fig. 16. (a) Formación de la martensita lenticular (ML) a temperaturas relativamente altas. Se indica la orientación del midrib respecto a la austenita y la relación de plano invariante de la ML con la austenita. (b) Formación de la martensita de placa delgada (MPD) a bajas temperaturas. (Para detalles ver texto).

donde  $\alpha$ ' es en éste caso, la martensita de placa delgada MPD o midrib de la ML.

En cuanto a la morfología de la MBT, la misma se puede describir como la de una entidad tridimensional que posee dos prolongaciones mayores y dos menores. Las mayores son llamadas "alas" y las menores "colas". En general, se observan tres tipos: la MBT con doble cola, la MBT con una sola cola y la MBT sin colas [82,84]. El ángulo entre las alas de la MBT, el cual debe medirse a partir de los respectivos midribs, está comprendido entre 41 y 139 °. Las superficies internas quedan definidas por éste ángulo, y las externas por el ángulo que completa los 360 °. En la figura 17-b se muestra un esquema 3-D de la MBT [84], donde pueden observarse las alas, las colas, el midrib de cada una de las alas y la variación angular mencionada. Para tener una idea de la diferencia entre la morfología de la MBT y la más frecuente: la de la ML; en la figura 17-a se presenta un esquema 3-D de ésta última [93].



Fig. 17. (a) Esquema 3-D de la ML [93]. (b) Esquema 3-D de la MBT [84]. Las figuras solamente muestran las morfologías respectivas, no el tamaño relativo, ya que no están a la misma escala.

Debe resaltarse que la descripción geométrica 3-D de la ML es poco frecuente, por lo que se asume generalmente una morfología de aguja, lo cual es incorrecto. La forma real de una lente de martensita en 3-D, tal como la que se

## Acta Microscopica Vol. 22, No. 4, 2013, pp. 328 - 365

muestra en la figura 17-a (similar a un molusco bivalvo), determina una alta probabilidad de que cualquier sección plana genere la forma clásica 2-D del esquema de la figura 16-a. Un corte cercano al plano ecuatorial, producirá una forma 2-D redondeada muy poco probable. Una de las raras fotografía de este último tipo, puede verse en [94].

Las morfologías de transición: MBT y MBA, se detallan en las figuras 18-a y 18-b respectivamente. Al formarse en uno de los lados de una macla de recocido, la MBT induce la formación de más MBT en el lado opuesto, por lo que la macla actúa como un elemento de simetría tipo espejo. Un arreglo de esta naturaleza se puede observar en la parte inferior central de la figura 18-a, la cual es un detalle de la microestructura ya analizada de la figura 15-b. También se identifican en la misma figura las morfologías típicas con y sin colas de este tipo de martensita. Umemoto *et al.* [95], han analizado el rango de temperaturas de formación de la MBT y la ML, al estudiar una serie de 14 aleaciones



**Fig. 18.** (a) Detalle de la MBT en la muestra deformada a 28 °C de la figura 15-b. (b) Martensita de bastón (MBA) en una muestra ensayada a 20 °C y deformada hasta  $\varepsilon = 0,30 < \varepsilon_f = 0,35$  ( $f\alpha \approx 55\%$ ).

de Fe-Ni; Fe-Ni-C y de Fe-Ni-Cr-C; enfriando las mismas apenas por debajo de Ms, o deformándolas por encima de Ms. Estos autores encontraron que uno de los procesos de formación de la mezcla de MBT y ML, implica que la ML se forma primero y la MBT después, tal como sugieren los resultados del presente trabajo. Sin embargo, el rango que se reporta para la mezcla de MBT y ML está comprendido entre –63 y –3 °C y para la MBT entre –3 y 25 °C, lo que difiere de nuestros resultados, ya que solamente entre 20 y 28 °C fue posible observar MBT en cantidades regulares. Además, en el caso presente, la ML también se encontró por encima de –3 y hasta los 28 °C.

La MBA por otra parte, es una estructura más difícil de encontrar, siendo identificada de forma específica en el presente trabajo. Su morfología se puede asociar también a la de "espigas de trigo" colocadas al azar (figura 18-b). Esta microestructura se encontró a la temperatura de 20 °C únicamente. Una microestructura de carácter complejo, por otra parte, es la mostrada en la figura 19-a, donde se aprecia una estructura mixta, formada por una mezcla de bandas alargadas (posiblemente MDE), las cuales están alternadas con entidades irregulares formadas por grupos individuales (en apariencia MBT). Una entidad tal de esta naturaleza, es visible en el centro de la figura 19-a, donde se aprecia la forma típica de la MBT. No hay duda de que va a esta temperatura (28 °C), las características de la ML han dasaparecido, quedando únicamente como testigos de la presencia de MES, las estructuras de la MBT. Este tipo de estructuras (MBT), han sido también estudiadas desde el punto de vista de su nucleación, crecimiento, campos de esfuerzos generados, descripción matemática de aspectos típicos de la morfología, etc. etc. [96,97]. Ya que se puede observar la presencia simultánea de MDE y MES a 28 °C, esta temperatura también podría definirse como aquélla a la cual se inicia la formación de MDE.

En la figura 19-b se muestra una de las morfologías que se asocian a la MDE (la denominada "de paquete"), con la finalidad de establecer una base de comparación con las estructuras precedentes de transición. La otra morfología asociada a la MDE, es similar a la que ya se presentara en la figura 19-a (martensita "de bandas"). La nomenclatura respectiva utilizada para cada caso será: MPQ y MBD.



**Fig. 19** (a) Muestra ensayada a 28 °C y deformada hasta un valor de  $\varepsilon = 0.32 < \varepsilon_f = 0.35$  ( $f\alpha' \approx 53\%$ ). (b) MDE obtenida a 85 °C, luego de deformar hasta  $\varepsilon = 0.34 < \varepsilon_f =$ 0.41 ( $f\alpha' \approx 27\%$ ). *MDE Transformada a 85 y 100 °C*.

Como sabemos, en la formación de la MDE se encuentran involucrados mecanismos de deslizamiento, es decir; de deformación plástica de la matriz austenítica. Este tipo de martensita se forma preferencialmente sobre las bandas de deslizamiento del tipo {111} $\gamma$  de la austenita que ha sido deformada. La relación de orientación de la MDE con la austenita en aleaciones Fe-Ni-C, es cercana a la de K-S (Kurdjumov-Sachs) de acuerdo a Maxwell *et al.* [49]. En una estructura cristalina FCC, las dislocaciones parciales de Shockley, al disociarse, generan fallas de apilamiento, las cuales corresponden a una estructura BCC. Se habla entonces, de una transformación  $\gamma_{FCC} \rightarrow \alpha'_{BCC}$ , inducida por deformación plástica.



**Fig. 20.** Morfología de la MDE (MPQ), obtenida a 85 °C. (a) Muestra deformada hasta la fractura:  $\varepsilon_f = 0,41$  ( $f\alpha' \approx 39\%$ ). (b)  $\varepsilon = 0,38 < \varepsilon_f = 0,41$  ( $f\alpha' \approx 32\%$ ).

Las morfologías de la MDE presentadas en la figura 20, corresponden a la denominada MPQ. El término utilizado "de paquete", tiene que ver con la forma en que la MDE se dispone dentro de un grano previo de austenita. Dentro de cada "paquete", se encuentran una serie de elementos individuales denominados "bloques", en los cuales están agrupados a su vez los "listones". Estos últimos se colocan de forma paralela, aunque es frecuente observar [98], la existencia de "sub-bloques" donde la orientación de los listones cambia ligeramente. En general, la observación de los listones no es posible mediante microscopía óptica, debido a su pequeño tamaño. En la figura 21 se observa un esquema de la relación entre un grano de austenita que se ha transformado a MPQ por deformación, y las partes



**Fig. 21.** Esquema de la MPQ y las partes que componen la sub-estructura respectiva. (Adaptado Ref. [98]).

que componen la sub-estructura respectiva. Los bloques están formados por un sub-bloque dominante y algunos sub-bloques menores. La desorientación entre los mismos es cercana a los 10,5 ° alrededor de la dirección [011]  $\alpha$ ' y el plano habitual y la dirección de orientación respectivos, cercanos a {111}  $\gamma$  y < 101 >  $\gamma$ . En la figura 20 se observa que además de las zonas donde los paquetes se agrupan de manera muy cercana, hay regiones donde el % local de austenita es mayor. En éstas regiones los paquetes tienen una forma alargada, sugiriendo que su formación ocurre en bandas de deslizamiento tipo {111}  $\gamma$ .



