

REVISTA DE METALURGIA 50(4)

Octubre-Diciembre 2014, e031

ISSN-L: 0034-8570

doi: http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.031

# Propiedades mecánicas a tracción y mecanismos de endurecimiento de un acero TWIP a altas velocidades de deformación: relación de Hall-Petch

Fernando de las Cuevas<sup>a,∞</sup>, Alessandro Ferraiuolo<sup>b</sup>, L. Pentti Karjalainen<sup>c</sup>, Javier Gil Sevillano<sup>a</sup>

<sup>a</sup>CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra), M. Lardizábal 15, 20018 San Sebastián, España (Actualmente en GAMESA Corporación Tecnológica S.A., Pamplona, España)

<sup>b</sup>Centro Sviluppo Materiali (CSM), Via di Castel Romano 100, Roma, Italia

<sup>c</sup>OULU University, P.O.Box 8000, FI-90014, Oulu, Finlandia

Autor para correspondencia: fdelascuevas@gamesacorp.com

Enviado: 16 Abril 2014; Aceptado: 17 Octubre 2014; Publicado on-line: 9 Diciembre 2014

**RESUMEN:** Se ha estudiado la influencia de la velocidad de deformación y tamaño de grano en las propiedades mecánicas de un acero TWIP austenítico de composición 22% Mn, 0,6% C (% en masa). Para las velocidades de deformación de 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup> a temperatura ambiente, se ha observado un comportamiento cuasi-lineal en las curvas tensión-deformación, típico en estos materiales que deforman por maclaje. Se ha mostrado que a altas velocidades de deformación la región con tasa de endurecimiento constante observada en aceros TWIP disminuye notablemente. Además, se ha obtenido la relación de Hall-Petch para cada velocidad de deformación. La pendiente de Hall-Petch  $K_{HP}$  incrementa en función de la deformación en todos los casos. La dependencia de  $K_{HP}$  con la velocidad de deformación podría ser causada por el calentamiento adiabático.

PALABRAS CLAVE: Energía de defectos de apilamiento; Hall-Petch; Maclaje; Tasa de endurecimiento por deformación; TWIP

**Citation / Cómo citar este artículo:** de las Cuevas, F., Ferraiuolo, A., Karjalainen, L.P., Gil Sevillano, J. (2014) "Propiedades mecánicas a tracción y mecanismos de endurecimiento de un acero TWIP a altas velocidades de deformación: relación de Hall-Petch". *Rev. Metal.* 50(4): e031. doi: http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.031.

**ABSTRACT:** Tensile properties and strengthening mechanisms of a TWIP steel at high strain rate: Hall-Petch relationship. The influence of strain rate and grain size on the mechanical properties of a 22% Mn, 0.6% C (mass %) austenitic TWIP steel has been studied. A typical quasi-linear stress-strain behaviour of TWIP steels that deform by twinning has been observed at strain rates of  $9.4 \, \text{s}^{-1}$  and  $265 \, \text{s}^{-1}$  and room temperature. At high strain rates, the constant work - hardening rate region typically observed in TWIP steel clearly shortens. In addition, the Hall-Petch relationship has been obtained for each strain rate. The Hall-Petch slope  $K_{HP}$  increases as a function of strain in all cases. The dependence of the  $K_{HP}$  on the strain rate could be adiabatic heating.

KEYWORDS: Hall-Petch; Stacking fault energy; Twinning; TWIP; Work hardening rate

 $\textbf{Copyright:} © 2014 \ CSIC. \ This \ is \ an \ open-access \ article \ distributed \ under \ the \ terms \ of \ the \ Creative \ Commons \ Attribution-Non \ Commercial \ (by-nc) \ Spain \ 3.0 \ License.$ 

## 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años un objetivo prioritario de la industria del automóvil ha sido la reducción de la emisión de gases contaminantes a la atmósfera. Para

ello es esencial la disminución del peso del vehículo. La solución que está logrando mayor aceptación entre los fabricantes de automóviles consiste en mantener el acero como componente estructural de la carrocería, mediante el uso de nuevas calidades de acero que permitan obtener notables aumentos de resistencia mecánica, consiguiendo así la reducción del peso mediante el uso de secciones mucho más esbeltas (Galán *et al.*, 2012).

Los aceros de alta resistencia mecánica son conocidos desde el siglo pasado por el desarrollo de diferentes tipos de aceros aleados y microaleados. Sin embargo, este incremento de resistencia se acompaña de una disminución de la ductilidad y, por tanto, de la capacidad de conformado. Por otra parte, las dificultades en la soldadura de estos aceros impedían su uso en muchos componentes de la carrocería.

Un concepto diferente de aceros de ultra alta resistencia y excelente ductilidad son los aceros austeníticos con alto contenido en Mn. Aunque éstos fueron descubiertos por Hadfield (1883), todavía no se habían propuesto variantes conformables en frío para la industria del automóvil. Estudios sobre el comportamiento mecánico realizados en los aceros Hadfield mostraron que la microestructura austenítica se maclaba como respuesta de una deformación plástica (Karaman et al., 2000). Análogamente esto ocurría cuando este acero se aleaba con Al y Si. Grässel et al. (1997) y Grässel et al. (2000) observaron que el maclaje mecánico comenzaba a ser un mecanismo de deformación dominante cuando el contenido en Mn era de aproximadamente 25%, el de Al superaba el 3%, el Si estaba entre 2 y 3% y el acero tenía bajo contenido en C. Se obtuvieron para estas composiciones excelentes propiedades mecánicas: límites elásticos de unos 600 MPa, resistencia a tracción de 1100 MPa y una elongación cercana al 80%. Estos resultados fueron muy prometedores e hicieron de estos aceros unos candidatos idóneos para la industria del automóvil (Frommeyer y Grässel, 1998). Sin embargo, eran necesarias investigaciones más profundas de evaluación del proceso óptimo de su producción a nivel industrial.

