

## INFLUENCIA DEL TEMPLE Y REVENIDO DEL ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO AISI-SAE 420 EN LAS SEÑALES DE RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN

Claudia P. Serna<sup>1\*</sup>, Rufino Medina<sup>1</sup>, Linilson R. Padovese<sup>2</sup>

1: Grupo GIPIMME, Departamento de Ing. Metalúrgica y de Materiales, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.

2: Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de São Paulo, São Paulo, Brasil

\* E-mail: claudia.serna@udea.edu.co

**RESUMEN:** Los aceros inoxidable martensíticos responden a tratamientos térmicos de recocido, temple y revenido, modificando su microestructura, la cual se caracteriza normalmente por métodos convencionales de caracterización microestructural, sin embargo no se han reportado ensayos no destructivos para el monitoreo de los tratamientos térmicos. El ruido magnético de Barkhausen se ha explorado como una técnica no destructiva para evaluación microestructural y por tanto, se presentan en este trabajo resultados de análisis de Ruido Magnético de Barkhausen para evaluar modificaciones microestructurales en un acero AISI 420. Se realizaron temple a 1020°C y 1050°C en dos medios de enfriamiento, aire y aceite, con un posterior revenido a 100°C durante dos horas, con el fin comparar los cambios en el estado microestructural. Las muestras fueron evaluadas por microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía óptica (MO) y ensayos de dureza Vickers, además se hicieron mediciones de la señal del Ruido Magnético de Barkhausen (RMB). Se encontró que existe una correlación entre los valores de durezas, las variaciones microestructurales y los valores *rms* (root mean square) de las señales de Ruido Magnético de Barkhausen.

**Palabras Clave:** Ruido Magnético de Barkhausen, Temple y revenido, Aceros inoxidable martensíticos.

## INFLUENCE OF HARDENING AND TEMPERING OF AISI-SAE MARTENSITIC STAINLESS STEEL IN MAGNETIC BARKHAUSEN NOISE SIGNALS

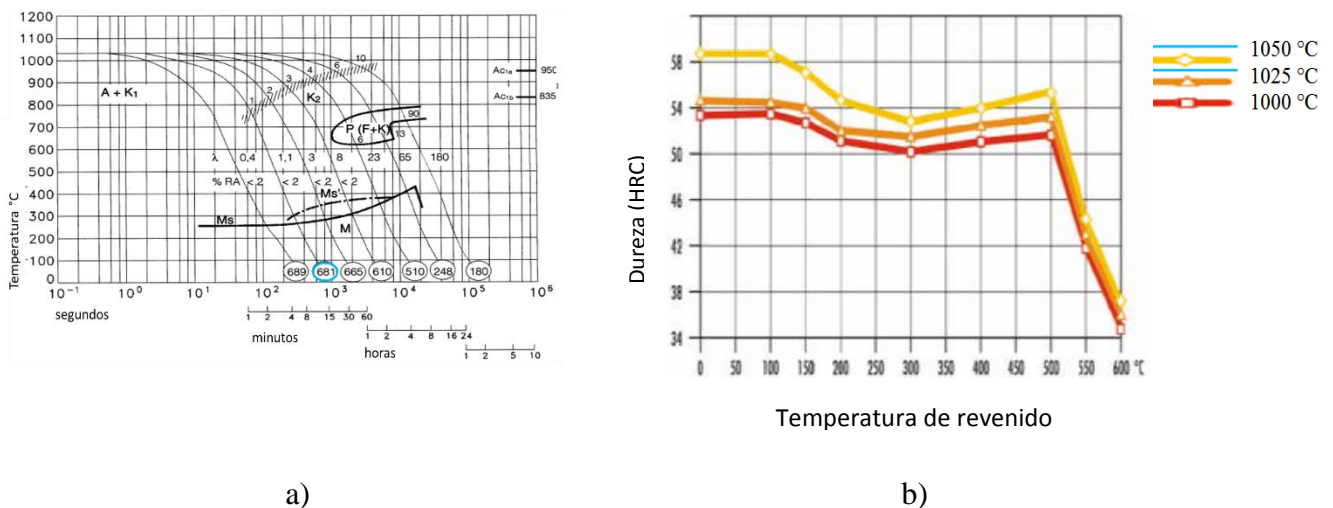
**ABSTRACT:** The martensitic stainless steels response to annealing, hardening and tempering heat-treating changing the microstructure, which is usually characterized by conventionally methods of microstructural characterization. However, there are not reports about nondestructive testing by monitoring of microstructural changes for heat-treating. The Magnetic Barkhausen Noise (MBN) has been explored by a nondestructive testing for microstructural changes. In this work, it is used the Magnetic Barkhausen Noise to assess microstructural changes in a martensitic stainless steel AISI-SAE 420, subjected to hardening heat treatment at 1020°C with air and oil cooling and subsequent tempering at temperatures of 100°C, for two hours. Microstructural characterization was performed using Scanning Electron Microscopy (SEM), Optical Microscopy (OM) and Vickers hardness tests (HV). It was found a relation between the microstructures by the different heat treating and *rms* (root mean square) values of the Barkhausen signals.