**Fig. 22** MPQ correspondiente a una muestra ensayada hasta la fractura a 100 °C. ( $\varepsilon_f = 0.38$ ;  $f\alpha' \approx 21\%$ ). (a) Microestructura de paquetes (MEB), atacada con Nital al 4%. (b) y (c) Dos vistas de la misma zona (MEB), atacadas iónicamente y procesadas digitalmente a dos tonalidades diferentes. (Para detalles ver texto).

En general resultó difícil identificar la microestructura de paquetes, como se puede apreciar en la figura 20. Esto se pudo solucionar parcialmente utilizando el MEB, a través del cual fue posible detallar dicha microestructura, así como también la sub-estructura de bloques. En la figura 22-a pueden verse las distintas orientaciones que asumen los paquetes, y dentro de los paquetes, los bloques. No es fácil discernir acerca del tipo de sub-estructura dentro de los paquetes, ya que en algunas zonas los bloques pueden ser confundidos con listones. La microestructura se pudo revelar inicialmente, utilizando Nital al 4% (figura 22-a), y luego, mediante ataque iónico, se logró desarrollar una textura más rugosa, y con ello una mejor perspectiva de la sub-estructura. Los detalles pudieron analizarse mediante el empleo de dos colores diferentes: el amarillo-naranja y el verde (figuras 22-b y 22-c respectivamente). Al parecer, la sub-estructura fue atacada en los límites entre bloques y sub-bloques. Ha sido demostrado por Wang et al. [99], en un acero martensítico de baja aleación, que el esfuerzo de fluencia y la tenacidad de impacto mejoran cuando ocurre una disminución de tamaño del paquete de martensita en la microestructura. El incremento observado en el caso de la tenacidad fue de hasta un 800%. De igual forma, Morito et al. [100], han estudiado la relación entre el esfuerzo de fluencia y el tamaño de los paquetes y bloques de la subestructura de la MPQ en varios aceros de bajo carbono, encontrando que  $\sigma_{ys}$  se incrementa con la reducción del tamaño de estos dos elementos de la microestructura, de acuerdo a una relación de tipo Hall-Petch. Por lo anterior, en la MPQ el control de la sub-estructura resulta de gran interés en el estudio y mejoramiento de las propiedades mecánicas en los aceros en general.

El sector del recuadro en la figura 22-a, aparece ampliado en la figura 23, con la finalidad de distinguir entre la fase  $\gamma$  y la fase  $\alpha$ ', para efectos del cálculo de  $f\alpha$ '.



Fig. 23. Ampliación del sector mostrado en la figura 22a. Austenita: zonas claras; MPQ: zonas oscuras.

Debe notarse que para la MBT también resultó una labor ardua establecer el %  $f\alpha$ ', debido a la dificultad inherente (dados los aumentos relativamente bajos utilizados), de poder distinguir a la fase austenítica, dada su morfología fina. La microestructura de la figura 22-a, aunque aparenta un valor de  $f\alpha$ ' mayor, sin embargo; solo alcanza un 21%. En ésta figura otros 4 sectores también fueron analizados, al igual que en otras imágenes similares para la condición experimental en cuestión. Tanto el proceso de ampliación, como el de cálculo de  $f\alpha$ ', se realizaron mediante análisis automático de imágenes, utilizando el software apropiado.

Los detalles morfológicos de la MPQ han sido explicados primeramente, en preferencia a los de la MBD, dado que aquélla corresponde a una morfología más estudiada y que se presenta con más frecuencia. En cuanto a la MBD, se supone que es el primer tipo que se forma, ya que aparece mezclada con MES a los 28 °C (figura 19-a). A los 85 °C, para valores bajos de deformación, la martensita sigue siendo MBD (ver figura 24), y a la misma temperatura, a valores de  $\varepsilon$  cercanos a  $\varepsilon_f$  aparece la MPQ (figura 20). A los 100 °C sólo se formó MPQ.

La MBD que se observa en la figura 24 corresponde a una deformación aplicada, igual a  $\varepsilon = 0,30$  (85 °C). Como se puede ver, las bandas forman la única morfología presente en la microestructura ( $fa' \approx 20\%$ ). Ya que tanto la MBD,



**Fig. 24.** MBD en una muestra deformada a 85 °C hasta un valor de  $\varepsilon = 0.30 < \varepsilon_f = 0.41$  (*fa* '  $\approx 20\%$ ).

como la MPQ poseen la misma estructura cristalina, igual relación de orientación con la matriz austenítica y además se nuclean de una manera similar, puede decirse que las 2 morfologías se manifiestan diferentes, como un resultado de los niveles de deformación y temperatura respectivos: A temperaturas cercanas a la ambiente (para altos valores de  $\varepsilon$  relativos a  $\varepsilon_f$ ); y a temperaturas "moderadas" por encima de  $M_d^{\sigma}$  (para bajos valores de  $\varepsilon$  relativos a  $\varepsilon_f$ ); la morfología resultante es la MBD. Por otra parte, para la misma condición de temperaturas moderadas por encima de  $M_d^{\sigma}$ , pero para valores medios de  $\varepsilon$  y hasta  $\varepsilon_f$ , o bien, para temperaturas que se consideran relativamente altas (en el presente caso:  $\approx 100$  °C) y para cualquier valor de  $\varepsilon$ , la morfología es la correspondiente a la MPQ.

A continuación serán descritos de manera breve, dos de los distintos mecanismos que explican cómo se forman la MES y la MDE a partir de la fase austenítica.

## MES y MDE: Mecanismos de Formación

#### Criterio de Energía Mecánica (Formación de MES)

Usualmente se asume que la martensita lenticular inducida por esfuerzos, se forma con una microestructura y con una orientación, dadas por la teoría fenomenológica formal de la transformación martensítica [101,102]. El aspecto más relevante de ésta teoría, es que la deformación total que se asocia a la transformación, deja al plano habitual en su misma orientación (sin rotación), y sin distorsión. El plano habitual (o de hábito), es aquél a nivel macroscópico que separa o sirve de interfase a la martensita y a la austenita y que luego de la transformación permanece inalterado, por lo que normalmente la transformación es denominada "de plano invariante". Desde un punto de vista energético se diría entonces, que una placa de  $\alpha$ ' se forma generando un mínimo de energía elástica. Por otra parte, de acuerdo con la termodinámica de equilibrio, no sólo la energía elástica, sino toda la energía libre mecánica debe ser minimizada.

Estos dos puntos de vista o criterios, resultan equivalentes, en el caso de que no existan esfuerzos externos. En el caso de la transformación en presencia de esfuerzos externos, el criterio de la termodinámica de equilibrio muestra que se formará martensita con una microestructura bastante parecida, pero distinta; a la predicha mediante el criterio de plano invariante (CPI). Oliver et al. [76], al basarse en la termodinámica de equilibrio, han propuesto el llamado "criterio de energía mecánica" (CEM), mediante el cual puede deducirse que el esfuerzo de tensión requerido para inducir la formación de  $\alpha$ ' es menor que el predicho por el CPI. El análisis de estos autores considera una placa de martensita maclada dentro de un cristal de austenita, sometida a un esfuerzo de tensión uniaxial. Utilizando la teoría de elasticidad lineal, se asume implícitamente que las deformaciones son infinitesimales, a diferencia del CPI, donde se manejan deformaciones de naturaleza finita, acorde con la teoría fenomenológica formal.



**Fig. 25.** Esquema de una placa de martensita maclada formada por zonas alternas, donde predominan 2 tipos de variantes de correspondencia de Bain, I y J, en las proporciones de f y 1-f. (Adaptado Ref. [76]).

En la figura 25 se esquematiza una placa de martensita maclada, formada por una serie de láminas alternadas, con dos variantes de correspondencia de Bain (VCB); es decir: VCB( $\mathbf{I}$ ) y VCB( $\mathbf{J}$ ), cuyas fracciones volumétricas son f y (1–f) respectivamente. El ventor unitario del plano de hábito es **n**. Cuando la placa se forma, la deformación de transformación promedio en ausencia de esfuerzos, dentro de ella, puede escribirse como:

$$\overline{\varepsilon}_{ij}^{T} = f \varepsilon_{ij}^{T} (I) + (1 - f) \varepsilon_{ij}^{T} (J)$$
 (26)

donde  $\varepsilon_{ij}^{T}(I)$  y  $\varepsilon_{ij}^{T}(J)$  son las dos deformaciones de transformación que corresponden a VCB(**I**) y a VCB(**J**), respecto a la matriz austenítica. Se asume que la placa se forma con una microestructura lo suficientemente fina como para que la deformación de transformación dentro de ella sea uniforme, e igual a la deformación promedio dada por la ecuación (26).