Frommeyer y Grässel (1998) obtuvieron la patente de esta familia de aceros con excelentes propiedades mecánicas que denominaron aceros TWIP (Twinning Induced Plasticity), en castellano, plasticidad inducida por maclaje. Los aceros TWIP son aceros totalmente austeníticos estables a temperatura ambiente y tienen una composición típica de entre 15 y 30% de Mn con porcentajes de hasta 3% de Al y Si (Grassel et al., 1997; Grassel et al., 2000; Formmeyer et al., 2000). Para aquéllos en los que se requiera una mejora de la resistencia a la corrosión se les adiciona hasta 4% de Cr (Frommeyer y Grässel, 1998). Para explotar con eficacia el efecto TWIP, la composición de la aleación debe ser ajustada de manera que la energía de defectos de apilamiento (SFE) de la austenita sea baja, pero no tan baja como para promover transformación inducida por deformación, martensita ε, HCP ó α, BCC (Rodríguez et al., 1998). El intervalo de SFE donde se favorece el maclaje mecánico ha sido estudiado mediante

cálculos termodinámicos y confirmado por microscopía electrónica de transmisión (TEM). El rango óptimo de SFE es de 20 mJ m<sup>-2</sup>  $\leq SFE \leq 65$  mJ m<sup>-2</sup> (Frommeyer y Grässel, 1998).

La clave del comportamiento de los aceros TWIP está en la interacción del micromaclaje mecánico con el deslizamiento de dislocaciones. Las maclas de deformación en los aceros TWIP y otras aleaciones con estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC), poseen una forma bandeada de espesor casi constante sub-micrométrico o nanométrico. Nuclean en juntas de grano o juntas de macla previas y crecen atravesando los granos austeníticos hasta que son interrumpidas por otras juntas de alto ángulo (junta de grano u otra banda de macla) u otro tipo de obstáculos como precipitados o inclusiones. La proliferación de las maclas mecánicas determina la subdivisión progresiva de los granos austeníticos originales en finos dominios delimitados por juntas de maclas (que son juntas de fuerte desorientación, 60°), dando lugar a un proceso físico de endurecimiento por deformación que constituye un mecanismo de endurecimiento dinámico de Hall-Petch (Morris, 2010).

Gracias al maclaje mecánico, los aceros TWIP presentan un extraordinario endurecimiento por deformación, que permanece aproximadamente constante dentro del rango de deformación cubierto en el ensayo de tracción, que se extiende hasta deformaciones uniformes superiores al 50%. Esta propiedad física confiere al acero TWIP excelentes propiedades de ductilidad y tenacidad, apropiadas para la absorción de energía cinética por deformación plástica en las estructuras que protegen el habitáculo del automóvil. Estudios previos ya han demostrado que el acero TWIP exhibe una alta resistencia y excelente ductilidad a muy altas velocidades de deformación (Cornette et al., 2005; Ueji et al., 2007; Xiong et al., 2009). Por tanto, son propiedades mecánicas idóneas para partes del habitáculo del automóvil previstas para deformarse en los impactos accidentales. La gran capacidad de absorción de energía cinética durante la deformación plástica del acero TWIP en este caso es vital (Kim, T.W. y Kim, Y.G., 1993; Apóstol et al., 2003; Ding et al., 2006; Ueji et al., 2008).

A día de hoy, existen numerosas investigaciones sobre la estructura y comportamiento mecánico a bajas velocidades de deformación de los aceros TWIP. No obstante hay pocos estudios sistemáticos sobre estos aceros a altas velocidades de deformación. El presente trabajo pretende aportar un mayor conocimiento sobre el comportamiento mecánico de estos aceros a altas velocidades de deformación centrándose en los siguientes puntos:

a) Estudiar la dependencia de las propiedades mecánicas a tracción con el tamaño de grano de la microestructura austenítica a temperatura

- ambiente, con especial énfasis en la obtención de la relación de Hall-Petch.
- b) Investigar la sensibilidad a la velocidad de deformación a temperatura ambiente para 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup>, analizando los posibles mecanismos de deformación. Los resultados obtenidos se compararán con los estudios realizados a muy baja velocidad de deformación, 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> (de las Cuevas *et al.*, 2010a).

## 2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

# 2.1. Condiciones de recristalización y crecimiento de grano

En trabajos previos, se obtuvieron las condiciones de recristalización y crecimiento de grano de la microestructura austenítica de chapas de acero TWIP laminadas en frío tras laminación en caliente, con una composición de 22% Mn, 0,6% C y 2,5 mm de espesor. Se obtuvieron chapas con textura cristalográfica aleatoria, y grano austenítico recristalizado equiáxico en el intervalo de 1,5  $\mu$ m  $\leq D$  <50  $\mu$ m (de las Cuevas *et al.*, 2010b).