**Key words:** Magnetic Barkhausen Noise, Hardening and tempering, Martensitic stainless steels

# 1 INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables martensíticos se utilizan generalmente en estado bonificado pero también en estado blando como normalizado o con un revenido de alta temperatura con el fin de ser maquinado sin presentar cambios en el volumen. El tratamiento térmico en estos aceros no requiere de medios de enfriamiento severos, es así como el control de las propiedades mecánicas se puede realizar controlando la transformación austenita-martensita por medio de las temperaturas de austenización y medios de enfriamiento (1).

La composición de los aceros inoxidables martensíticos está entre el 11% y el 18% de cromo, que es un fuerte estabilizador de la ferrita (2) y hasta 1.20% carbono, que es el responsable de la transformación martensítica, contienen además cantidades pequeñas de otros elementos como azufre, aluminio y níquel. Típicamente, las temperaturas de austenización son suficientemente altas para garantizar la disolución de los carburos y la obtención de una estructura martensítica (1). En la Figura 1a, se muestra el diagrama de enfriamiento continuo y en la Figura 1b, las curvas de revenidos para temperatura de austenización en el temple de 1000°C, 1025°C y 1050°C, de un acero inoxidable martensítico AISI 420 comercial de composición 0.41%C-0.70%Si-0.45%Mn-14.3%Cr-0.49Ni-0.6%Mo, el cual se utilizó para realizar esta investigación.



**Figura 1.** Diagramas para el acero inoxidable martensítico comercial AISI 420, (a) Curvas de enfriamiento continuo (b) Curvas de revenido (3).

En el diagrama de la Figura 1a se observa que para que exista una disolución completa de carburos, el acero debe llevarse a temperatura de austenización por encima de 1025°C. Se observa que la nariz perlítica está bastante desplazada a la derecha, a una temperatura de 650°C en 15 minutos, esto hace posible la obtención de martensita mediante el temple en medios de enfriamiento como baño de sales, aceite, aire o aire comprimido. El inicio de la transformación martensítica ocurre a una temperatura de 260°C, y no se evidencia el fin de esta transformación, mientras que durante el revenido ocurren diferentes fenómenos de acuerdo a la temperatura de revenido, ver Figura 1b, los cuales son: el relajamiento de las tensiones residuales producidas durante el temple, lo cual disminuye la dureza, la redistribución de los átomos intersticiales de carbono en la red alfa formando una superred, la interacción entre los átomos de carbono y las dislocaciones produciendo un envejecimiento de

la ferrita deformada (4), la formación de carburos, lo cual aumenta la dureza. Al hacerle un revenido al acero AISI-SAE 420 en el rango de temperaturas de 100°C a 300°C, la dureza sufre apenas una disminución como se observa en el la Figura 1(b), debido a la descomposición de la austenita residual en ferrita y cementita, y a la difusión de carbono. Los métodos que se emplean usualmente para la identificación de las microestructuras después del tratamiento térmico comprenden los métodos convencionales como microscopía óptica y medición de durezas, los cuales son destructivos. Una alternativa para el monitoreo de variación microestructural de manera no destructiva es la aplicación del ruido magnético de Barkhausen (RMB).