El CPI se cumple cuando f y **n** toman los valores de  $f^{PI}$  y **n**  $^{PI}$  respectivamente. Estrictamente hablando, para que el plano de hábito permanezca realmente sin variaciones, sería necesario incluir en el CPI, la llamada "rotación de cuerpo rígido", es decir; la consideración mediante la cual el plano de hábito permanecería con la misma orientación respecto a la austenita, después de la transformación. No obstante lo anterior, en el análisis del CEM, y haciendo la misma consideración para el CPI; cuando la aproximación al problema es el de la elasticidad lineal, la rotación de cuerpo rígido contribuye con un término antisimétrico al tensor de distorsión, por lo que la misma (la rotación), se anula para todos los cálculos de esfuerzos ó energía.

Cuando  $f = f^{PI}$  y **n** = **n**<sup>PI</sup>, la placa se forma con una microestructura y una orientación tales, que se minimiza la generación de esfuerzos internos, y en consecuencia, de energía elástica. Como ya se mencionó, de acuerdo a la termodinámica de equilibrio, la placa de martensita puede formarse, si se minimiza la energía mecánica total. Si no hay cargas externas, entonces la energía mecánica total es solamente elástica, por lo que los dos criterios: el CPI y el de la termodinámica de equilibrio, son equivalentes. Por otra parte, bajo la aplicación de un esfuerzo externo, la energía mecánica total incluye el término de la energía potencial externa, por lo que la microestructura de la placa

Ahora bien, entre las placas que se han formado mediante diferentes combinaciones de VCB, aquélla que esté mejor orientada respecto al esfuerzo externo, se desarrollará de

manera preferencial, maximizando el trabajo hecho por éste. Para ésta placa, la deformación, que será entonces la máxima, y que se orienta en una dirección paralela al eje de tensión, se denomina "deformación de transformación", denotándose como:  $\varepsilon^{PI}$ . Luego, cuando la transformación de plano invariante ocurre, deberán cumplirse de manera simultánea las condiciones:

$$f = f^{PI}, \mathbf{n} = \mathbf{n}^{PI} \mathbf{y} \ \overline{\varepsilon}_{ij}^{T} = \varepsilon^{IP}$$
 (27)

Debe recordarse que una variante de correspondencia de Bain, hace referencia a uno de los posibles modos en los que la nueva estructura cristalina de la placa, formada mediante la distorsión de Bain; se orienta respecto a la matriz austenítica. Por ejemplo, para dos variantes, el eje c de la nueva estructura en una zona con la variante 1, podría ser paralelo a la dirección [100] de la austenita, pero en la zona con la variante 2, el mismo eje deberá ser paralelo a otra dirección, como la [010] etc. (Puede verse un buen ejemplo de lo anterior, en la referencia [103]).

Ahora podemos considerar la formación de una placa con una estructura ligeramente diferente a la dada por el CPI, de manera que  $f = f^{PI} + \delta f$ . En éstas condiciones se produce una deformación de transformación, que resulta proporcional a  $\delta f$ , la cual se denota como  $\varepsilon \delta f$ . Si la placa se forma bajo un esfuerzo de tensión uniaxial  $\sigma_A$  entonces el trabajo realizado por éste esfuerzo externo será:

$$W = \sigma_A \left( \varepsilon^{PI} + \varepsilon \delta f \right) \tag{28}$$

Por otra parte, sabemos que la energía elástica es igual en general a:  $(\frac{1}{2})(módulo ó ctte. elástica)(deformación)^2$ , por lo que en éste caso puede escribirse como:

$$E = (1/2) \alpha \,\mu \left(\varepsilon \,\delta f\right)^2 \tag{29}$$

donde  $\mu$  es la constante elástica y  $\alpha$  es un factor de forma. El cambio en la energía mecánica total se define como:

$$\Delta F_M = E - W \tag{30}$$

Como el trabajo se realiza en contra el sistema, el signo de *W* es negativo, por lo que:  $\Delta F_M = E - (-W) = E + W$ . Ya que el esfuerzo aplicado es:  $\sigma_A = \alpha \mu (\varepsilon \delta f)$ , entonces:

$$\delta f = \sigma_A / \alpha \,\mu \,\varepsilon \tag{31}$$

La condición general de conservación de la energía es:

$$\Delta F_M + \Delta F_C = 0 \tag{32}$$

donde  $\Delta F_C$  sería el cambio en energía libre química por unidad de volumen, cuando la austenita se transforma en martensita.

Si se aplica el CPI ( $\delta f = 0$ ), la ecuación (28) tendría la expresión:  $W = \sigma_A \varepsilon^{PI}$ , la ecuación (29) sería: E = 0, y la ecuación (30) quedaría ahora:  $\Delta F_M = -\sigma_A \varepsilon^{PI}$ , por lo que la ecuación de conservación de la energía se escribiría en la forma:  $-\sigma_A \varepsilon^{PI} + \Delta F_C = 0$ ; es decir; el esfuerzo que se aplica en éste caso, tiene la expresión simple:

$$\sigma_A = \Delta F_C / \varepsilon^{PI} \tag{33}$$

En el caso de aplicar el CEM,  $\delta f$  viene expresado por la ecuación (31), siendo ahora el esfuerzo aplicado,  $\sigma_{\rm EM}$ . Las ecuaciones (28), (29) y (30), por su parte, pueden entonces expresarse a través de:

$$W = \sigma_{EM} \left( \varepsilon^{PI} + \varepsilon \frac{\sigma_{EM}}{\alpha \mu \varepsilon} \right)$$
(34)

$$E = (1/2) \alpha \, \mu \left( \varepsilon \frac{\sigma_{EM}}{\alpha \, \mu \, \varepsilon} \right)^2 \tag{35}$$

y: 
$$\Delta F_M = (1/2) \alpha \mu \left( \varepsilon \frac{\sigma_{EM}}{\alpha \mu \varepsilon} \right)^2 \dots$$
  
.....  $\sigma_{EM} \left( \varepsilon^{PI} + \varepsilon \frac{\sigma_{EM}}{\alpha \mu \varepsilon} \right)$  (36)

354

Entonces, la ecuación (32) puede escribirse mediante:

$$\frac{1}{2}\frac{\sigma_{EM}^2}{\alpha\mu} - \frac{\sigma_{EM}^2}{\alpha\mu} - \sigma_{EM}\varepsilon^{PI} + \Delta F_C = 0 \quad (37)$$

Luego, para el CEM, el esfuerzo  $\sigma_{\rm EM}$  queda implícito en:

$$\frac{1}{2}\frac{\sigma_{EM}^2}{\alpha\mu} + \sigma_{EM}\,\varepsilon^{PI} = \varDelta F_C \qquad (38)$$

Dado que  $\Delta F_C$  es constante a una temperatura fija, la ecuación (38) puede entonces igualarse a la ecuación (33), escribiéndose ésta última como:  $\Delta F_C = \sigma_A \varepsilon^{PI}$ :

$$\frac{1}{2}\frac{\sigma_{EM}^2}{\alpha\mu} + \sigma_{EM}\,\varepsilon^{PI} = \sigma_A\,\varepsilon^{PI} \qquad (39)$$

Finalmente, despejando  $\sigma_A$  obtenemos:

$$\sigma_A = \sigma_{EM} + \frac{\sigma_{EM}^2}{2\alpha\,\mu\,\varepsilon^{PI}} \tag{40}$$

Como puede verse, el CPI predice un esfuerzo  $\sigma_A$  mayor que el esfuerzo  $\sigma_{\rm EM}$  calculado mediante el CEM. Oliver et al. [76], han demostrado en una aleación Fe-30,5% at.Pd, la cual se transforma martensíticamente desde una estructura FCC a una estructura BCT, que la reducción del esfuerzo de  $\sigma_{\rm A}$  a  $\sigma_{\rm EM}$  es pequeña al comienzo del proceso de transformación, debido al efecto de la generación de energía elástica, el cual es dominante, por lo cual se inhibe la formación de placas de martensita con una estructura acorde al CPI. Sin embargo, en la medida en que progresa la transformación, el esfuerzo externo que se requiere de acuerdo al CEM, disminuye de una forma más acentuada, haciéndose mayor la diferencia entre los dos esfuerzos  $\sigma_A$ y  $\sigma_{\rm EM}$ , debido a la presencia de un número de placas de martensita cada vez mayor. En otras palabras, el esfuerzo interno promedio en la austenita se encuentra orientado en

la dirección del eje de tensión, promoviendo la formación de más placas de martensita, por lo que el esfuerzo  $\sigma_{\rm EM}$ necesario para continuar la transformación será menor. Las placas de martensita también se orientarán de forma preferente en la misma dirección (efecto Magee [104]). Recientemente, Yeddu *et al.* [105], han estudiado la MES

en una serie de aceros comerciales, utilizando la técnica de simulación en campo de fase en 3-D, encontrando que las placas de martensita muestran una fuerte tendencia a desarrollarse en la dirección del esfuerzo externo. Debido al efecto TRIP y a la autocatálisis, este esfuerzo tiende a disminuir con el progreso de la transformación.