#### 2.2. Ensayos de tracción y tamaño de grano

Para investigar la dependencia de las propiedades mecánicas con el tamaño de grano de la microestructura austenítica, se llevaron a cabo ensayos de tracción a temperatura ambiente. Se mecanizaron probetas con la geometría de la norma ASTM EO8M-04 (2008) (tamaño reducido, 6 mm de anchura, 32 mm de longitud de calibración), mediante EDM (electroerosión) después de someterlas al tratamiento de recocido para obtener diferentes tamaños de grano austenítico:  $1.5 \pm 0.02 \,\mu\text{m}$ ,  $12.2 \pm 0.28 \,\mu\text{m}$  y  $40.7 \pm 0.80 \,\mu\text{m}$ . El tamaño de grano se determinó mediante análisis de imágenes de orientaciones cristalográficas de electrones retrodispersados, recogidas en un microscopio electrónico de barrido, SEM (Scanning Electron Microscopy) de marca comercial Philips XL30 CP provisto con un módulo TSL-OIM ® para el empleo de la técnica de microscopía OIM-EBSP (Orientation Imaging Microscopy - Electron Back-Scattered Patterns). Se utilizó el criterio de definición de junta de grano a partir de una desorientación mínima de 12°. Las juntas de macla de recristalización  $\Sigma 3$ , que son juntas de alto ángulo, fueron tomadas en cuenta para el cálculo del tamaño de grano (D) usando el método de longitud media interceptada (su efecto endurecedor es similar, en las aleaciones FCC, al de otras juntas de fuerte desorientación) y el error de la medida fue calculado empleando metalografía cuantitativa (Sellars y Higginson, 2003).

Los ensayos de tracción se realizaron a temperatura ambiente a las velocidades de deformación de  $9.4~\text{s}^{-1}$  y  $265~\text{s}^{-1}$ . Los ensayos de tracción se duplicaron para tamaños de grano de  $1.5\pm0.02~\mu m$  y

 $40.7\pm0.80~\mu m$  a la velocidad de deformación de  $9.4~s^{-1}$ , y tamaño de grano de  $12.2\pm0.28~\mu m$  a la velocidad de deformación de  $265~s^{-1}$ . Se empleó una máquina servo-hidráulica de tracción de alta velocidad MTS. No se utilizó extensometría. Las deformaciones se han calculado utilizando una longitud inicial efectiva de la probeta ajustada a partir de la sección final deformada medida tras los ensayos.

#### 3. RESULTADOS

## 3.1. Ensayos de tracción cuasiestáticos: $10^{-3}$ s<sup>-1</sup>

En un trabajo previo se estudió la dependencia del tamaño de grano con las propiedades mecánicas a tracción del acero TWIP de composición 22% Mn, 0,6% C (de las Cuevas et al., 2010a). Se observó experimentalmente que la pendiente de endurecimiento es ligeramente mayor para tamaños de grano fino que para tamaños grandes. Para analizar este fenómeno, se realizó un estudio más profundo utilizando la representación K-M (Kocks y Mecking, 2003), que enfrenta el endurecimiento por deformación,  $\Theta = d\sigma/d\epsilon$ , con la tensión de flujo plástico,  $(\overline{\sigma}_{\varepsilon})$  (Fig. 1). Esta última depende de la estructura actual del material. En una aleación que se deforma exclusivamente por deslizamiento de dislocaciones,  $(\overline{\sigma}_{\varepsilon})$  es proporcional a la raíz cuadrada de la densidad total de dislocaciones,  $\rho$ , (Ec. 1), (Taylor, 1938), donde  $\alpha$  es un factor numérico que caracteriza la interacción dislocación-dislocación, M es el factor de Taylor,  $\mu$  es el módulo de cortadura y b es el vector de Burgers. Para este caso, aunque la dependencia estructural de la tensión de flujo plástico es más compleja, la representación de K-M también permite diferenciar distintos estadios de deformación que se dan en el acero TWIP. Considerando que el maclaje mecánico se asocia a un endurecimiento cuasiconstante, se suele distinguir una fase inicial previa a la activación del maclaje y una fase final de endurecimiento decreciente que se supone asociada al agotamiento progresivo de ese mecanismo (Gil Sevillano et al., 1980; Christian y Laghlin, 1988; Christian y Mahajan, 1995).

$$(\sigma_{\varepsilon})_{\rho} = \alpha M \mu b \sqrt{\rho} \tag{1}$$

De la Figura 1 se concluye que para todos los tamaños de grano existe un comportamiento plástico bastante similar, con una dependencia no muy importante del tamaño de grano,  $0.03 < \Theta/G < 0.04$ , siendo  $\Theta = d\sigma/d\epsilon$ , y G = 81 GPa. Con la representación K-M se distinguen tres zonas en el endurecimiento del material:

- a) Transición elastoplástica abrupta inicial.
- b) Tasa de endurecimiento por deformación cuasiconstante: etapa de TWINNING (Maclaje), efecto de Hall-Petch dinámico.

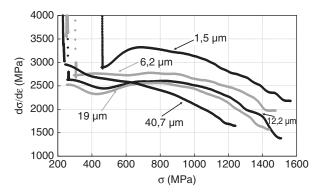


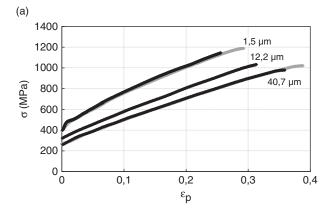
FIGURA 1. Tasa de endurecimiento por deformación frente a la tensión verdadera de flujo plástico del acero TWIP con composición 22% Mn, 0,6% C. Ensayos de tracción duplicados a temperatura ambiente y  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> para grano equiáxico con tamaños en el intervalo de 1,5 µm  $\leq$ *D*  $\leq$ 50 µm.

c) Etapa final con decremento de la tasa de endurecimiento por deformación: proceso dominado por el ablandamiento asociado a la aniquilación dinámica de dislocaciones, (Restauración Dinámica).

