

FIA 2020/22

XII CONGRESSO/CONGRESO IBEROAMERICANO DE ACÚSTICA
XXIX ENCONTRO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ACÚSTICA - SOBRAC

Florianópolis, SC, Brasil

Monitorización in-situ del mecanismo de deformación plástica durante la deformación de acero 304L mediante ultrasonidos

Salinas-Barrera, V.¹; Aguilar, C.²; Gonzalez, J.³; Lund, F.³; Mujica, N.³

¹ Instituto de ciencias químicas aplicadas, Universidad Autónoma de Chile, Santiago, Chile, vicente.salinas@uautonoma.cl

² Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, Universidad Santa María, Valparaíso, Chile, claudio.aguilar@usm.cl

³ Facultad de ciencias físicas y matemáticas, Universidad de Chile, Santiago, Chile, flund@dfi.uchile.cl, nmujica@dfi.uchile.cl

Resumen

En el presente trabajo los mecanismos de deformación plástica en función de la tensión aplicada se monitoriza in situ, de forma continua, en probetas de acero 304L bajo ensayo de tensión estándar. En un primer experimento, se miden simultáneamente las velocidades de ondas, la deformación y el espesor de la muestra. Las mediciones coinciden con las predicciones teóricas que relacionan la velocidad de las ondas acústicas y la densidad de dislocación. Los datos resultantes de la densidad de dislocaciones en función de la tensión en la región plástica obedecen a la regla de Taylor, y las mediciones simultáneas de la velocidad y la tensión aplicada permiten determinar los dos parámetros que aparecen en dicha regla. Se realizan mediciones de difracción de rayos X (XRD), y se lleva a cabo un análisis de Croussard-Jaoul (CJ) para la curva tensión-deformación. Ambos sugieren la presencia de un número creciente de maclas a altas deformaciones. En un segundo experimento se realizan tres ciclos consecutivos de tensión y relajación para una misma muestra de acero. El comportamiento plástico en el primer y tercer ciclo es similar al del primer experimento: Hay un aumento de la densidad de dislocación, determinado a través del cambio en las ondas de cizallamiento. El comportamiento del material durante el segundo ciclo es notablemente diferente, con un aumento de la velocidad de las ondas de corte. Utilizando la teoría clásica del comportamiento de las ondas elásticas en los policristales, se encuentra que este cambio es consistente con una disminución del tamaño del grano debido a la proliferación de maclas. En este trabajo se logra caracterizar mediante ensayos no destructivos los dos mecanismos de deformación plástica de acero 304L, proliferación de dislocaciones y formación de maclas.

Palabras claves: Acero 304L, dislocaciones, NDT, ultrasonido, maclado.

PACS: 43.35.Cg, 43.35.Yb, 43.35.Zc.

In-situ ultrasonic monitoring of plastic deformation mechanism during deformation of 304L steel.

Abstract

In the present work, the plastic deformation mechanisms as a function of applied stress are continuously monitored in situ on 304L steel specimens under standard tensile test. In a first experiment, wave velocities, strain and specimen thickness are measured simultaneously. The measurements agree with theoretical predictions relating acoustic wave velocity and dislocation density. The resulting data of dislocation density as a function of strain in the plastic region obey Taylor's rule, and simultaneous measurements of velocity and applied strain allow determination of the two parameters appearing in that rule. X-ray diffraction (XRD) measurements are performed, and a Croussard-Jaoul (CJ) analysis is carried out for the stress-strain curve. Both suggest the presence of an increasing number of twins at high strains. In a second experiment, three consecutive cycles of tension and relaxation are performed for the same steel specimen. The plastic behavior in the first and third cycle is similar to that of the first experiment: there is an increase in dislocation density, determined through the change in shear waves. The behavior of the material during the second cycle is markedly different, with an increase in shear wave velocity. Using the classical theory of elastic wave behavior in polycrystals, it is found that this change is consistent with a decrease in grain size due to the proliferation of twins. In this work it is possible to characterize by non-destructive tests the two mechanisms of plastic deformation of 304L steel, proliferation of dislocations and formation of twins.

Keywords: Steel 304L, Dislocation, NDT, Ultrasound, Twinning.



1. INTRODUCCIÓN

El seguimiento continuo del comportamiento elástico-plástico de los metales y las aleaciones, en particular de los aceros inoxidables austeníticos, es necesaria, si se quiere avanzar en la comprensión de la relación entre la microestructura y la capacidad de carga de estos materiales. Los métodos tradicionales, como la difracción de rayos X (XRD) y la microscopía electrónica de transmisión (TEM), que se basan en la observación de muestras especialmente preparadas después de haber ensayado el material, implican efectos indeseables no controlados, por lo que se requieren métodos in situ.

El trabajo clásico de Aifantis [1] ya puso de manifiesto cómo la comprensión de muchos procesos complejos que tienen lugar durante la deformación plástica podría simplificarse utilizando herramientas de la mecánica del continuo aplicadas a las dislocaciones. Otros usos de una herramienta no intrusiva para medir la densidad de dislocaciones en tiempo real podrían ser para informar las simulaciones de dinámica molecular en acero inoxidable como las de Sills et al. [2] o para determinar la influencia dependiente del procesamiento de las dislocaciones en el mecanismo de deformación de los aceros TWIP [3].

En una publicación anterior [4] informamos de los resultados de un experimento en el que la proliferación de dislocaciones en aluminio sometido a un ensayo de tensión estándar se monitorizó in situ mediante ultrasonidos (US). La velocidad de las ondas de cizallamiento mostró una dramática disminución al inicio de la plasticidad, a partir de cuya medición fue posible inferir, de forma continua, el cambio en la densidad de dislocaciones en función de la tensión aplicada. En este artículo se presentan los resultados de un experimento similares, donde el comportamiento plástico más complejo del acero 304L en un ensayo de tensión estándar se monitoriza utilizando el US. Nuestro objetivo a largo plazo es desarrollar el US como una herramienta similar para el fallo dúctil. El US puede sondear en profundidad un material sin afectarlo, debido a las bajas energías implicadas, y puede considerarse una herramienta potencial para la comprobación no destructiva del comportamiento plástico de las piezas en servicio.

El fallo dúctil viene precedido por la aparición

de un comportamiento plástico, y éste suele estar asociado a la dislocación proliferación, sobre todo en sus primeras etapas. Así pues, nos vemos abocados a examinar la interacción de las US o, más generalmente, de las ondas elásticas, con las dislocaciones. El estudio de esta interacción se remonta al trabajo clásico de Granato y Lücke, quienes modelaron las dislocaciones como cuerdas elásticas que responden a las ondas elásticas entrantes arqueándose y re-radiando las ondas sonoras, y utilizaron este modelado para formular una teoría de la disminución de la velocidad y el cambio del módulo elástico que ha sido ampliamente utilizada para interpretar las mediciones acústicas y ultrasónicas en materiales metálicos. Maurel et al. [5, 6] realizaron mejoras al modelo con las que fue posible entender el valor cuantitativo de la relación entre el amortiguamiento de las ondas longitudinales y el de las ondas transversales.