Criterio de Bandas de Deformación (Formación de MDE) La formación de la MDE es un fenómeno más complejo que el correspondiente a la MES. En esencia, las teorías actuales que explican la nucleación y el crecimiento de la MDE (MPQ ó MBD, ya que ambos tipos sólo difieren en la morfología general), fueron propuestas el siglo pasado, durante las décadas de los años 60's, 70's y 80's [52, 106-115], aunque el estudio y desarrollo de nuevos métodos experimentales y refinamientos analíticos [116-121], así como el empleo de novedosas técnicas de procesamiento cuyas bases se encuentran en los principios de los aceros TRIP [122-128], han determinado que aún hoy en día ésta área de investigación permanezca sumamente activa. Una recopilación de los principales aspectos relacionados con la formación de la MDE, y su relación con las propiedades mecánicas en los aceros metaestables austeníticos AISI 301LN y AISI 304, ha sido presentada por Talonen [129].

El problema de la formación de la MDE ha sido analizado principalmente en función de los mecanismos relativos a la nucleación. En éste sentido, ha sido posible comprobar que estos mecanismos pueden ser múltiples. Por ejemplo, se ha observado que la martensita  $\varepsilon$  (HCP), puede ser un lugar favorable para la nucleación de la martensita  $\alpha'$  (es decir, BCC ó BCT) [109]. Lagneborg [130], ha reportado que la intersección de una placa de martensita  $\varepsilon$  con un sistema de deslizamiento activo, igualmente puede ser un sitio apto para ello, mientras que Manganon *et al.* [131] también mencionan ésta posibilidad, cuando una placa de martensita  $\varepsilon$  intersecta una macla o un límite de grano en la austenita. No obstante lo anterior, la martensita  $\alpha$ ' no necesariamente se nuclea a partir de la martensita  $\varepsilon$ , como



**Fig. 26.** Listón de  $\alpha'$  (MED), formado en la intersección de dos bandas de deformación:  $(111)\gamma$  y  $(11\overline{1})\gamma$ . La relación de orientación entre  $\gamma$  y  $\alpha'$  es cercana a la relacion de K-S:  $(111)\gamma // (101)\alpha'$ ;  $[1\overline{1}0]\gamma // [11\overline{1}]\alpha'$ . (Adaptado Ref. [111]).

ha sido reportado por Breedis *et al.* [132], particularmente en aquéllos casos en los que  $\varepsilon$  no es termodinámicamente estable respecto a  $\alpha'$  ó a  $\gamma$ . En las aleaciones Fe-Ni-Cr, cuando decrece la energía de falla de apilamiento (EFA) de la austenita FCC, aumenta la facilidad con la que se forma  $\alpha'$  con la deformación plástica [111]. Aunque a bajos valores de EFA también se forma  $\varepsilon$ , sin ambargo, la formación de ésta no es una condición necesaria para que se genere  $\alpha'$  inducida por deformación.

Frecuentemente los listones de martensita  $\alpha$ ' se localizan en la intersección de 2 bandas de deformación en la fase austenítica [111]. En éstas bandas, la deformación puede producirse por la formación de placas de  $\varepsilon$ , por maclado de la austenita, o a través del deslizamiento mediante la disociación de dislocaciones. En cualquiera de éstos tres casos, la martensita  $\alpha$ ' tendrá una relación de orientación con la austenita, cercana a la relación K-S  $(\pm 2^{\circ})$ , tal y como se muestra en la figura 26. Dado que regularmente las bandas de deformación están formadas por  $\varepsilon$ , ésta ha sido considerada a veces como una fase intermedia en la formación de  $\alpha'$  [129]. Por su parte, Narutani *et al.* [133], Narutani [115] y Lichtenfeld *et al.* [134], han reportado que la formación de  $\alpha'$  tiene lugar sin la presencia de  $\varepsilon$ .

La formación de  $\alpha'$  puede ilustrarse en más detalle, si se considera su nucleación a partir de la intersección de una macla con un plano de deslizamiento, de acuerdo con el esquema planteado por Lecroisey *et al.* [111]. Para éste caso, resultará útil la figura 26. Se supone que una macla en (111) $\gamma$  debe ser cruzada por una dislocación parcial de Schockley, cuyo vector de Burgers será tomado como el vector (1/6)[121] $\gamma$ . La dislocación parcial se mueve en el plano (111) $\gamma$ , y el vector de Burgers corresponde en la macla al vector  $(1/18)[\overline{7}2\overline{1}]_m$ . En la figura 27 se esquematiza el proceso mediante el cual la dislocación parcial es transferida a la macla para la formación de la martensita  $\alpha'$  (Lecroisey *et al.* [111]). La deformación se propaga en el plano  $(11\overline{1})\gamma$ , mediante la disociación de la dislocación parcial, de acuerdo a la reacción:

$$(1/18)\left[\overline{7}2\overline{1}\right]_{m} \to (1/6)\left[\overline{2}1\overline{1}\right]_{m} + (1/18)\left[\overline{1}\overline{1}2\right]_{m}$$

$$(41)$$

donde todos los vectores han sido referidos al sistema de ejes que corresponde a la macla.



**Fig. 27.** (a) Dislocación parcial, moviéndose en un plano de deslizamiento de la austenita. (b) Transferencia de la dislocación parcial a una macla, para la formación de un núcleo de martensita MDE ( $\alpha$ '). (Adaptado Ref. [111]).

Las dos dislocaciones:  $(1/6)[\overline{2}1\overline{1}]_m$  y  $(1/18)[\overline{1}\overline{1}2]_m$ , se mueven en el plano  $(11\overline{1})\gamma$ , alcanzando la interfase entre la matriz y la macla, para luego ser transferidas a la macla, creándose un núcleo de MDE ( $\alpha'$ ). La reacción de disociación requiere energía adicional, ya que la energía total de la dislocación se incrementa. Se ha sugerido [129], que ésta energía adicional tiene su orígen en la diferencia de energía libre química entre la austenita y  $\alpha'$ . De igual forma, es posible que la reacción señalada en (41), se dé más fácilmente debido a la concentración de esfuerzos en el apilamiento que tiene lugar en la interfase que separa la matriz de la macla. Igualmente, Brooks *et al.* [113] han sugerido que la nucleación de  $\alpha$ ' se encuentra asociada al apilamiento de dislocaciones parciales de Schockley: En la medida en que las dislocaciones se acercan entre sí en el apilamiento, los átomos comienzan a moverse de tal forma, que la estructura atómica inicia su organización de acuerdo al patrón de apilamiento BCC de  $\alpha$ '. Conforme el apilamiento alcanza el tamaño crítico, ocurre un rápido crecimiento del núcleo de martensita  $\alpha$ ', con la ayuda de la diferencia de energía libre química entre ésta fase y  $\gamma$ . Olson *et al.* [112], han determinado el tamaño crítico de un núcleo de MDE, de acuerdo a:

$$n^{CR} = \frac{2\sigma(n)}{-\rho_A(\Delta G_{\gamma \to \alpha'} + E^{def})}$$
(42)

donde  $n^{CR}$  es el espesor del núcleo crítico, expresado en planos atómicos;  $\sigma(n)$  es la energía interfacial del núcleo por unidad de área;  $\rho_A$  es la densidad atómica en moles por unidad de área en un plano compacto,  $\Delta G \gamma \rightarrow \alpha$  es la diferencia de energía libre entre la austenita y la fase  $\alpha$ ' y  $E^{d e f}$  es la energía asociada con la deformación de la transformación. Para los valores de:  $\Delta G \gamma \rightarrow \alpha$  ' = -1260 J/mol;  $E^{def} = 500 \text{ J/mol y } \sigma(n) = 0.15 \text{ J/m}^2$ , estos autores encontraron un tamaño de 13,5 planos compactos para los núcleos de martensita  $\alpha$  '. Staudhammer *et al.* [135], utilizando los mismos valores de  $\Delta G\gamma \rightarrow \alpha$  ' y de  $E^{d ef}$ , pero duplicando el valor de  $\sigma$  (*n*), determinan el espesor crítico  $n^{CR}$  en 27 planos compactos (  $\approx 57$  Å ), lo cual pudo comprobarse mediante el uso de microscopía electrónica de transmisión (TEM), analizando muestras de acero AISI 304 deformado en tensión, determinando que, de hecho, el valor de  $n^{CR}$  estaba comprendido entre 50 v 70 Å, y verificando, entre otras cosas, que el proceso de apilamiento de dislocaciones anterior a la nucleación, deberá ser significativo para que ésta pueda ocurrir.