# 3.2. Ensayos de tracción a alta velocidad de deformación: 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup>

En la Figura 2, se muestran los ensayos de tracción para los tres tamaños de grano y las dos velocidades de deformación, 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup>, representando la tensión verdadera  $\sigma$  frente a la deformación plástica verdadera  $\varepsilon_p$ , es decir se ha eliminado la contribución elástica en las curvas. Como se puede observar, en la Figura 2a, donde la velocidad de deformación es 9,4 s<sup>-1</sup>, las curvas describen un comportamiento plástico cuasi-lineal durante todo el rango de deformaciones, típico de los materiales que deforman principalmente por maclaje mecánico o tienen una muy baja energía de defectos de apilamiento. Sin embargo, en la Figura 2b, donde la velocidad incrementa hasta 265 s<sup>-1</sup>, el comportamiento cuasi-lineal sólo se observa hasta aproximadamente un 8% de deformación plástica. A partir de esa deformación, disminuye la velocidad de endurecimiento dando lugar a una transición de estadio de deformación.

Para poder observar esta transición se ha empleado la representación K-M en la Figura 3. En ésta se muestra un efecto notable de la velocidad de deformación sobre la tasa de endurecimiento por deformación plástica  $\Theta = d\sigma/d\epsilon_P$ , que pasa de entre 2 GPa - 3 GPa a la velocidad de deformación de 9,4 s<sup>-1</sup> (Fig. 3a), similar al endurecimiento observado en los ensayos cuasiestáticos (de las Cuevas *et al.*, 2010a), hasta aproximadamente 5 GPa en los ensayos a 265 s<sup>-1</sup> representado en la Figura 3b. Del mismo modo, el efecto del incremento de la velocidad de deformación es muy apreciable en el incremento del límite elástico acompañado de un decremento de la ductilidad.



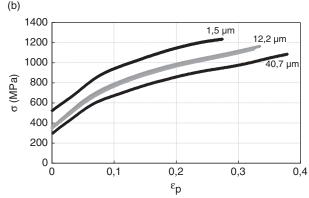


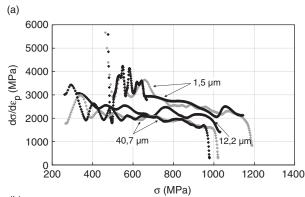
FIGURA 2. Tensión verdadera frente a deformación plástica verdadera a temperatura ambiente: a)  $9,4 \, \text{s}^{-1}$ ; b)  $261 \, \text{s}^{-1}$ . Ensayos de tracción duplicados para el acero TWIP de composición 22% Mn, 0,6% C y tamaños de grano equiáxico en el intervalo de  $1,5 \, \mu\text{m} \le D < 50 \, \mu\text{m}$ : a) para tamaños de grano  $1,5 \pm 0,02 \, \mu\text{m}$  y  $40,7 \pm 0,80 \, \mu\text{m}$ ; b) para un tamaño de grano de  $12,2 \pm 0,28 \, \mu\text{m}$ .

En la Tabla 1, se recogen los valores de tamaño de grano (D), límite elástico convencional (( $\sigma_y$ ) = y = 0,2%), tensión máxima ( $\sigma_u$ ), elongación máxima, ( $\varepsilon_u$ ), pendiente de endurecimiento para una deformación verdadera plástica de 0,1 [( $d\sigma/d\varepsilon_p$ ) ( $\varepsilon_p$  = 0,1)] y alargamiento a rotura (A%), de los ensayos de tracción realizados a temperatura ambiente a las velocidades de deformación de 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup>.

Con las medidas obtenidas de tamaño de grano y límite elástico, podemos obtener la ecuación de Hall-Petch, Ecuación (2), (Petch, 1953; Petch, 1954) a estas velocidades de deformación, para compararla con la obtenida de los ensayos cuasiestáticos  $(10^{-3} \text{ s}^{-1})$  realizados en el trabajo anterior (de las Cuevas *et al.*, 2010a). En la Ecuación (2), el primer factor  $(\overline{\sigma}_{\varepsilon})_0$  es la tensión de fluencia para tamaño de grano extrapolado a infinito y  $(K_{HP})_{\varepsilon}$ , es un factor empírico dependiente de la deformación denominado pendiente de Hall-Petch.

$$\overline{\sigma}_{\varepsilon} = (\overline{\sigma}_{\varepsilon})_0 + (K_{HP})_{\varepsilon} D^{-1/2}$$
(2)

En la Figura 4 se representa la tensión de fluencia  $(\overline{\sigma}_{\varepsilon})$  o límite elástico  $(\overline{\sigma}_{y})$  frente a la inversa de



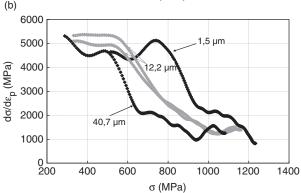


FIGURA 3. Tasa de endurecimiento por deformación plástica frente a la tensión verdadera de flujo plástico del acero TWIP con composición 22% Mn, 0,6% C. Ensayos de tracción a temperatura ambiente para grano equiáxico con tamaños en el intervalo de 1,5 µm  $\leq$  D<50 µm: a) 9,4  $s^{-1}$ ; b)  $265 s^{-1}$ . Ensayos de tracción duplicados: a) para tamaños de grano de  $1,5\pm0,02$  µm y  $40,7\pm0,80$  µm; b) para tamaño de grano de  $12,2\pm0,28$  µm.

la raíz cuadrada del tamaño de grano,  $D^{-1/2}$ , para 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup>. En la Figura 4a,  $(K_{HP})_{\varepsilon}$  incrementa significativamente con la deformación, desde 200 MPa m<sup>1/2</sup> para el límite elástico convencional hasta 462 MPa m<sup>1/2</sup> para una deformación plástica uniforme de 0,25. Normalizando la pendiente por el producto de Gb<sup>1/2</sup> (con módulo de vector de Burgers, b=0,258 nm, y módulo de cortadura, G=81 GPa) se obtiene la siguiente relación para una velocidad de deformación de 9,4 s<sup>-1</sup>: 0,15 $\leq$ ( $K_{HP}$ ) $_{\varepsilon}$ / $G\sqrt{b}$  $\leq$ 0,36. Así mismo, en la Figura 4b donde la velocidad de deformación es 265 s<sup>-1</sup>, se obtiene la siguiente relación para la misma deformación plástica uniforme:  $0,25\leq$ ( $K_{HP}$ ) $_{\varepsilon}$ / $G\sqrt{b}$  $\leq$ 0,29.