Estos resultados fueron confirmados con muestras de cobre por Espinoza et al. [7], y el trabajo de Salinas et al. [4], ya mencionado, demostró que el US proporciona una medida fiable de la densidad de dislocación para el aluminio en condiciones de ensayo estándar. El US, comparado con el XRD y el TEM, no sólo es una sonda no intrusiva de la densidad de dislocación, sino que también es más preciso [6].

Disponer de una herramienta fiable para medir la densidad de dislocaciones en tiempo real no sólo podría conducir al desarrollo de dispositivos de ensayo para piezas en servicio, sino que también podría contribuir como aportación para la comprensión teórica de la plasticidad de las aleaciones de ingeniería.

2. MONTAJE Y PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

2.1 Medidas de velocidad in situ

Las probetas se fabrican en acero comercial 304L con una geometría definida según la norma ASTM-E8/E8M para ensayos de tracción. Aquí se presentan los resultados obtenidos con muestras cortadas por Mecanizado de Descarga Eléctrica (EDM) [ver figura 1]. Se informará de dos experimentos, cuyos detalles se indican a continuación. En el experimento 1 la probeta es plana ("muestra 1"), mientras que en el

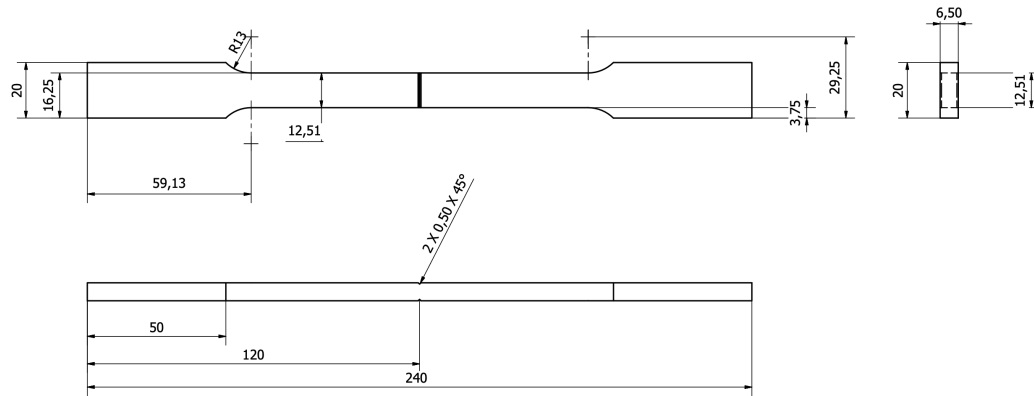


Figura 1: Probeta de acero 304L construida por electroerosión según la norma ASTM E8/E8M, técnica que permite un paralelismo inferior al 3 %.

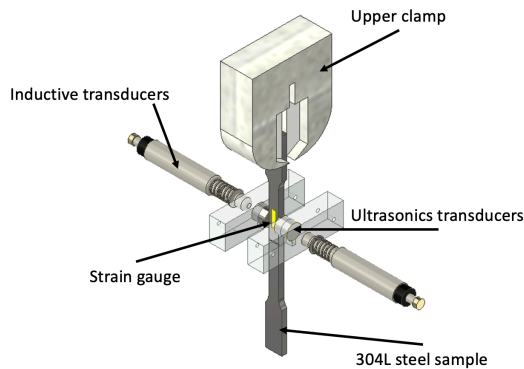


Figura 2: Esquema del montaje experimental. Se fijan dos pares de transductores ultrasónicos a la muestra, uno 15 mm por encima y otro 15 mm por debajo del centro de la muestra.

experimento 2 tiene una hendidura (“muestra 2”), como se muestra en la figura 1.

Los ensayos de tracción se realizan con una máquina Instron 3369, a una velocidad de 0,03 mm/min. Las mediciones de velocidad in situ se realizan con dos pares de transductores ultrasónicos, uno para ondas transversales (Olympus V157-RM) y otro para ondas longitudinales (Olympus V110-RM). Estos se colocan en contacto con la probeta mediante un acoplador de ultrasonidos. Un par de transductores se coloca 15 mm por encima del centro de la muestra y el otro par 15 mm por debajo del centro de la muestra, respectivamente. Además, se coloca una galga extensométrica (Omega KFH-6-350-C1-11L1M2R) cerca de los transductores ultrasónicos para medir la deformación local (ver figura 2).

Las velocidades de las ondas ultrasónicas se determinan midiendo el tiempo de vuelo de los pulsos ultrasónicos y espesor. Estos pulsos consisten en señales portadoras de 5 MHz de frecuencia modulada por una curva gaussiana, lo que da lugar a pulsos cortos de 5 ciclos. La señal de excitación es generada por un programa Labview que se utiliza para configurar un generador de forma de onda (Agilent 33500B). Esta señal de excitación es entonces amplificada por un amplificador bipolar de alta potencia (NF Techno Commerce BA4850). Tanto la señal de voltaje de excitación como la señal recibida medida son adquiridas por un osciloscopio de alta velocidad (Lecroy Wavejet 334A). Todas las señales ultrasónicas se transfieren a un ordenador personal (PC) con el mismo protocolo GPIB. El tiempo de vuelo se obtiene entonces calculando la correlación cruzada entre las envolventes de las señales de excitación y de recepción, que a su vez se calculan como los valores absolutos de sus transformadas de Hilbert. La resolución temporal final es menor a 1 ns.

El espesor en la zona donde se encuentran los transductores ultrasónicos superiores se mide con un par de transductores inductivos (HBM, modelo WI-5mm) y en los inferiores se mide con una cámara de 3 Mpx. La resolución espacial final es de 8,5 $\mu\text{m}/\text{píxel}$.

La máquina de ensayos de tracción proporciona la medición de la carga total durante la deformación de la probeta. La sincronización de las mediciones se realiza mediante un conector de disparo analógico incluido en el aparato de en-



sayos de tracción, que activa la adquisición de datos e imágenes desde el PC, que ejecuta un programa Labview de desarrollo propio. Realizamos dos tipos de experimentos. En el primero, que denominaremos experimento 1, se miden in situ las velocidades de las ondas longitudinales y transversales durante un único experimento de ensayo de tracción. En el segundo experimento, denominado experimento 2, se realiza una cuña en el centro de la muestra para focalizar la deformación en un lugar conocido. Además, en este caso sólo se mide la velocidad de la onda transversal. La muestra se somete a tres ciclos consecutivos de un ensayo de tracción, seguidos de un procedimiento de relajación hasta alcanzar la fuerza cero. Para cada uno de estos tres ensayos de tracción cíclicos, se fijó una fuerza máxima mayor en el aparato de ensayo de tracción: 23 kN, 30 kN y 33,5 kN, respectivamente.