El aspecto esencial en la descripción de la MDE, tiene que ver con el papel de las bandas de deformación, por lo que

el término: "*Criterio de Bandas de Deformación*" (CBD), resulta muy apropiado en la caracterización del conjunto de fenómenos que explican su aparición en los procesos de deformación plástica de la austenita. Sin embargo, aún cuando el estudio de la nucleación de la MDE haya sido considerado por mucho tiempo como el aspecto crítico a tomar en cuenta, otros aspectos básicos distintos a éste han venido siendo considerados para poder comprender, por ejemplo, cómo el efecto TRIP influye realmente en el incremento que se observa en la ductilidad [126, 129].

#### Consideraciones Finales Acerca del Efecto TRIP

Como ya se mencionó, los procesos de transformación de la austenita en martensita mediante deformación plástica, es un área de investigación muy activa, siendo uno de los motivos principales para ello, la amplia gama de aspectos que involucra su estudio; los cuales abarcan no sólo los principios básicos de la ciencia de los materiales, sino las aplicaciones potenciales más diversas; aunque hasta los momentos actuales, el mayor campo de aplicación sea el de la industria automotriz [136.137]. Desde que E.C Bain [138], propusiera en 1924 el mecanismo básico para la formación de martensita en aceros, el cual forma parte integral de las teorías cristalográficas actuales [139,140]; hasta el desarrollo de nuevas generaciones de materiales compuestos con matriz de efecto TRIP [141], han sido de gran importancia los estudios detallados de los aspectos de la martensita  $\alpha'$  que se relacionan con su morfología; como la geometría, distribución, tamaño etc., los cuales se asocian a las 2 manifestaciones típicas: MES y MDE. Por ésta razón se ha enfatizado, como aporte básico del presente trabajo, la descripción de la morfología y de los principios relacionados con la formación de  $\alpha$  '.

Aunque los aspectos teóricos que constituyen la base de los aceros TRIP, como la morfología, la estructura y las propiedades en general, se han originado en los estudios relativos a la martensita atérmica [142-145], no obstante el efecto TRIP constituye en la actualidad un área cuyo desarrollo es independiente de los demás, manteniendo una especial importancia en las aplicaciones tecnológicas actuales (ver por ejemplo las referencias [146] y [147]).

#### CONCLUSIONES

El estudio de la deformación isotérmica de la aleación Fe 29%Ni0,26%C; en el rango de temperaturas:  $-60 \text{ °C} \leq T$  $\leq 100 \text{ °C}$ , y la revisión de los aspectos relacionados con la morfología, termodinámica y cinética de la martensita inducida por esfuerzos (MES), y la martensita inducida por deformación (MDE) realizados en el presente trabajo, permiten establecer las siguientes conclusiones:

1- Entre –60 y 28°C ( $M_d^{\sigma}$  = 28 °C), se obtuvo MES, y para T > 28 °C (85 y 100 °C), se obtuvo MDE. La primera presentó una morfología de tipo lenticular, mientras que la segunda presentó una morfología de paquete.

2- La MES se formó tanto en el rango elástico como en el plástico y la MDE solamente en el rango plástico.

**3-** La fracción total de martensita formada, disminuyó con el aumento de la temperatura, alcanzando un valor de 0,93 para la condición de -60 °C y 0,21 para 100 °C.

**4-** Se observó que alrededor de los 20, y hasta los 28 °C, aparece a altos valores de deformación, un sub-tipo de la MES, denominado *"martensita butterfly"* (MBT), la cual se considera una estructura de transición entre el sub-tipo predominante de la MES (*"martensita lenticular" ó* ML) y la martensita "de paquete" (MPQ) ó "de banda" (MBD) ambas sub-tipos de la MDE.

5- En general, la resistencia disminuyó progresivamente con el aumento de la temperatura ( $\sigma_{ys}$ ,  $\sigma_u$  y  $\sigma_f$ ), mientras que la ductilidad aumentó a partir de -60 °C y hasta los 0 °C, para luego disminuir hasta los 100 °C ( $\varepsilon_f$ ).

**6-** La mejor combinación de resistencia y ductilidad se presentó a los 0 °C, siendo  $\sigma_u = 975$  Mpa y  $\varepsilon_f = 0.54$ .

7- Se establecen los principios de la termodinámica y la cinética para la formación de la MES y la MDE, así como los criterios físicos respectivos: el de la energía mecánica (CEM) y el de bandas de deformación (CBD).

#### AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo prestado tiempo atrás por el Dr. P.C. Maxwell, cuando introdujera el tema de la transformación inducida por plasticidad en la Escuela de Metalurgia de la UCV, así como también por la donación del acero objeto de estudio, a través de la U.S. Steel. Se agradece de igual forma, al Sr. A. Serrano, por su asistencia técnica en los ensayos mecánicos correspondientes.

#### REFERENCIAS

- [1] Moat R.J., Zhang S.Y., Kelleher J., Mark A.F., Mori T., Withers P.J. (2012) "Work hardening induced by martensite during transformation-induced plasticity in plain carbon steel" *Acta Mater.* 60(20):6931-6939.
- [2] Ozgowicz W., Kurc A., Kciuk M. (2010) "Effect of deformation-induced martensite on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of X5CrNi 18-8 stainless steel" *Arch. Mater. Sci. Eng.* 43(1):42-53.
- [3] Kim K.N., Kim H.W., Shin G.S., Park M.C., Kim J.K., Kim S.J. (2012) "Effects of strain-induced martensitic transformation on the solid particle erosion behavior of Fe–Cr–C–Ni/Mn austenitic alloys" *Tribology Lett.* 48 (3):417-424.
- [4] Ryoo D.Y., Kang N., Kang C.Y. (2011) "Effect of Ni content on the tensile properties and strain-induced martensite transformation for 304 stainless steel" *Mater. Sci. Eng.: A*, 528(6):2277-2281.
- [5] Greisert C. (2004) "Strain-Induced Formation of Martensite During Forming and Springback Behaviour of Annealed and Hard Cold-Rolled Stainless Steel Grades EN 1.4301 and EN 1.4318" Aachen, Shaker Verlag.
- [6] Zackay V.F., Parker E.R., Fahr D., Busch C.H. (1967)"The enhancement of ductility in high-strength steels"

Acta Microscopica Vol. 22, No. 4, 2013, pp. 328 - 365

ASM Trans. Quart. 60(2):252-259.

- [7] Gerberich W.W., Hemmings P.L., Merz M.D., Zackay
   V.F. (1968) "Preliminary toughness results on TRIP steel" ASM Trans. Quart. 61(4):843-846.
- [8] Gerberich W.W., Hemmings P.L., Zackay V.F., Parker E.R. (1969) "Fracture 1969" London, Chapman and Hall Ltd., pp. 288-305.
- [9] Gerberich W.W., Hemmings P.L., Zackay V.F. (1971)
   "Fracture and fractography of metastable austenites" *Met. Trans.* 2(8):2243-2253.
- [10] Bhandarkar D., Zackay V.F., Parker E.R. (1972)
  "Stability and mechanical properties of some metastable austenitic steels" *Met. Trans.* 3(10):2619-2631.
- [11] Parker E.R., Zackay V.F. (1973) "Enhancement of

fracture toughness in high strength steel by microstructural control" *Eng. Fract. Mech.* 5(1):147-162.

- [12] Hongliang Y. (2010) "δ TRIP Steel" PhD Thesis, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Korea.
- [13] Yi H.L., Lee K.Y., Bhadeshia H.K.D.H. (2011) "Extraordinary ductility in Al-bearing δ-TRIP steel" *Proc. Royal Soc. London –A*, 467:234-243.
- [14] Lis A.K., Gajda D.A. (2006) "Modelling of the DP and TRIP microstructure in the CMnAlSi automotive steel" J. Achiev. Mater. Manuf. Eng. 15(1-2):127-134.
- [15] Davies G. (2012) "Materials for Automobile Bodies" Oxford, Butterworth-Heinemann.
- [16] Beese A.M. (2011) "Experimental Investigation and Constitutive Modeling of the Large Deformation Behavior of Anisotropic Steel Sheets Undergoing Strain-Induced Phase Transformation" PhD Thesis, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, USA.
- [17] Dan W.J., Hu Z.G., Zhang W.G. (2013) "A straininduced martensite transformation model for TRIP steels in cyclic loading condition" *Adv. Mater. Res.* 629:32-38.
- [18] Takahashi M. (2003) "Development of high strength steels for automobiles" Nippon Steel Technical

Report, 88(July): 2-7.