## 4. DISCUSIÓN

#### 4.1. Pendiente de endurecimiento

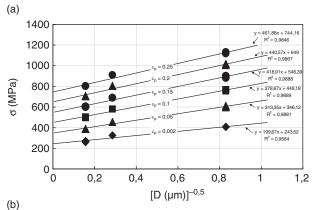
Teniendo en cuenta el tamaño de grano, la pendiente de endurecimiento para el tamaño de grano fino,  $1.5\pm0.02~\mu m$  es ligeramente mayor que aquélla correspondiente al tamaño grande,  $40.7\pm0.80~\mu m$ , (de las Cuevas *et al.*, 2010a). La fuerte pendiente

TABLA 1. Parámetros de los ensayos de tracción a temperatura ambiente para velocidades de deformación de  $9.4 \text{ s}^{-1} \text{ y } 265 \text{ s}^{-1}$  para grano equiáxico en el intervalo de  $1.5 \text{ µm} \le D < 50 \text{ µm}$  del acero TWIP 22% Mn, 0.6% C: Límite elástico a 0.2% de deformación plástica  $(\sigma_y)$ , tensión verdadera máxima de fluencia  $(\sigma_u)$ , deformación máxima uniforme  $(\varepsilon_u)$ , tasa de endurecimiento por deformación plástica a  $0.1 \text{ [d}\sigma/d\varepsilon_p]$   $(\varepsilon_p=0.1)$  y alargamiento a rotura (A%)

dɛ/dt (s <sup>-1</sup> )	D (μm)	σ <sub>y</sub> (MPa)	σ <sub>u</sub> (MPa)	$\mathcal{E}_{\mathbf{u}}$	$ \begin{array}{c} [(d\sigma/d\epsilon_p) \\ (\epsilon_p = 0,1)] \\ (MPa) \end{array} $	A%
9,4	$1,5 \pm 0,02$	407	1189	0,29	2757	40,3
		407	1144	0,25	2760	35,3
	$12,2 \pm 0,28$	325	1031	0,31	2467	47,5
	$40,7 \pm 0,80$	270	1021	0,39	2198	52,5
		260	978	0,36	2337	51,7
265	$1,5 \pm 0,02$	530	1234	0,27	2413	45,2
	$12,2 \pm 0,28$	365	1148	0,32	2555	53,3
		356	1120	0,32	2703	56,7
	$40,7 \pm 0,80$	300	1076	0,37	2078	62,5

de endurecimiento de las curvas de tracción verdaderas para tamaños de grano fino de aceros TWIP así como su baja fracción en volumen de maclas mecánicas, ha sido puesta de manifiesto por otros autores (Bouaziz et al., 2008; Ueji et al., 2008). Esto dificulta la explicación del excelente endurecimiento por deformación basándose únicamente en el efecto Hall-Petch. De la misma forma, otro tipo de aleaciones de estructura FCC de baja energía de defectos de apilamiento, SFE, presentan un comportamiento plástico cuasi-lineal, similar al del acero TWIP y con una pendiente de endurecimiento  $\overline{\Theta} = \frac{\partial \overline{\sigma}}{\partial \overline{e}} \cong \frac{G}{30}$ , pero no presentan maclas mecánicas en su microestructura deformada. Unas posibles explicaciones a este puzzle podrían ser:

a) El modelo de "endurecimiento composite" para los aceros TWIP (Bouaziz et al., 2008; Gil Sevillano y de las Cuevas, 2012). En estos modelos se consideran dos componentes para el endurecimiento. El primero es el endurecimiento dinámico de Hall Petch debido a la disminución del camino libre medio de las dislocaciones en la matriz por las maclas mecánicas del orden de espesores de ~100 nm. El segundo es el endurecimiento de la matriz por el incremento de la densidad de dislocaciones con la deformación plástica. Las tensiones internas producidas en la microestructura en el proceso de deformación, podrían ser mayores para tamaños de grano fino que para tamaños mayores reflejándose en la tasa de endurecimiento por deformación. Para confirmar esto serían necesarios ensayos



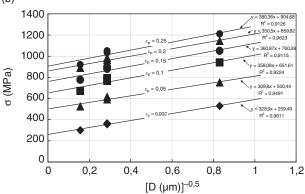


FIGURA 4. Relación de Hall-Petch para la velocidad de deformación de: a)  $9.4~{\rm s}^{-1}$ ; b)  $265~{\rm s}^{-1}$ . Tensión verdadera de flujo plástico frente a la inversa de la raíz cuadrada del tamaño de grano. Ensayos de tracción a temperatura ambiente. Ensayos duplicados: a) para tamaños de grano de  $1.5\pm0.02~{\rm \mu m}$  y  $40.7\pm0.80~{\rm \mu m}$ ; b) para tamaño de grano de  $12.2\pm0.28~{\rm \mu m}$ . Acero TWIP de composición  $22\%~{\rm Mn}$ ,  $0.6\%~{\rm C}$ .

de difracción de neutrones *in situ*, y análisis cuantitativos de la fracción de volumen de maclas mecánicas en función de la deformación plástica y tamaño de grano.

b) La influencia del tamaño de grano en la energía de defectos de apilamiento *SFE* (Wang *et al.*, 2009; Zhao *et al.*, 2007). Podría ocurrir que las microestructuras con tamaño de grano fino aumenten esa energía, provocando un maclaje menos intenso. Sin embargo, esto no explicaría los valores tan altos de pendiente de endurecimiento que se alcanza en los aceros TWIP.