2.2 Caracterización por XRD

Los patrones de difracción de rayos X (XRD) de la muestra de acero después del experimento 1 se registran en un difractómetro de polvo polivalente STOE STADI MP equipado en geometría de transmisión. Se utiliza una fuente de radiación de $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$, monocromador de germanio (111) curvo tipo Johann, 40 kV, 30 mA) con un detector DECTRIS MYTHEN 1K. Los patrones de DRX se obtienen entre 25° y 90° en 2θ , con un tamaño de paso de $0,12^\circ$ (2θ) y un tiempo de retención de 10 s por paso.

Los patrones de difracción de rayos X están indexados utilizando la base de datos PDF-2 y la Crystallography Open Database (COD). Las caracterizaciones microestructurales se realizan por el método Rietveld, utilizando el software Materials Analysis Using Diffraction (MAUD) [8]. Para llevar a cabo el análisis de la microestructura, se realiza el ajuste del perfil considerando el modelo de ensanchamiento de la línea Delf [9] y el modelo anisotrópico de tamaño-deformación implementado mediante la regla de Popa [10], la textura armónica [9] y los defectos planares (stacking fault y twins) mediante el modelo de Warren [11]. Los datos extraídos de los refinamientos de Rietveld se utilizan para determinar

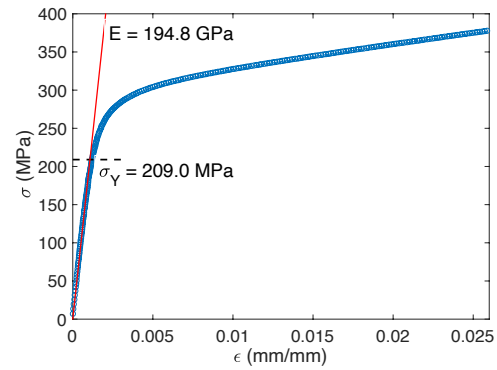


Figura 3: Curva tensión-deformación para un único ensayo de tracción en la muestra de acero inoxidable 304L del experimento 1.

la densidad de dislocación, Λ , utilizando

$$\Lambda = \frac{\pi \langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}}{b^2}, \quad (1)$$

donde $\langle \epsilon^2 \rangle$ es la deformación cuadrática media, $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ es la microdeformación, y b es el vector de Burgers, cuyas magnitudes son 0,2542 y 0,2029 nm para la fase γ y α , respectivamente.

3. RESULTADOS

3.1 Resultados Ultrasónicos

3.1.1 Experimento 1: muestra sin cuña, medición de v_L y v_T para un solo ensayo de tracción

La primera muestra de acero inoxidable 304L es sometida a un único ensayo de tracción, midiendo in situ las velocidades de onda longitudinal y transversal (experimento 1). La Fig. 3 tiene la correspondiente curva de tensión-deformación, donde la tensión se calcula utilizando la anchura de la muestra medida durante la deformación elástica/plástica por alargamiento de tracción. La deformación inicial es efectivamente elástica, con un módulo de Young medido $E = 194,8 \pm 1,2 \text{ GPa}$. La línea roja sólida de la figura muestra un buen ajuste del comportamiento lineal. El límite elástico se calcula mediante el método de Christensen [12]. En la Fig. 3, la línea negra horizontal discontinua muestra la tensión de fluencia calculada $\sigma_Y = 209,0 \text{ MPa}$.

En la Fig. 4 se presentan las medidas simultáneas de la velocidad de onda longitudinal (a) y trans-

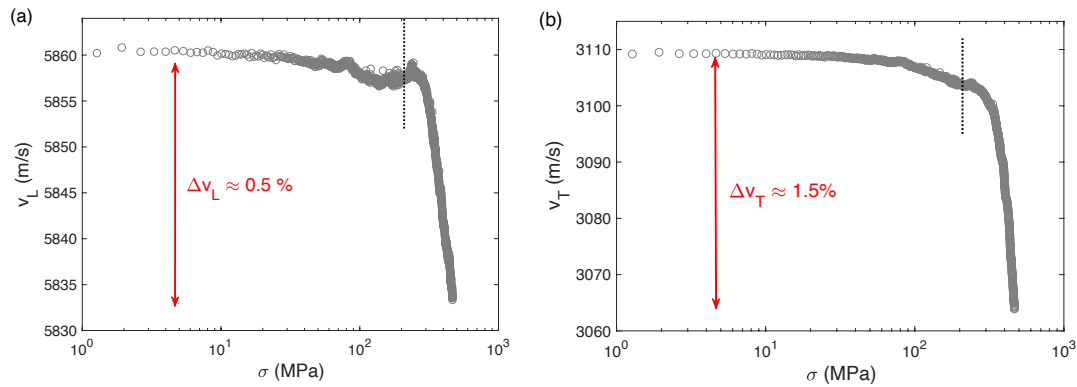


Figura 4: Velocidades de las ondas longitudinales (a) y transversales (b), v_L y v_T , frente a la tensión σ en escala semilog.

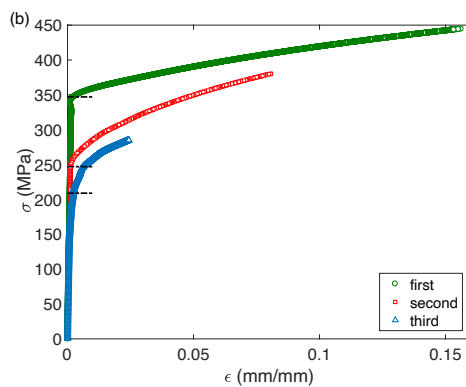


Figura 5: Curvas de tensión-deformación para los tres ensayos de tracción consecutivos.

versal (b) para la muestra 1 durante el ensayo de tracción. Ambas magnitudes se representan como funciones de la tensión aplicada, en escala semilogarítmica en el eje horizontal. Las líneas verticales discontinuas muestran la posición del límite elástico. En el régimen elástico, $\sigma < \sigma_Y$, las velocidades medidas son aproximadamente constantes, con variaciones de unos pocos m/s, que consideramos se deben a pequeños errores sistemáticos, como pequeños desajustes del eje del transductor durante el ensayo de tracción. Las velocidades constantes están de acuerdo con el hecho de que no hay cambios microestructurales durante los pequeños cambios elásticos reversibles. Sin embargo, como se esperaba para el régimen plástico, en el que se nuclean las dislocaciones, ambas magnitudes decaen bruscamente para $\sigma > \sigma_Y$. Los cambios de velocidad relativos entre las etapas inicial y final del ensayo de tracción son de 0,5 % y 1,5 %, para las ondas longitudinales y transversales, respectivamente.

3.1.2 Experimento 2: muestra con cuña central, medición de v_T para tres ensayos de tracción consecutivos

En el experimento 2 hemos realizado tres ensayos de tracción consecutivos a una muestra individual. En la Fig. 5 presentamos las curvas de tensión-deformación para los tres ensayos de tracción consecutivos. Las líneas horizontales discontinuas muestran la tensión de fluencia calculada para cada ensayo.