- [19] Jin W., Ping. W.B., Long T., Seng. J.H. (2012) "Study on Possibility of Processing TRIP Steel Sheet by Single Point Incremental Forming" MEMS 2012, Yangzhou, Atlantic Press, pp. 460-462.
- [20] Curtzea S., Kuokkalaa V.T., Hokkaa M., Peurab P. (2009) "Deformation behavior of TRIP and DP steels in tension at different temperatures over a wide range of strain rates" *Mater. Sci. Eng.: A*, 507(1-2):124-131.
- [21] Melero E. J., van Dijk N. H., Zhao L., Sietsma J., Offerman S.E., Wright J.P., van der Zwaag S. (2007) "Characterization of individual retained austenite grains and their stability in low-alloyed TRIP steels" *Acta Mater.* 55(20):6713-6723.
- [22] Jung G.S., Lee K.Y., Lee J.B., Bhadeshia H.K.D.H., Suh D.W. (2012) "Spot weldability of TRIP assisted steels with high carbon and aluminium contents" *Sci. Tech. Weld. Join.* 17(2):92-98.
- [23] Fahr D. (1971) "Stress- and strain-induced formation of martensite and its effects on strength and ductility of metastable austenitic stainless steels" *Met. Trans.* 2(7):1883-1892.
- [24] Olson G.B., Cohen M. (1982) "Stress-assisted isothermal martensitic transformation application to TRIP steels" *Met. Trans. A*, 13A(11):1907-1914.
- [25] Han H.N., Oh C.S., Kim G., Kwon O. (2009) "Design method for TRIP-aided multiphase steel based on a microstructure-based modelling for transformationinduced plasticity and mechanically induced martensitic transformation" *Mater. Sci. Eng.: A*, 499(1-2): 462-468.
- [26] Angel T. (1954) "Formation of martensite in austenitic stainless steels: effects of deformation, temperature and composition" *J. Iron Steel Inst.* 177:165-174.
- [27] Ludwigson D.C., Berger J.A. (1969) "Plastic behaviour of metastable austenitic stainless steel" J. Iron Steel Inst. 207:63-69.
- [28] Hilders O.A. (1988) "Estudio de la Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzos y Deformación

Acta Microscopica Vol. 22, No. 4, 2013, pp. 328 - 365

*en una Aleación Fe-29%Ni-0,26%C*" Trabajo de Ascenso (Asociado), Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

- [29] Haušild P., Nohava J., Pilvin P. (2011) "Characterisation of strain-induced martensite in a metastable austenitic stainless steel by nanoindentation" *Strain* 47(S2):129-133.
- [30] Ghosh S.K., Mallick P., Chattopadhyay P.P. (2011) "Effect of reversion of strain induced martensite on microstructure and mechanical properties in an austenitic stainless steel" *J. Mater. Sci.* 46(10):3480-3487.
- [31] Snizhnoi H.V. (2011) "Formation of strain-induced martensite in chromium–nickel steels of the austenitic class" *Mater. Sci.* 47(3):363-369.
- [32] Cai M.H., Lee C.Y., Lee Y.K. (2012) "Effect of grain size on tensile properties of fine-grained metastable β titanium alloys fabricated by stress-induced martensite and its reverse transformations" *Scripta Mater.* 66(8):606-609.
- [33] Choi J.Y., Ji J.H., Hwang S.W., Park K.T. (2011)
  "Strain induced martensitic transformation of Fe-20-Cr-5Mn-0.2Ni duplex stainless steel during cold rolling: Effects of nitrogen addition" *Mater. Sci. Eng.: A*, 528(18):6012-6019.
- [34] Han H.N., Lee C.G., Oh C.S., Lee T.H., Kim S.J. (2004) "A model for deformation behavior and mechanically induced martensitic transformation of metastable austenitic steel" *Acta Mater.* 52(17):5203-5214.
- [35] Chatterjee S. (2006) "Transformations in TRIP-Assisted Steels: Microstructure and Properties" PhD Thesis, University of Cambridge, Cambridge, U.K.
- [36] Christian J.W. (1977) "Physical Metallurgy", Amsterdam, Cahn R.W. (Ed.), North-Holland Publishing Company, pp. 552-587.
- [37] Poster D.A., Easterling K.E. (2004) "Phase Transformations in Metals and Alloys", New York, Taylor & Francis, pp. 382-440.

- [38] Wayman C.M. (1964) "Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformation" New York, Macmillan Series in Materials Science.
- [39] Maki T., Shimooka S., Umemoto M., Tamura I. (1972) "The morphology of strain-induced martensite and thermally transformed martensite in Fe-Ni-C alloys" *Trans. Japan Inst. Met.* 13(6):400-407.
- [40] Tamura I. (1982) "Deformation-induced martensitic transformation and transformation-induced plasticity in steels" *Metal Sci.* 16(5):245-253.
- [41] Maletta C., Young M.L. (2011) "Stress-induced martensite in front of cracks tips in NiTi shape memory alloys: modeling vs experiments" *J. Mater. Eng. Perf.* 20(4-5):597-604.
- [42] Brinson L. C., Schmidt I., Lammering R. (2004) "Stress-induced transformation behavior of polycrystalline NITI shape memory alloy: micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy" J. Mech. Phys. Solids, 52(7):1549-1571.
- [43] Robertson S. W., Pelton A. R., Ritchie R.O. (2012)
   "Mechanical fatigue and fracture of Nitinol" *Int. Mat. Rev.* 57(1):1-36.
- [44] Li S.H., Dan W.J., Zhang W.G., Lin Z.Q. (2007) "A model for strain-induced martensite transformation of TRIP steel with pre-strain" *Comp. Mater. Sci.* 40 (2):292-299.
- [45] Prüger S., Kuna M., Wolf S., Krüger L. (2011) "A material model for TRIP-steels and its application to a CrMnNi cast alloy" *Steel Res. Int.* 82(9):1070-1079.
- [46] Nakajima M., Akita M., Uematsu Y., Tokaji K. (2010) "Effect of strain-induced martensitic transformation on fatigue behavior of type 304 stainless steel" *Procedia Eng.* 2(1):323-330.
- [47] Bayerlein M., Christ H.J., Mughrabi H. (1989) "Plasticity-induced martensitic transformation during cyclic deformation of AISI 304L stainless steel" Mater. Sci. Eng.: A, 114:L11-L16.
- [48] Geijselaers H.J.M., Perdahcioglu E.S. (2009) "Mechanically induced martensitic transformation as a stress-

driven process" Scripta Mater. 60(1):29-31.

- [49] Maxwell P. C., Goldberg A., Shyne J. C. (1974)"Stress-assisted and strain-induced martensites in Fe-Ni-C" *Met. Trans.* 5(6):1305-1318.
- [50] Maxwell P. C., Goldberg A., Shyne J. C. (1974) "Influence of martensite formed during deformation on the mechanical behavior of Fe-Ni-C alloys" *Met.* Trans. 5(6):1319-1324.
- [51] Das A., Chakraborti P.C., Tarafder S., Bhadeshia H. K. D. H. (2011) "Analysis of deformation induced martensitic transformation in stainless steels" *Mater. Sci. Tech.* 27(1):366-370.
- [52] Olson G.B., Cohen M. (1975) "Kinetics of strain-induced martensitic nucleation" *Met. Trans. A*, 6A(4): 791-795.
- [53] Ripley B.D. (2008) "Pattern Recognition and Neural Netwoks", New York, Cambridge University Press.
- [54] Snell E.O., Shyne J.C., Goldberg A., (1977) "Stressassisted and strain-induced martensite morphologies in an Fe-21Ni-0.6C alloy" *Metallography* 10(3):299-314.
- [55] Hilders O.A., Berrío L., Peña N.D., Ramos M. (1999)
  "Proceedings of the 4<sup>th</sup> International Congress on Energy, Environment and Technological Innovation"
  Vol. II, Roma, Università di Roma, pp. 1343-1348.
- [56] Meyers M.A., Chawla K.K. (2008) "Mechanical Behavior of Materials" New York, Cambridge University Press.
- [57] Stormvinter A., Hedström P., Borgenstam A. (2011)"Investigation of lath and plate martensite in a carbon steel" *Solid State Phenom.* 172-174:61-66.
- [58] Verhoeven J. V. (1975) "Fundamentals of Physical Metallurgy, New York, John Wiley & Sons.
- [59] Pati S.R., Cohen M. (1969) "Nucleation of the Isothermal martensitic transformation" *Acta Metall.* 17 (3):189-199.
- [60] Pati S.R., Cohen M. (1971) "Kinetics of isothermal martensitic transformations in an iron-nickel-manganese alloy" *Acta Metall.* 19(12):1327-1332.