# 4.2. Efecto de la velocidad de deformación en el maclaje mecánico y deslizamiento

El comportamiento mecánico de la mayoría de los metales y aleaciones depende de la temperatura y de la velocidad de deformación. Usualmente, la resistencia del material aumenta al incrementar la velocidad de deformación y también cuando disminuye la temperatura. En los aceros TWIP esta dependencia es compleja porque en su deformación intervienen simultáneamente el deslizamiento de dislocaciones y el maclaje mecánico.

En plasticidad, el movimiento de dislocaciones es un proceso térmicamente activado, donde la probabilidad de que un frente de dislocación supere un obstáculo depende de la energía de activación térmica. Cuando la velocidad de deformación es baja, 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, el deslizamiento de dislocaciones es muy probable, por lo que el maclaje mecánico no es el único mecanismo de deformación que tiene lugar. Sin embargo, para velocidades de deformación más altas, como este caso, 9,4 s<sup>-1</sup> y 265 s<sup>-1</sup>, el deslizamiento, a medida que progresa la deformación, se hace cada vez más difícil porque la probabilidad de que un frente de dislocación supere un obstáculo es menor. Esto se debe a que hay muy poco tiempo para rebasar la barrera con ayuda de la activación térmica. Por tanto, a velocidades de deformación elevadas, se producirá una densidad muy alta de maclas mecánicas en la microestructura a una temperatura determinada de ensayo. La tensión macroscópica necesaria para que se produzca el maclaje no está tan afectada por la temperatura y la velocidad de deformación como lo está el deslizamiento de dislocaciones (Christian y Mahajan, 1995; Meyers et al., 2001).

# 4.3. Efecto del calentamiento adiabático en el estadio de deformación cuasiconstante

Además de todos estos fenómenos, se ha de tener en cuenta que a altas velocidades de deformación entra en juego el calentamiento adiabático observado también en otros aceros de alta resistencia en ensayos a alta velocidad de deformación (Galán et al., 2012). Este proceso incrementa significativamente la temperatura de la probeta durante el ensayo elevando la energía de defectos de apilamiento (SFE) de la austenita, dando lugar a una disminución de la resistencia del material al deslizamiento de dislocaciones. Esto se traduce en un cambio de estadio de deformación del endurecimiento cuasiconstante, debido al maclaje, hacia la supresión del maclaje y dominio de la restauración dinámica, acompañada de una tasa de endurecimiento decreciente (Kocks y Mecking, 2003).

Para probar esta hipótesis que conlleva un efecto no intrínseco del material produciendo una disminución de su resistencia, recientemente se ha realizado una modelización del comportamiento mecánico a tracción en el intervalo de velocidades de deformación 100 s<sup>-1</sup>≤ €≤400 s<sup>-1</sup> en un acero TWIP de composición 23,70% Mn, 2,30% Si, 2,74% Al, 0,01% C (Xu *et al.*, 2013). Se empleó el modelo computacional de Johnson and Cook (J-C) para la tensión de fluencia que incluye las contribuciones de endurecimiento por deformación, sensibilidad a la velocidad de deformación y la dependencia con la temperatura (Johnson y Cook, 1983). El cálculo de

la energía de calentamiento,  $\Delta Q$  (Ec. 3), y del incremento de la temperatura,  $\Delta T$  (Ec. 4), de las probetas en los ensayos de tracción se estimaron analíticamente integrando las áreas bajo las curvas tensión deformación (Curtze y Kuokkala, 2010).

$$\Delta Q = \beta \cdot \int_{\varepsilon_y}^{\varepsilon_f} \sigma \, d\varepsilon \tag{3}$$

$$\Delta T = \frac{\Delta Q}{\rho \cdot C_p} \tag{4}$$

 $C_P$  es la capacidad calorífica del acero TWIP (0,46 kJ kg<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>),  $\rho$  es la densidad del acero (7,8 g cm<sup>-3</sup>),  $\beta$  es un factor de conversión (0,9) y  $\varepsilon_y$  es la deformación correspondiente al límite elástico del material  $\sigma_y$  (0,02%). Aplicando este criterio, se estimó que  $\Delta T$  = 110 K y se compararon los parámetros del modelo J-C con los datos experimentales. Finalmente, se concluye que la dependencia de la tensión de fluencia con la temperatura debe ser considerada como proceso adiabático asociado a la disminución de resistencia en el material en el modelo J-C (Xu *et al.*, 2013).

# 4.4. Influencia de la velocidad de deformación en la relación de Hall-Petch

En la Figura 5 se representan las pendientes  $(K_{HP})_{\varepsilon}$  frente a la deformación plástica,  $\varepsilon_p$ , para las tres velocidades de deformación estudiadas. Se observa una pequeña influencia de la velocidad de deformación en la pendiente  $(K_{HP})_{\varepsilon}$  aunque la tensión de fluencia sea mayor para velocidades altas. Esto se debe a que el debilitamiento de Hall-Petch es compensado aproximadamente por el aumento de la resistencia para la misma deformación plástica. La desviación de  $(K_{HP})_{\varepsilon}$  para ensayos a velocidades altas ocurre

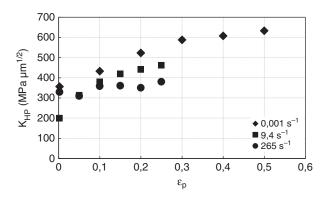


FIGURA 5. Pendiente de Hall-Petch,  $(K_{HP})_{\rm E}$  frente a la deformación plástica verdadera  $(\epsilon_p)$  para velocidades de deformación  $10^{-3}$  s $^{-1}$ , 9,4 s $^{-1}$  y 265 s $^{-1}$ . Acero TWIP de composición 22% Mn, 0,6% C.

para la misma deformación, entre 0,05 y 0,1, que marca la transición entre los dos estadios de endurecimiento: de MACLAJE+DESLIZAMIENTO a DESLIZAMIENTO, descrito en particular en las curvas tensión-deformación de los ensayos a 265 s<sup>-1</sup> (Fig. 2b).