En la Fig. 6(a) presentamos los resultados del espesor de la muestra w , en la posición de los transductores ultrasónicos, para los tres ensayos de tracción. Como era de esperar, cuanto mayor es la fuerza final de cada ensayo, mayor es la reducción del espesor. También mostramos los valores de tensión de fluencia calculados para cada ensayo, que se correlacionan muy bien con el inicio de las reducciones de espesor observadas. Combinando las medidas de tiempo de vuelo de los pulsos ultrasónicos y el espesor en función de la tensión aplicada obtenemos las medidas de velocidad transversal en función de la tensión, que presentamos en la Fig. 6(b). El primer y el tercer ensayo de tracción muestran disminuciones de la velocidad cuando la densidad de dislocaciones aumenta por encima del límite elástico. Sin embargo, el segundo ensayo de tracción muestra un incremento de la velocidad por encima de σ_Y , lo cual es bastante sorprendente. Una confirmación de este hallazgo se obtiene si calculamos las velocidades transversales iniciales y finales utilizando el espesor de la muestra al principio y al final del segundo ensayo de tracción, y dividiendo por el tiempo de vuelo medido. Obtenemos

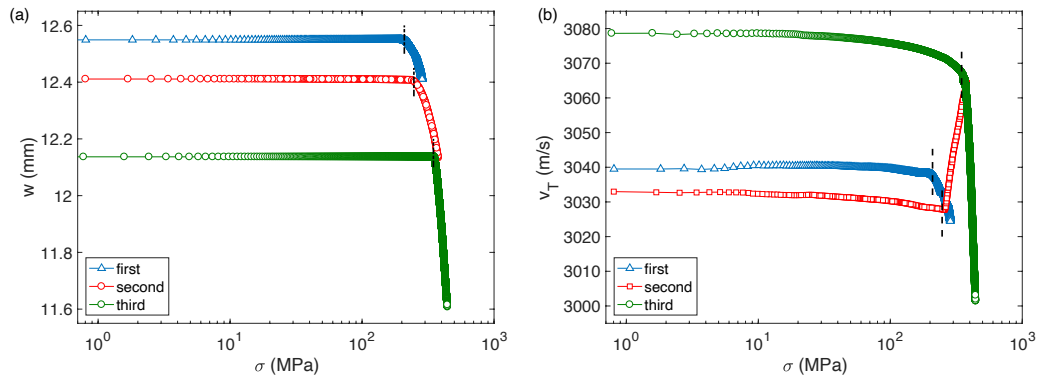


Figura 6: (a) Espesor de la muestra w en la posición de los transductores ultrasónicos frente a la tensión. (b) Velocidad transversal v_T frente a la tensión σ para los tres ensayos de tracción consecutivos.

$v_T^{inicial} = 3033$ m/s y $v_T^{final} = 3063$ m/s, respectivamente, lo que representa un incremento de $\sim 1\%$. Esto es consistente con una reducción efectiva del tamaño del grano como resultado de la proliferación de maclas dentro de los cristallitos coherentes de la muestra de acero inoxidable policristalino.

3.2 Resultados XRD

De la probeta ensayada en el experimento 1, se cortan tres muestras de XRD de diferentes zonas, denominadas A, B y C (ver Fig. 7). La zona A corresponde a la parte inferior de la probeta, donde se espera que haya la menor densidad de dislocaciones, y corresponde a una caracterización representativa del material original. La zona B corresponde a la posición en la que se colocan los transductores ultrasónicos. La zona C es la región central de la sonda. Los patrones de difracción de rayos X para las tres zonas (A, B y C) se muestran en la Fig. 7. Estos patrones muestran la presencia de dos fases, la fase α (ferrita) y la fase γ (austenita), que son fases típicas del acero inoxidable 304L. Los picos de la zona A son nítidos debido a pequeñas microdeformaciones. Los picos de la zona B presentan textura en ambas fases; el pico más fuerte (110) de la fase α ($44,3^\circ$ en 2θ) es más alto y el pico más fuerte (111) de la fase γ ($43,5^\circ$ en 2θ) es más pequeño. Los picos de la zona C muestran un aumento del ensanchamiento debido a una mayor deformación plástica generada por un aumento de la presencia de defectos cristalinos como dislocaciones, fallas de apilamiento y maclas [13].

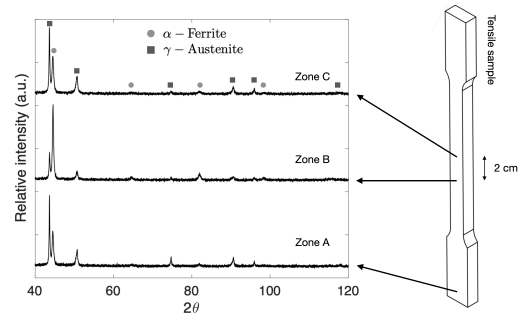


Figura 7: Patrones de difracción de rayos X de la muestra de acero inoxidable AISI 304L 1. Se muestra un patrón de XRD para cada zona A, B y C.

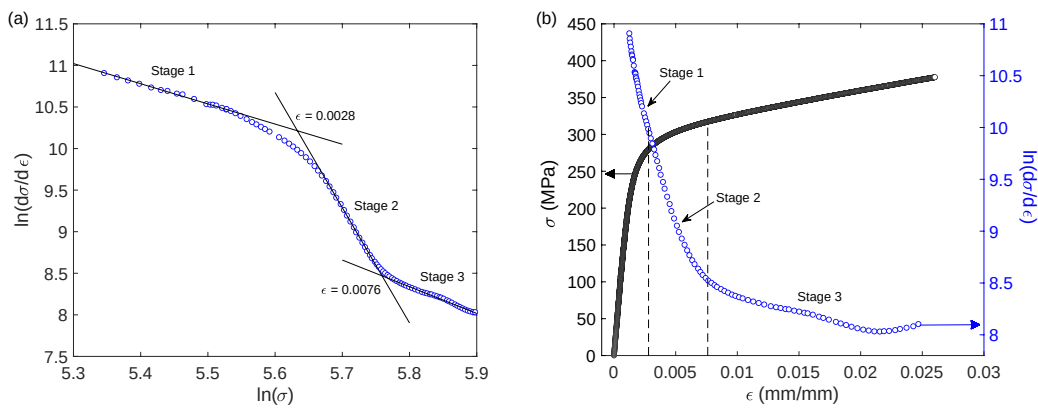
Se ha realizado un análisis microestructural mediante el método de Rietveld y los resultados se recogen en el cuadro 1. Los valores de microdeformación $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ son mayores en ambas fases en la zona C y menores para la zona A. La densidad de dislocaciones en la zona C es un factor de 100 mayor que en la zona A. La probabilidad de fallas de apilamiento es aproximadamente un factor de 30 mayor, y la densidad de maclas es un factor de 10 mayor.