- [61] Magee C.L. (1971) "The kinetics of martensite formation in small particles" *Met. Trans.* 2(9):2419-2430.
- [62] Swalin R.A. (1972) "Thermodynamics of Solids", New York, John Wiley & Sons.
- [63] Patel J.R., Cohen M. (1953) "Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation" *Acta Metall.* 1(5):531-538.
- [64] Olson G.B., Azrin M. (1978) "Transformation behavior of TRIP steels" *Met. Trans A*, 9A(5):713-721.
- [65] Umemoto M., Minoda K., Tamura I. (1982) "Some characteristics of the substructure of lenticular martensite in Fe-Ni-C alloys" *Metallography* 15(2): 177-191.
- [66] Fujiwara S., Ogawa T., Ohmura Y., Tamura I. (1983)
  "The tensile properties of an Fe-4 pct Mo-0.2 pct C martensite tempered under applied stress" *Met. Trans. A*, 14A(6):1067-1077.
- [67] Callister Jr. W. D. (1997) "Materials Science and Engineering, and Introduction", New York, John Wiley & Sons.
- [68] Russ J.C. (1986) "Practical Stereology", New York, Springer.
- [69] Mukherjee M., Mohanty O.N., Hashimoto S.I., Hojo T., Sugimoto K.I. (2006) "Strain-induced transformation behaviour of retained austenite and tensile properties of TRIP-aided steels with different matrix microstructure" *J. Iron Steel Inst. Japan Int.* 46 (2):316-324.
- [70] Fang X.F., Dahl W. (1991) "Strain hardening and transformation mechanism of deformation-induced martensite transformation in metastable austenitic stainless steel" *Mater. Sci. Eng.: A*, 141(2):189-198.
- [71] Dieter G.E. (1976) "Mechanical Metallurgy" New York, McGraw-Hill Inc.
- [72] Sabirov I., Yang C., Mullins J., Hodgson P.D. (2013)
   "A theoretical study of the structure–property relations in ultra-fine metallic materials with fractal microstructures" *Mater. Sci. Eng.: A*, 559(1):543-548.

- [73] Hall E.O. (1970) "Yield Point Phenomena in Metals and Alloys" New York, Plenum Press.
- [74] Mil'man Y.V., Trefilov V.I. (2010) "Physical nature of the temperature dependence of yield stress" *Powd. Metall. Met. Ceram.* 49(7-8):374-385.
- [75] Aghaie-Khafri M., Mahmudi R. (1998) "Flow localization and plastic instability during the tensile deformation of Al alloy sheet" *J. Min. Met. & Mater. Soc.* 50(11):50-52.
- [76] Oliver E.C., Kobayashi N., Mori T., Daymond M.R., Withers P.J. (2003) "Mechanical energy criterion for stress-induced martensitic transformation" *Scripta Mater.* 49(10):1013-1019.
- [77] Hilders O.A., Peña N.D., Ramos M., Berrío L, Ichaso A. (1998) "Geometría fractal, dos casos de aplicación tecnológica: morfologías de fractura y transformación inducida por plasticidad" *Rev. Fac. Ing.* UCV, 13(2):55-86.
- [78] Shibata A., Murakami T., Morito S., Furuhara T., Maki T. (2008) "The origin of midrib in lenticular martensite" *Mater. Trans.* 49(6):1242-1248.
- [79] Klostermann J. A., Burgers W. G. (1964) "Surface martensite in iron-nickel" Acta Metall. 12(4):355-360.
- [80] Brook R., Entwisle A. R. (1965) "Kinetics of burst transformation to martensite" J. Iron Steel Inst. 203: 905-912.
- [81] Golikova V.V., Izotov V.I. (1973) "Peculiarities and mutual conjugations of cooling martensite crystals in N24G3 Alloy" *Phys. Met. Metallog.* 36:766-778.
- [82] Gong H., Gu N.J. (1988) "The compound formation mechanism of butterfly martensite" *Metallography* 21(1):1-10.
- [83] Sato H., Zaefferer S. (2009) "A study on the formation mechanisms of butterfly-type martensite in Fe-30% Ni alloy using EBSD-based orientation microscopy" *Acta Mater.* 57(6):1931-1937.
- [84] Gong H. (1987) "Butterfly martensite in industrial steels" *Metallography* 20(3):263-275.
- [85] Jafarian H., Borhani E., Shibata A., Terada D., Tsuji

N. (2011) "Martensite/austenite interfaces in ultrafine grained Fe-Ni-C alloy" *J. Mater Sci.* 46(12): 4216-4220.

- [86] Reed R.P. (1967) "The plate-like martensite transformation in Fe-Ni alloys" Acta Metall. 15(8):1287-1296.
- [87] Fearon E.O., Bevis M. (1974) "The macromorphology, micromorphology, habit planes and orientation relationships associated with martensite crystals formed in a range of iron 30–34 per cent nickel alloys" *Acta Metall.* 22(8):991-1002.
- [88] Wechsler M.S, Lieberman D.S, Read T.A. (1953)"On the theory of the formation of martensite" *Trans. AIME*, 197:1503-1515.
- [89] Bowles J.S., Mackenzie J.K. (1954) "The crystallography of martensitic transformations I" *Acta Metall*. 2(1):129-137.
- [90] Mackenzie J. K., Bowles J.S. (1954) "The crystallography of martensitic transformations II" *Acta Metall.* 2(1):138-147.
- [91] Watanabe M., Wayman C.M. (1971) "Crystallography of the martensitic transformation in Fe-Al-C alloys" *Met. Trans.* 2(8):2229-2236.
- [92] Dunne D.P., Bowles J. S. (1969) "Measurement of the shape strain for the (225) and (259) martensitic transformation" *Acta Metall.* 17(3):201-212.
- [93] Meyers M.A. (1980) "On the growth of lenticular martensite" Acta Metall. 28(6):757-770.
- [94] Novikov I. (1978) "Theory of Heat Treatment of Metals", Moscow, Mir Publishers.
- [95] Umemoto M., Watai Y., Tamura I. (1980) "Formation temperature range of butterfly martensite in Fe-Ni-C alloys and the effect of Cr addition" *J. Japan Inst. Met.* 44(4):453-458.
- [96] Chen Q., Wu X., Ke J. (1997) "A growth manner of butterfly martensite" Sci. China, Ser. E: Tech. Sci. 40(6):631-636.
- [97] Chen Q., Wu X., Wei L., Ke J. (1997) "Catalytical kinetics of butterfly martensite" Sci. China, Ser. A: Mathematics, 40(11):1185-1193.

- [98] Morito S., Adachi Y., Ohba T. (2009) "Morphology and crystallography of sub-blocks in ultra-low carbon lath martensite steel" *Mater. Trans.* 50(8):1919-1923.
- [99] Wang C., Wang M., Shi J., Hui W., Dong H. (2007) "Effect of microstructure refinement on the strength and toughness of low alloy martensitic steel" *J. Mater. Sci. Technol.* 23(5):659-664.
- [100] Morito S., Yoshida H., Makic T., Huang X. (2006)
  "Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels". *Mater. Sci. Eng.: A*, 438-440:237-240.
- [101] Klostermann J. A. (1972) "The concept of the habit plane and the phenomenological theories of the martensitic transformation" *J. Less-Comm. Met.* 28 (1):75-94.
- [102] Bhadeshia H.K.D.H. (2006) "Worked examples in the Geometry of Crystals", London, The Institute of Materials.
- [103] Liang Y., Wada T., Kato H., Tagawa T., Taya M., Mori T. (2002) "Straining of a polycrystal of Fe–Pd with martensite structure by uniaxial loading" Mater. *Sci. Eng.: A*, 338(1-2):89-96.
- [104] Magee C. L. (1966) "Transformation Kinetics, Microplasticity and Aging of Martensite in Fe-31 Ni" PhD Thesis, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh, USA.
- [105] Yeddu H.K., Borgenstam A., Ågren J. (2013) "Stress -assisted martensitic transformations in steels: A 3-D phase-field study" *Acta Mater*. 61(7): 2595-2606.
- [106] Bogers A.J., Burgers W.G. (1964) "Partial dislocations on the {110} planes in the B.C.C. lattice and the transition of the F.C.C. into the B.C.C. lattice". *Acta Metall.* 12 (2): 255-261.
- [107] Olson G.B. and Cohen M. (1972) "A mechanism for strain-induced nucleation of martensitic transformations" J. Less-Comm. Met. 28(1):107-118.
- [108] Kelly P.M. (1965) "The martensite transformation in steels with low stacking fault energy" Acta Me-

tall. 13 (6):635-646.