#### 5. CONCLUSIONES

Tanto el límite elástico  $(\overline{\sigma}_y)$  como la tensión de fluencia para un valor constante de deformación plástica  $(\overline{\sigma}_{\varepsilon})$ , están relacionados con el tamaño de grano mediante la relación fenomenológica de Hall-Petch para velocidades de deformación a tracción que cubren un intervalo de cinco órdenes de magnitud, de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> a 265 s<sup>-1</sup>.

El efecto combinado de "endurecimiento composite", donde la contribución a la deformación plástica de las finas maclas de espesor ~100 nm y del aumento de la densidad de dislocaciones en la matriz, puede generar tensiones internas que expliquen la alta tasa de endurecimiento que alcanzan las microestructuras de grano fino en el acero TWIP

La posible influencia del tamaño de grano en la energía de defectos de apilamiento *SFE*, podría explicar la baja densidad en volumen de maclas mecánicas observada en microestructuras deformadas de grano fino. Sin embargo, no explicaría la alta tasa de endurecimiento que se alcanza en el acero TWIP.

El aumento de la velocidad de deformación en las propiedades mecánicas consiste en un incremento del límite elástico  $(\overline{\sigma}_y)$  de la pendiente inicial de endurecimiento del material,  $\Theta = d\sigma/d\epsilon_P$ . No obstante, conlleva una disminución de la ductilidad. A 265 s<sup>-1</sup>, el comportamiento tipo "TWIP" desaparece tras una deformación moderada, menor que el 10%. Es posible que se trate de un efecto no intrínseco, provocado por calentamiento adiabático.

La pequeña influencia de la velocidad de deformación en la pendiente de Hall-Petch,  $(K_{HP})_{\varepsilon}$ , puede también deberse al calentamiento adiabático.

## **AGRADECIMIENTOS**

El acero TWIP para este estudio se fabricó en el CSM durante la realización del proyecto RFSR-CT-2005-00030 financiado por el Programa de Investigación del Fondo de Investigación del Carbón y del Acero (MAT2005-23927-E).

Agradecimientos al investigador D.J. Badiola (CEIT y TECNUN, Universidad de Navarra) por su excelente soporte técnico-científico. Además, agradecer especialmente a los profesores A. Córcoles y E. Bru la ayuda otorgada en esta materia en sus primeros estadios. Finalmente, agradecer profundamente el apoyo a C. Cardona y J. de las Cuevas.

#### REFERENCIAS

- Apóstol, M., Vuoristo, T., Kuokkala, V.-T. (2003). High Temperature High Strain Rate Testing with a compressive SHPB. J. Phys. France IV 110, 459–464. http://dx.doi.org/10.1051/jp4:20020736.
- ASTM EOM-04 (2008). Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.
- Bouaziz, O., Allain, S., Scott, C. (2008). Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Mater.* 58 (6), 484–487. http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.10.050.
- induced plasticity steels. Scripta Mater. 28 (6), 484–487. http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.10.050. Christian, J.W., Laughlin, D.E. (1988). Overview no. 67 The deformation twinning of superlattice structures derived from disordered B.C.C. or F.C.C. solid solutions. Acta Metall. 36 (7), 1617–1642. http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(88)90230-1.
- Christian, J.W., Mahajan, S. (1995). Deformation twinning. *Prog. Mater. Sci.* 39 (1–2), 1–157. http://dx.doi.org/10.1016/0079-6425(94)00007-7.
- Org/10.1016/00/9-0423(94)00007-7.

  Cornette, D., Cugy, P., Hildenbrand, A., Bouzekri, M., Lovato, G. (2005). Ultra high strength FeMn TWIP steels for automotive safety parts. *Rev. Metall-Paris CIT* 102 (12), 905–918. http://dx.doi.org/10.1051/metal:2005151