3.2.1 Endurecimiento por deformación

Las etapas de endurecimiento por deformación se determinaron para la curva tensión-deformación del experimento 1, mostrada en la Fig. 3, utilizando el análisis Crussard-Jaoul (C-J) modificado [14]. Este análisis se utiliza cuando hay más de un proceso de deformación [14]. La figura "Análisis de la deformación" (a) muestra las etapas de endurecimiento por deformación de la muestra de acero AISI 304L, en la que se tra-

Cuadro 1: Caracterización microestructural de acero 304 L mediante el método Rietveld.

	Zone A		Zone B		Zone C	
	γ -phase	α -phase	γ -phase	α -phase	γ -phase	α -phase
Lattice parameter (nm)	0.359	0.287	0.359	0.287	0.359	0.287
μ strain $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} \times 10^{-3}$	0,21	0,12	1,17	1,58	4,66	3,19
μ strain error $\times 10^{-4}$	0,547	0,719	1,23	0,73	0,48	1,83
S.F.P. $\times 10^{-3}$	0,24	0,15	1,1	0,6	9,2	3,6
Twin density $\times 10^{-3}$	0,84	-	1,1	-	9,8	-
Average dislocation density (m^{-2}) $\times 10^{14}$	0.01		0.9		9.46	

**Figura 8:** (a) Etapas de endurecimiento por deformación obtenidas del análisis C-J de la muestra de acero AISI 304L. (b) Curva tensión-deformación y tasa de endurecimiento por deformación de la muestra de acero AISI 304L.

za $\ln(d\sigma/d\epsilon)$ frente a $\ln\sigma$. Se observan tres etapas de endurecimiento por deformación con diferentes pendientes, con transiciones a deformaciones $\epsilon = 0,0028$ y $\epsilon = 0,0076$. La tasa de endurecimiento por deformación disminuye tras el inicio de la deformación plástica (etapa 1). A continuación, disminuye más lentamente (etapa 2) y sigue disminuyendo a un ritmo aún menor al final del alargamiento uniforme (etapa 3). Este comportamiento se encuentra en metales y aleaciones como los aceros inoxidables austeníticos AISI 304 y 316 [15, 16], donde los mecanismos de deformación plástica son el deslizamiento de dislocaciones y las maclas, y es consistente con el aumento de diez veces en la densidad de maclas entre las regiones de baja deformación y las regiones de alta deformación que revela el análisis Rietveld de XRD. La Fig. 8(b) muestra la tasa de endurecimiento por deformación en función de la deformación superpuesta a la curva tensión-deformación de la Fig. 3.

4. DISCUSIÓN

4.1 Experimento 1

A partir de los cambios de velocidad durante el ensayo de tracción podemos calcular la diferencia de densidad de dislocación utilizando las fórmulas de Maurel et al. [5]

$$\Delta\Lambda_T = -\frac{5\pi^4}{8L^2} \frac{\Delta v_T}{v_T^0}, \quad (2)$$

$$\Delta\Lambda_L = -\frac{15\pi^4\gamma^2}{32L^2} \frac{\Delta v_L}{v_L^0}, \quad (3)$$

donde $\Delta v_{L,T} = v_{L,T} - v_{L,T}^0$ son las diferencias de velocidad medidas, y $v_{L,T}^0$ es la velocidad de onda elástica inicial para cada tipo de onda, es decir, antes de cualquier deformación plástica. Obsérvese que en la teoría de [5] se supone que es el mismo conjunto de dislocaciones, todas de la misma longitud media L , las que causan tanto el desplazamiento de las velocidades longitudina-

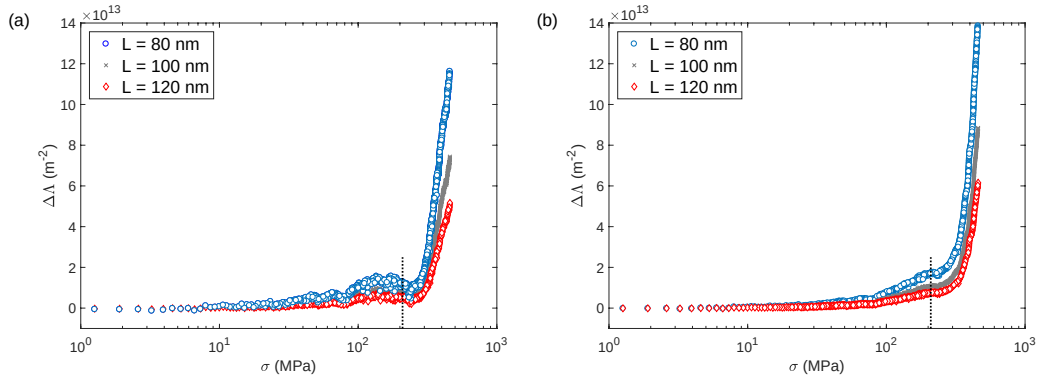


Figura 9: Diferencia de la densidad de dislocación con respecto al estado inicial de la muestra frente a la tensión σ para el experimento 1 en escala semilogarítmica, obtenida a partir de la velocidad de la onda longitudinal (a) y la velocidad de la onda transversal (b), utilizando las Ecs. (2) y (3).

les como las transversales. En nuestro caso, con los parámetros del material que tenemos a mano, esto implica $\Delta v_T/v_T^0 \approx 3\Delta v_L/v_L^0$ que es efectivamente lo que se observa experimentalmente. Como tenemos acceso a mediciones independientes de las ondas longitudinales y transversales, discutiremos las implicaciones de ambas, que coinciden, como debería ser.

La densidad de dislocación calculada se muestra en la Fig. 9 para ambas velocidades de onda. Para obtener esta diferencia de densidad de dislocación necesitamos utilizar una longitud media de dislocación L . Hemos utilizado 80, 100 y 120 nm, según la observación directa de dislocaciones por TEM en aceros 304 [17]. La densidad de dislocación absoluta Λ se obtiene midiendo la densidad de dislocación Λ_o del material original, antes de la deformación del ensayo de tracción, tal que $\Lambda = \Lambda_o + \Delta\Lambda$. Hemos realizado mediciones de XRD de la muestra 1 después del ensayo de tracción, obteniendo $\Lambda_o = 1 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ en la zona cercana a la parte superior de la muestra, donde las deformaciones son menores (detalles en la sección 3.2). Así, los datos calculados presentados en la Fig. 9 demuestran que la densidad de dislocación varía en un factor $\sim 50 - 140$, dependiendo de L , entre las etapas inicial y final de la prueba de tracción. Aquí, las líneas verticales discontinuas muestran el límite elástico σ_Y . También observamos que el incremento abrupto de $\Delta\Lambda$ se produce por encima de $\sigma \approx 300 \text{ MPa}$.