- [109] Venables J. A. (1962) "The martensite transformation in stainless steel" *Phil. Mag.* 7(73):35-44.
- [110] Suzuki T., Kojima H., Suzuki K., Hashimoto T., Koike S., Ichihara M. (1976) "Plastic deformation and martensitic transformation in an iron-base alloy" *Scrip. Metall.* 10 (4):353-358.
- [111] Lecroisey F., Pineau A. (1972) "Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system" *Met. Trans.* 3(2):387-396.
- [112] Olson G.B., Cohen M. (1976) "A general mechanism of martensitic nucleation: Part II: FCC → BCC and other martensitic transformations "*Met. Trans. A*, 7A (12):1905-1914.
- [113] Brooks J.W., Loretto M.H., Smallman R.E. (1979)"In situ observations of the formation of martensite in stainless steel" Acta Metall. 27(12):1829-1838.
- [114] Murr L.E., Staudhammer K.P., Hecker S.S. (1982)
  "Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: Part II: Microstructural Study" *Met. Trans. A*, 13A (4):627-635.
- [115] Narutani T. (1989) "Effect of deformation-induced martensitic transformation on the plastic behavior of metastable austenitic stainless steel" *Trans. Japan Inst. Met.* 30(1):33-45.
- [116] Beese A.M., Mohr D. (2011) "Identification of the direction-dependency of the martensitic transformation in stainless steel using in situ magnetic permeability measurements" *Exp. Mech.* 51(5):667-676.
- [117] Kromm A., Brauser S., Kannengiesser T., Rethmeier M. (2011) "High-energy synchrotron diffraction study of a transformation induced plasticity steel during tensile deformation" *J. Strain Ana. Eng. Design*, 46(7):581-591.
- [118] Jacques P. J. (2012) "Phase Transformations in Steels. Vol. 2: Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques", Cambridge, Woodhead Publishing.

Acta Microscopica Vol. 22, No. 4, 2013, pp. 328 - 365

- [119] Saito A., Takahashi S., Kamada Y., Kikuchi H. (2008) "Characterization of strain-induced martensite phase in austenitic stainless steel using a magnetic minor-loop scaling relation" *Appl. Phys. Lett.* 92(18):182508 - 182508-3.
- [120] Shen Y. F., Li X. X., Sun X., Wang Y. D., Zuo L. (2012) "Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel" *Mater. Sci. Eng.: A*, 552:514-522.
- [121] Gey N., Petit B., Humbert M. (2005) "Electron backscatter diffraction study of  $\varepsilon/\alpha$ "martensitic variants induced by plastic deformation in 304 stainless steel" *Met. Mater. Trans. A*, 36A(12):3291-3299.
- [122] Miao C.J., Zheng J.Y., Gao X.Z., Huang Z., Guo A.B., Ye D.Y., Ma L. (2013) "Investigation of lowcycle fatigue behavior of austenitic stainless steel for cold-stretched pressure vessels" *J. Zhejiang Univ. Sci. A (Appl. Phys. & Eng.)*, 14(1):31-37.
- [123] Gang Y., Chongxiang H., Shiding W., Zhefeng Z., (2009) "Strain-induced martensitic transformation in 304L austenitic stainless steel under ECAP deformation" *Acta Metall. Sin.* 45(8):906-911.
- [124] Xu Y., Zhang S., Song H., Cheng M., Zhang H.
  (2011) "The enhancement of transformation induced plasticity effect on austenitic stainless steels by cyclic tensile loading and unloading" *Mater. Lett.*, 65(11):1545-1547.
- [125] Akita M., Nakajima M., Uematsu Y., Tokaji K., Jung J.W. (2012) "Some factors exerting an influence on the coaxing effect of austenitic stainless steels" *Fatigue & Fracture Eng. Mater. & Struct.*, 35(12):1095-1104.
- [126] Emadoddin E., Akbarzadeh A., Petrov R., Zhao L., (2013) "Anisotropy of retained austenite stability during transformation to martensite in a TRIP-assisted steel" *Steel Res. Int.* 84(3):297-303.
- [127] Ziętek G., Mróz Z. (2011) "On the hardening rule for austenitic steels accounting for the strain induced martensitic transformation" *Int. J. Struct. Changes Sol. – Mech. Appl.* 3(3):21-34.

- [128] Torralba J.M., Navarro A., Campos M. (2013) "From the TRIP effect and queching & partitionng steels concepts to the development of new high-performance lean powder metallurgy steels" *Mater. Sci. Eng.: A.* 573:253-256.
- [129] Talonen J. (2007) "Effect of Strain-Induced a'-Martensite Transformation on Mechanical Properties of Metastable Austenitic Stainless Steels" PhD Thesis, Helsinki University of Technology, Helsinki, Finland.
- [130] Lagneborgj R. (1964) "The martensite transformation in 18% Cr–8% Ni steels" Acta Metall. 12(7): 823-843.
- [131] Manganon P.L., Thomas G. (1970) "Structure and properties of thermal– mechanically treated 304 stainless steel" *Met. Trans.* 1(6):1587-1591.
- [132] Breedis J.F., Kaufman L. (1971) "The formation of Hcp and Bcc phases in austenitic iron alloys" *Met. Trans.* 2(9):2359-2371.
- [133] Narutani T., Olson G.B., Cohen M. (1982) "Constitutive flow relations for austenitic steel during strain -induced martensitic transformation" *J. de Phys.* 43 (C4):429-434.
- [134] Lichtenfeld J.A., Mataya M.C., van Tyne C.J. (2006)
   "Effect of Strain Rate on Stress-Strain Behavior of Alloy 309 and 304L Austenitic Stainless Steel" *Met. Trans. A*, 37A(1):147-161.
- [135] Staudhammer K.P., Murr L.E. (1980) "The Effect of prior deformation on the residual microstructure of explosively deformed stainless steels" *Mater. Sci. Eng.* 44(1):97-113.
- [136] Ha J., Huh H., Song J.H., Lim J.H. (2013) "Prediction of failure characteristics of spot welds of DP and TRIP steels with an equivalent strength failure model" *Int. J Automotive Tech.* 14(1):67-78.
- [137] Galán J., Samek L., Verleysen P., Verbeken K., Houbaert Y. (2012) "Advanced high strength steels for automotive industry" *Rev. de Met.* 48(2):118-131.
- [138] Bain E. C. (1924) "The nature of martensite" Trans.

Acta Microscopica Vol. 22, No. 4, 2013, pp. 328 - 365

AIME, 70:25-46.

- [139] Wayman C. M. (1990) "The growth of martensite since E. C. Bain (1924) - some milestones" Mater. Sci. Forum, 56-58:1-32.
- [140] Wayman C.M., Bhadeshia H.K.D.H. (1996) "Physical Metallurgy", Amsterdam, Elsevier Science Publishers, pp. 1507-1554.
- [141] Weidner A., Berek H., Segel C., Aneziris C.G., Biermann H. (2013) "In situ tensile deformation of TRIP steel / Mg-PSZ composites" *Mater. Sci. Forum*, 738-739:77-81.
- [142] Marder A.R., Krauss G. (1967) "The morphology of martensite in iron-carbon alloys" *Trans. ASM*, 60:651-660.
- [143] Sandvik B., Wayman C. (1983) "Characteristics of lath martensite: Part I: Crystallographic and subssubstructural features" *Met. Mater. Trans. A*, 14A (4):809-822.
- [144] Maki T. (1990) "Microstructure and mechanical behaviour of ferrous martensite" *Mater. Sci. Forum*, 56-58:157-168.
- [145] Morito S., Huang X., Furuhara T., Maki T., Hansen N. (2006) "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels," *Acta Mater.* 54(19): 5323-5331.
- [146] Lomholt T.N. (2013) "Microstructure Evolution During Friction Stir Spot Welding of TRIP Steel" PhD Thesis, Technical University of Denmark, Kongens Lyngby, Denmark.
- [147] Weidner A., Biermann H. (2013) "Microstructure Evolution and phase transformation in a novel highalloyed TRIP steel observed during in-situ tensile and cyclic deformation" *Key Eng. Mater.* 465:350-353.