  Curtze, S., Kuokkala, V.-T. (2010). Effects of temperature and
- Curtze, S., Kuokkala, V.-T. (2010). Effects of temperature and strain rate on the tensile properties of twip steels. *Revista Matéria* 15 (2), 157–163. http://dx.doi.org/10.1590/S1517-70762010000200011.
- De las Cuevas, F., Reis, M., Ferraiuolo, A., Pratolongo, G., Karjalainen, L.P., Alkorta, J., Gil Sevillano, J. (2010a). Hall-Petch relationship of a TWIP steel. *Key Eng. Mater*. 423, 147–152. http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.423.147.
- De las Cuevas, F., Reis, M., Ferraiuolo, A., Pratolongo, G., Karjalainen, L.P., García Navas, V., Gil Sevillano, J. (2010b). Kinetics of recrystallization and grain growth of cold rolled TWIP steel. Adv. Mater. Res. 89–91, 153–158. http://dx.doi. org/10.4028/www.scientific.net/AMR.89-91.153.
- Ding, H., Tang, Z., Li, W., Wang, M., Song, D. (2006). Microstructures and Mechanical Properties of Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP Steels. J. Iron Steel Res. Int. 13 (6), 66–70. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S1006-706X(06)60113-1
- DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S1006-706X(06)60113-1. Frommeyer, G., Drewes, E.J., Engl, B. (2000). Physical and mechanical properties of iron-aluminium-(Mn, Si) lightweight steels. *Rev. Metall-Paris* 97 (10), 1245–1253. http://dx.doi.org/10.1051/metal:2000110.
- Frommeyer, G., Grassel, O. (1998). Light constructional steel and the use thereof. Patente PCT/EP98/04044. WO 99/01585 A1.
- Galán, J., Samek, L., Verleysen, P., Verbeken, K., Houbaert, Y. (2012). Advanced high strength steels for automotive industry. *Rev. Metal.* 48 (2), 118–131. http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.1158.
- Gil Sevillano, J., de las Cuevas, F. (2012). Internal stresses and the mechanism of work hardening in twinning-induced plasticity steels. *Scripta Mater*. 66 (12), 978–981. http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.02.019.
- Gil Sevillano, J., Van Houtte, P., Aernoudt, E. (1980). Large strain work hardening and textures. *Prog. Mater. Sci.* 25 (2–4), 69–134. http://dx.doi.org/10.1016/0079-6425(80)90001-8.
- Grässel, O., Frommeyer, G., Derder, D., Hofmann, H. (1997). Phase transformation and mechanical properties of Fe-Mn-Si-AlTRIP-steels. J. Phys. IV France 7, C5.383–C5.388. http://dx.doi.org/10.1051/jp4:1997560.
- Grässel, O., Krüger, L., Frommeyer, G., Meyer, L.W. (2000). High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels developmentproperties-application. *Int. J. Plasticity*. 16 (10–11). 1391– 1409. http://dx.doi.org/10.1016/S0749-6419(00)00015-2.

- Hadfield, R.A. (1883). *High manganese steel*. British Patent, N° 200/1883.
- Johnson, G.R., Cook, W.H. (1983). A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and hightemperatures. *Proceedings of the Seventh Symposium on Ballistics*. The Hague, The Netherlands, pp. 541–547
- Karaman, I., Sehitoglu, H., Gall, K., Chumlyakov, Y.I., Mayer, H.J. (2000). Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip. *Acta Mater*. 48 (6), 1345–1359. http:// dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00383-3.
- Kim, T.W., Kim, Y.G. (1993). Properties of austenitic Fe-25Mn-1Al-0.3C alloy for automotive structural applications. *Mater. Sci. Eng. A* 160 (2), 13–15. http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093(93)90463-O.
- Kocks, U.F., Mecking, H. (2003). Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Prog. Mater. Sci.* 48, 171–273. PII: S0079-6425(02)00003-8.
- Meyers, M.A., Vöhringer, O., Lubarda, V.A. (2001). The Onset of Twinning in Metals: A constitutive description. *Acta Mater.* 49 (19), 4025–4039. http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00300-7.
- Morris, D.G. (2010). The origins of strengthening in nanostructured metals and alloys. *Rev. Metal.* 46 (2), 173–186. http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.1008.
- Petch, N.J. (1953). The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst.* 174, 25–28.
- Petch, N.J. (1954). The fracture of metals. *Prog. Metal Phys.* 5, 1–52.
- Rodríguez, R.F., Jiménez, J.A., Adeva, P., Bohórquez, A., Pérez, G.A., Fernández, B.J., Chao, J. (1998). Propiedades mecánicas y mecanismos de deformación en aleaciones del sistema Fe-xMn-3.2Al-0.2C (12≤x≤43). *Rev. Metal.* 34, 362–366. http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.1998.v34. iExtra.772.
- Sellars, C.M., Higginson, R.L. (2003). Worked Examples in Quantitative Metallography. Ed. Maney Publishing, Cambridge MA, USA.
- Taylor, G.I. (1938). Plastic Strain in Metals. *J. Inst. Met.*, 62, 307–324.
- Ueji, R., Harada, K., Tsuchida, N., Kunishige, K. (2007). High Speed Deformation of Ultrafine Grained TWIP Steel. *Mater. Sci. Forum* 561–565, 107–110. http://dx.doi. org/10.4028/www.scientific.net/MSF.561-565.107.
- Ueji, R., Tsuchida, N., Terada, D., Tsuji, N., Tanaka, Y., Takemura, A., Kunishige, K. (2008). Tensile properties and twinning behavior of high manganese austenitic steel with fine-grained structure. Scripta Mater. 59 (9), 963–966. http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.06.050.
  Wang, Z.W., Wang, Y.B., Liao, X.Z., Zhao, Y.H., Lavernia, E.J.,
- Wang, Z.W., Wang, Y.B., Liao, X.Z., Zhao, Y.H., Lavernia, E.J., Zhu, Y.T. (2009). Influence of stacking fault energy on deformation mechanism and dislocation storage capacity in ultrafine-grained materials. *Scripta Mater*. 60 (1), 52–55. http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.08.032.
- Xiong, R.-G., Fu, R.-Y., Su, Y., Li, Q., Wei, X.-C., Li, L. (2009). Tensile Properties of TWIP Steel at High Strain Rate. *J. Iron Steel Res. Int.* 16 (1), 81–86,21. http://dx.doi.org/10.1016/S1006-706X(09)60015-7.
- Xu, S., Ruan, D., Beynon, J.H., Rong, Y. (2013). Dynamic tensile behaviour of TWIP steel under intermediate strain rate loading. *Mater. Sci. Eng. A* 573, 132–140. http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.02.062.
- Zhao, Y.H., Zhu, Y.T., Liao, X.Z., Horita, Z., Langdon, T.G. (2007). Influence of stacking fault energy on the minimum grain size achieved in severe plastic deformation. *Mater. Sci. Eng. A* 463 (1–2), 22–26. http://dx.doi.org/10.1016/j. msea.2006.08.119.