En la Fig. 10 presentamos la tensión aplicada medida σ frente al factor de Taylor reescalado $MbG\Lambda^{1/2}$ para $\sigma > \sigma_Y$, donde M es el factor

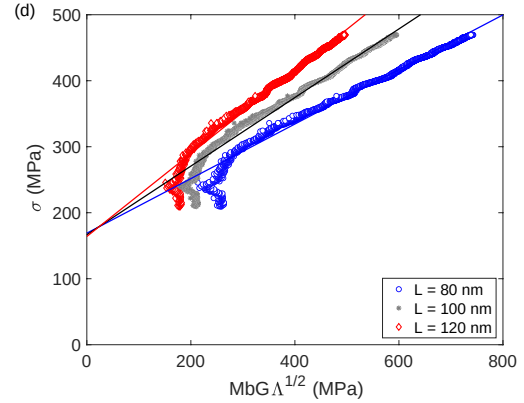


Figura 10: Tensión aplicada σ frente a la densidad de dislocación reescalada $MbG\Lambda^{1/2}$ para $\sigma > \sigma_Y$. Se muestra el promedio entre los datos longitudinales y transversales. Las líneas rectas muestran los ajustes lineales cuyos parámetros de ajuste se presentan en la Tabla 2.

recíproco de Schmid, que relaciona la tensión y el cizallamiento a través de $\sigma = M\tau$, con b el vector de Burgers y G el módulo de cizallamiento. La densidad de dislocación absoluta es $\Lambda = \Lambda_o + \Delta\Lambda$. Taylor, en un artículo clásico [18], ha demostrado que la tensión mecánica medida σ y la densidad de dislocación Λ obedecen lo que ahora se llama la regla de Taylor

$$\sigma = \sigma_o + \alpha MbG\Lambda^{1/2} \equiv \sigma_{\text{Taylor}}, \quad (4)$$

donde $\sigma_o = M\tau_o$ es la tensión de fricción y τ_o es la fricción de corte. El σ_o es el esfuerzo necesario para desplazar una dislocación en ausencia de otras dislocaciones. Su valor es aproximadamente igual a la tensión de fluencia de la aleación

Cuadro 2: Fitted parameters of $\sigma = \sigma_o + \alpha MbGA^{1/2}$ and linear regression coefficient R^2 for sample 1.

Longitudinal wave speed measurement			
L (nm)	α	σ_o (MPa)	R^2
80	$0,413 \pm 0,002$	$169,0 \pm 1,0$	0.974
100	$0,520 \pm 0,002$	$166,7 \pm 1,1$	0.973
120	$0,628 \pm 0,003$	$164,0 \pm 1,1$	0.973

recocida [19]. En el panel (d) representamos σ en función del promedio $MbGA^{1/2}$ entre los datos longitudinales y transversales. El rango para el que se observa la relación lineal aumenta, y el comportamiento transitorio se observa desde σ_Y hasta ≈ 300 MPa; este último es el valor por encima del cual las velocidades medidas (resp. diferencias de densidad de dislocación) decaen (resp. aumentan) abruptamente. Los parámetros ajustados σ_o y α , y los coeficientes de regresión lineal R^2 , se presentan en la Tabla 2. La tensión de fricción está en el rango de 160 – 180 MPa, bastante mayor que la que obtuvimos anteriormente para el aluminio [4], como se esperaba para el acero inoxidable. α es una constante empírica de la ley de endurecimiento y para los aceros inoxidables 304 se ha medido experimentalmente que es de 0,5 [19] y entre 0,19 y 0,47 para otros aceros [20, 21]. Tradicionalmente, el valor de α sólo puede determinarse si las dos magnitudes, tensión y densidad de dislocación, se miden independientemente, como efectivamente hemos hecho en nuestro experimento. Este parámetro describe la fuerza de los obstáculos que una dislocación en movimiento tiene que superar durante la deformación plástica, y se ha relacionado con las distribuciones de dislocación [20].

A partir de los resultados presentados en la Tabla 3, observamos que la tensión de fricción disminuye en un 5 % para el aumento de L , pero la pendiente ajustada α aumenta en un 50 % en el mismo rango de L . Esto sugiere que si α se midiera independientemente, podría utilizarse como una medida indirecta de la longitud media de dislocación L . La ecuación de la regla de Taylor puede entonces reescribirse como

$$\sigma_{\text{Taylor}} = \sigma_o + \frac{\alpha}{L} MbG(\Lambda_o L^2 + \Delta\Lambda L^2)^{1/2}, \quad (5)$$

El hecho de que para $\sigma > \sigma_Y$ muy rápidamente $\Delta\Lambda > \Lambda_o$, al menos por un factor 10, muestra que como $L^2\Delta\Lambda$ no depende de L , es de esperar que α/L tampoco dependa de L , como encontramos experimentalmente.

Finalmente, en relación con los resultados de este primer experimento, en la Fig. 11 presentamos una representación diferente de la regla de Taylor. Trazamos la tensión medida directamente σ frente a la tensión de Taylor σ_{Taylor} determinada a través de mediciones US, utilizando los parámetros ajustados σ_o y α . En el panel (a) presentamos todos los datos, tanto para las ondas longitudinales como transversales y para las tres longitudes de dislocación analizadas L . La línea continua muestra la relación de identidad $\sigma = \sigma_{\text{Taylor}}$. Encontramos que para $\sigma \gtrsim 300$ MPa, ambos conjuntos de datos (longitudinales y transversales) fluctúan fuera de fase alrededor de la relación de identidad $\sigma = \sigma_{\text{Taylor}}$. El panel (b) muestra los datos medios de σ_{Taylor} para $\sigma > \sigma_Y$. El colapso sobre la relación de identidad es evidente para tensiones mayores que la zona transitoria por encima de σ_Y .

4.2 Experimento 2

4.2.1 Primer y tercer ensayo

Las mediciones acústicas del primer y tercer ensayo presentadas en la Fig. 6 muestran una disminución de la velocidad v_T de las ondas de cizallamiento que, al igual que en el experimento 1, indican una proliferación de dislocaciones cuya densidad

Λ puede obtenerse mediante la Ecn. (2).

4.2.2 segundo ensayo

Como se explica en la sección 3.2, el análisis Rietveld de XRD de la muestra 1 indica una población creciente de gemelos a altas manchas plásticas. Esto se ve apoyado por el análisis Crussard-Jaoul [14] de la curva tensión-deformación presentada en la sección 3.2.1. Aquí abordamos el comportamiento de la muestra durante el segundo ciclo de carga y descarga.

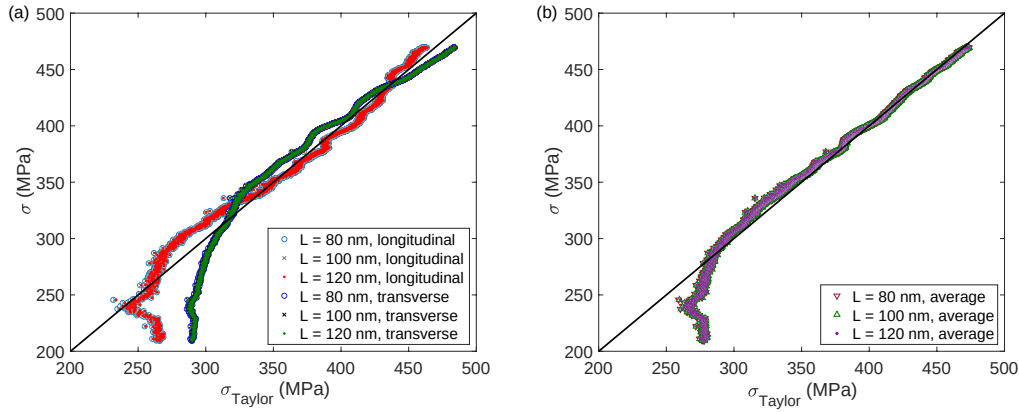


Figura 11: Tensión aplicada σ frente a la tensión de Taylor $\sigma_{Taylor} = \sigma_o + \alpha MbG\sqrt{\Lambda_o + \Delta\Lambda}$ para $\sigma \geq \sigma_Y$. Las líneas rectas negras continuas muestran la relación de identidad $\sigma = \sigma_{Taylor}$.

La figura 6(b) muestra la evolución de la velocidad de la onda transversal v_T en tres ensayos de tracción sucesivos. En el primer y tercer ensayo se produce una fuerte disminución de v_T poco después de alcanzar el límite elástico, y puede explicarse en términos de una proliferación de dislocaciones. Esto contrasta fuertemente con el comportamiento durante la segunda prueba, en la que v_T aumenta de 3030 m/s a 3060 m/s o un poco más del 1 %. Este comportamiento es consistente con una disminución del tamaño de grano debido a la proliferación de maclas, como mostramos ahora. En efecto, una macla corta un grano en dos granos más pequeños, y la proliferación de estas maclas disminuye el tamaño medio del grano muestreado por una onda acústica. Como mostramos ahora, esta disminución del tamaño efectivo del grano conduce a un aumento de la velocidad efectiva del sonido.

La velocidad de las ondas longitudinales (L) y transversales (T) de número de onda $k_{L,T}$ en policristales con un tamaño de grano típico a ha sido calculada, bajo una serie de supuestos (más adelante), para el caso de granos orientados aleatoriamente para policristales de simetría cúbica por Hirsekorn [22, 23]. La física básica consiste en considerar el policristal como un medio homogéneo del que cada grano es una pequeña fluctuación. Estas fluctuaciones determinan una velocidad efectiva de propagación que difiere ligeramente del valor promedio

Por último, observamos que las fronteras de macla pueden, en principio, tener dos efectos en la propagación de las ondas acústicas: Por un lado,

en la medida en que dividen el grano original en granos más pequeños, se consideran en la misma medida que los límites de grano en el sentido de que su efecto es tenido en cuenta por el mecanismo de Hirsekorn [23]. Sin embargo, la estructura de una frontera de macla es ciertamente diferente de la de una frontera de grano, y podría oscilar como una membrana dinámica en el mismo sentido que una dislocación oscila como una cuerda dinámica. Este comportamiento conduciría a una disminución, no a un aumento, de la velocidad del sonido. Por consiguiente, no desempeña un papel observable en los experimentos que describimos para este material.

5. CONCLUSIONES

Hemos mostrado el resultado de la medición de la velocidad de las ondas longitudinales y de corte in situ, en función de la tensión aplicada para una probeta de acero 304L, de forma continua, en un ensayo de tracción estándar. Cuando se alcanza la tensión de fluencia, la velocidad disminuye significativamente. Hemos interpretado este cambio en términos de una proliferación de dislocaciones utilizando la teoría de Maurel et al. [5]. Esta formulación proporciona una relación cuantitativa precisa entre el cambio relativo adimensional de la velocidad de onda y la correspondiente cantidad adimensional ΛL^2 , donde Λ es la densidad de dislocaciones (en unidades de superficie inversa) y L es la longitud media de las dislocaciones. Hemos comprobado que la tensión aplicada es proporcional a la raíz cuadrada de la densidad de

dislocación, como se espera de la regla de Taylor, y el coeficiente de proporcionalidad es mayor para el acero 304L que para el aluminio [4]. Existe un acuerdo cuantitativo para esta conclusión entre las mediciones de ondas longitudinales y transversales. Hemos demostrado que las variaciones de L en el rango de 80–120 nm no cambian nuestra conclusión. Además, dado L , los resultados experimentales proporcionan valores para los dos parámetros que aparecen en la regla de Taylor: la pendiente α y el intercepto σ_0 . Este resultado indica que las mediciones de la velocidad de US pueden utilizarse para estudiar de forma fiable el comportamiento de las dislocaciones en el acero 304L, como se demostró anteriormente para el aluminio [4]. Dada la precisión de las mediciones de US, sería interesante utilizar esta técnica para estudiar la generación de dislocaciones al principio del régimen plástico, donde la regla de Taylor aún no se cumple.

Con el fin de sondear más profundamente la región de deformación plástica del acero 304L, realizamos tres ciclos consecutivos de una probeta de tracción, midiendo al mismo tiempo el tiempo de vuelo de las ondas transversales a través de la muestra. Los resultados del primer y tercer ciclo son consistentes con un aumento de la población de dislocaciones cuya densidad en función de la tensión obedece a la regla de Taylor. En el primer ciclo de carga el análisis es muy parecido al del experimento 1. Durante el tercer ciclo también se cumple la regla de Taylor y hemos demostrado, bajo supuestos razonables, que α puede estimarse con una precisión del 30 % y σ_0 con una precisión del 55 % utilizando datos acústicos.

El comportamiento de la velocidad de las ondas de corte en función de la tensión durante el segundo ciclo del experimento 2 es consistente con una proliferación de maclas que generan una disminución del tamaño del grano, con un tamaño inicial en el rango de 40 μm . La presencia de maclas después de un primer ciclo fue presagiada por el comportamiento de la probeta durante el experimento 1, determinado por XRD y análisis de Crussard-Jaoul. Utilizando los modelos teóricos más sencillos [23] se puede determinar

que la disminución media del tamaño del grano es del orden de un factor de tres. Una vez más, dada la precisión de las mediciones US y el estado actual de las teorías que relacionan el tamaño del grano y las velocidades acústicas [24], estos resultados sugieren que un sondeo cuidadoso de esta región podría arrojar luz, no sólo sobre el valor medio del tamaño del grano, sino también sobre su distribución [25].

6. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue apoyado por los financiamientos Fondecyt # 1191179 y #11190900.

REFERENCIAS

- [1] Elias C. Aifantis. The physics of plastic deformation. *International Journal of Plasticity*, 3(3):211–247, 1987. ISSN 0749-6419. doi:[https://doi.org/10.1016/0749-6419\(87\)90021-0](https://doi.org/10.1016/0749-6419(87)90021-0). URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0749641987900210>.
- [2] Ryan B. Sills, Michael E. Foster, and Xiaowang W. Zhou. Line-length-dependent dislocation mobilities in an fcc stainless steel alloy. *International Journal of Plasticity*, 135:102791, 2020. ISSN 0749-6419. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2020.102791>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641919309453>.
- [3] Y.Z. Li, Z.Y. Liang, and M.X. Huang. Strengthening contributions of dislocations and twins in warm-rolled twip steels. *International Journal of Plasticity*, 150:103198, 2022. ISSN 0749-6419. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2021.103198>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641921002643>.
- [4] Vicente Salinas, Claudio Aguilar, Rodrigo Espinoza-González, Fernando Lund, and Nicolás Mujica. In situ monitoring of dislocation proliferation during plastic deformation using ultrasound. *International Journal of Plasticity*, 97:178–193, 2017. ISSN 0749-6419. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2017.06.001>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641916303722>.
- [5] Agnès Maurel, Vincent Pagneux, Felipe Barra, and Fernando Lund. Wave propagation through a random array of pinned dislocations: Velocity change and attenuation in a generalized Granato and Lücke theory. *Phys. Rev. B*, 72:174111, Nov 2005. doi:[10.1103/PhysRevB.72.174111](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.72.174111).
- [6] Felipe Barra, Rodrigo Espinoza-González, Henry Fernández, Fernando Lund, Agnès Maurel, and Vincent Pagneux. The use of ultrasound to measure dislocation density. *JOM*, 67(8):1856–1863,



2015. doi:[10.1007/s11837-015-1458-9](https://doi.org/10.1007/s11837-015-1458-9). URL <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1458-9>.
- [7] Carolina Espinoza, Daniel Feliú, Claudio Aguilar, Rodrigo Espinoza-González, Fernando Lund, Vicente Salinas, and Nicolás Mujica. Linear versus nonlinear acoustic probing of plasticity in metals: A quantitative assessment. *Materials*, 11(11), 2018. ISSN 1996-1944. doi:[10.3390/ma11112217](https://doi.org/10.3390/ma11112217). URL <https://www.mdpi.com/1996-1944/11/11/2217>.
- [8] Luca Lutterotti, S Matthies, and HR Wenk. MAUD: a friendly Java program for material analysis using diffraction. *IUCr: Newsletter of the CPD*, 21(14-15), 1999.
- [9] R Delhez, Th H De Keijser, JI Langford, D Louër, EJ Mittemeijer, and EJ Sonneveld. Crystal imperfection broadening and peak shape in the Rietveld method. *The Rietveld Method*, page 132, 1993.
- [10] N. C. Popa. The (*hkl*) dependence of diffraction-line broadening caused by strain and size for all Laue groups in Rietveld refinement. *Journal of Applied Crystallography*, 31(2):176–180, Apr 1998. doi:[10.1107/S0021889897009795](https://doi.org/10.1107/S0021889897009795).
- [11] BE Warren. X-ray diffraction, Dover publications. New York, 253, 1990.
- [12] Richard M. Christensen. Observations on the definition of yield stress. *Acta Mechanica*, 196(3):239–244, 2008. ISSN 1619-6937. doi:[10.1007/s00707-007-0478-0](https://doi.org/10.1007/s00707-007-0478-0).
- [13] T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, and A. Borbély. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. *Journal of Applied Crystallography*, 32(5):992–1002, Oct 1999. doi:[10.1107/S0021889899009334](https://doi.org/10.1107/S0021889899009334). URL <https://doi.org/10.1107/S0021889899009334>.
- [14] B. K. Jha, Ram Avtar, V. Sagar Dwivedi, and V. Ramaswamy. Applicability of modified Crussard-Jaoul analysis on the deformation behaviour of dual-phase steels. *Journal of Materials Science Letters*, 6(8): 891–893, 1987. doi:[10.1007/BF01729860](https://doi.org/10.1007/BF01729860). URL <https://doi.org/10.1007/BF01729860>.
- [15] Francisco C. Salvado, F. Teixeira-Dias, Stephen M. Walley, Lewis J. Lea, and João B. Cardoso. A review on the strain rate dependency of the dynamic viscoplastic response of fcc metals. *Progress in Materials Science*, 88:186–231, 2017. ISSN 0079-6425. doi:<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.04.004>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642517300397>.
- [16] Guilherme Corrêa Soares, Mariana Carla Mendes Rodrigues, and Leandro de Arruda Santos. Influence of temperature on mechanical properties, fracture morphology and strain hardening behavior of a 304 stainless steel. *Materials Research*, 20:141–151, 2017.
- [17] P. Mallick, N.K. Tewary, S.K. Ghosh, and P.P. Chattopadhyay. Microstructure-tensile property correlation in 304 stainless steel after cold deformation and austenite reversion. *Materials Science and Engineering: A*, 707:488–500, 2017. ISSN 0921-5093. doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.09.070>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509317312303>.
- [18] G. I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 145(855):362–387, 1934. ISSN 09501207. URL <http://www.jstor.org/stable/2935509>.
- [19] M. E. Kassner. A case for Taylor hardening during primary and steady-state creep in aluminium and type 304 stainless steel. *Journal of Materials Science*, 25(4):1997–2003, 1990. doi:[10.1007/BF01045755](https://doi.org/10.1007/BF01045755). URL <https://doi.org/10.1007/BF01045755>.
- [20] Tamás Ungár, Alexandru D. Stoica, Géza Tichy, and Xun-Li Wang. Orientation-dependent evolution of the dislocation density in grain populations with different crystallographic orientations relative to the tensile axis in a polycrystalline aggregate of stainless steel. *Acta Materialia*, 66:251–261, 2014. ISSN 1359-6454. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.11.012>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645413008628>.
- [21] Wei Li, Martina Vittorietti, Geurt Jongbloed, and Jilt Sietsma. The combined influence of grain size distribution and dislocation density on hardness of interstitial free steel. *Journal of Materials Science & Technology*, 45:35–43, 2020. ISSN 1005-0302. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.11.025>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1005030220300967>.
- [22] Sigrun Hirsekorn. The scattering of ultrasonic waves by polycrystals. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 72(3):1021–1031, 1982. doi:[10.1121/1.388233](https://doi.org/10.1121/1.388233). URL <https://doi.org/10.1121/1.388233>.
- [23] Sigrun Hirsekorn. The scattering of ultrasonic waves by polycrystals. II. Shear waves. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 73(4):1160–1163, 1983. doi:[10.1121/1.389206](https://doi.org/10.1121/1.389206). URL <https://doi.org/10.1121/1.389206>.
- [24] G. Sha, M. Huang, M. J. S. Lowe, and S. I. Rokhlin. Attenuation and velocity of elastic waves in polycrystals with generally anisotropic grains: Analytic and numerical modeling. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 147(4):2442–2465, 2020. doi:[10.1121/10.0001087](https://doi.org/10.1121/10.0001087). URL <https://doi.org/10.1121/10.0001087>.
- [25] Vicente Salinas, Claudio Aguilar, Rodrigo Espinoza-González, Javiera González, Javier Henríquez, Fernando Lund, and Nicolás Mujica. In-situ monitoring of dislocation proliferation during plastic deformation of 304L steel using

ultrasound. *Materials Science and Engineering: A*, 849:143416, 2022. ISSN 0921-5093.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143416>.
URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509322008073>.