El Ruido Magnético de Barkhausen (RMB) describe el efecto que ocurre siempre que un material ferromagnético es sometido a un campo magnético externo inducido (5). Al aumentar el campo magnético, se observa un aumento en la inducción magnética, la cual no sucede de forma continua, sino a manera de saltos abruptos, los cuales son irreversibles, y con un aumento leve en la inducción. Estos cambios discontinuos en la inducción se conocen como saltos de Barkhausen y son producidos por un movimiento abrupto e irreversible de las paredes de dominio magnético, como respuesta al cambio del campo magnético. El movimiento de las paredes de dominio es el fenómeno que más contribuye en el RMB, sin embargo también existe la influencia de la rotación discontinua abrupta de la dirección de magnetización en los dominios. Las paredes de dominio se comportan como membranas elásticas cuando son sometidas a campos magnéticos, de tal manera que bajo la acción de bajos campos, sufren una deformación reversible. Cuando el valor del campo magnético se aumenta, la fuerza sobre la pared de dominio excederá la fuerza restrictiva debido a los puntos de anclaje (los cuales son discontinuidades del material como dislocaciones, fases precipitadas, vacancias, inclusiones) y el movimiento de la pared se torna rápido e irreversible produciendo una discontinuidad en la tasa de cambio de magnetización con el tiempo (6). La disminución o aumento del ruido de Barkhausen evidencia las variaciones microestructurales del material como por ejemplo se sabe que cuando aumenta la dureza hay un descenso en la señal de Barkhausen (7-8), esto debido a que los defectos en los arreglos atómicos actúan como obstáculos al movimiento de las paredes de dominio (9), y ésta necesita mucho más energía para sobrepasar el obstáculo haciendo que caiga la señal de Barkhausen, este mismo mecanismo explica la caída de la señal de Barkhausen con el aumento de las tensiones residuales (7,10) y los límites de grano (11-12). El RMB se ha propuesto como una técnica de ensayo no destructivo para caracterizar materiales ferromagnéticos debido a que en investigaciones sobre el fenómeno se ha encontrado que es sensible a cambios microestructurales (13), de tamaño de grano (12), de dureza y de tensiones residuales (7), lo que permiten inferir que el RMB es sensible a los cambios provocados por los diferentes tratamientos térmicos.

En cuanto a aceros inoxidable se han encontrado algunos trabajos en aceros inoxidable austeníticos, evaluando la textura de laminación o la martensita en fatiga (14), también trabajos sobre la dureza, esfuerzos residuales y los daños por fatiga en aceros inoxidable ferríticos (8) y algunos trabajos sobre esfuerzos residuales de la fase ferrítica en aceros dúplex (10). Poco se ha encontrado sobre la evaluación de la técnica RMB en aceros inoxidable martensíticos, pero se resaltan algunos estudios en aceros inoxidable austeníticos, como por ejemplo la evaluación de la textura de laminación del acero inoxidable austenítico AISI 304 laminado en frío (15), en el cual se induce martensita por el proceso de deformación. El objetivo de este trabajo es evaluar las variaciones de las señales de RMB en

aceros inoxidables martensíticos, sometidos a diferentes tratamientos de temple y revenido, comparando con los cambios microestructurales y de dureza.

## 2 MATERIALES Y MÉTODOS

Para llevar a cabo esta investigación se tomó una barra de acero AISI-SAE 420 comercial de 50 mm de diámetro cuya composición química se determinó mediante espectrometría de emisión óptica en un equipo marca SHIMADZU, modelo: OES 5500. Se dividió en discos de 8 milímetros de espesor a los cuales se le realizó un recocido isotérmico austenizando a 1000°C durante 30 minutos, luego bajando la temperatura hasta 700°C y sosteniendo durante 2 horas, para homogenizar la microestructura y la dureza a través del diámetro y partir de la misma condición en todas las muestras. Para los temples se definieron dos factores, temperatura y medio de enfriamiento y dos niveles de cada factor (bajo y alto) tal como se especifica en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Factores y niveles.

<b>Factores</b>	<b>Nivel 1-Bajo(-)</b>	<b>Nivel 2-Alto(+)</b>
<b>Temperatura (°C)</b>	1020 (T1)	1050 (T2)
<b>Medio de enfriamiento</b>	Aire (M1)	Aceite (M2)

Todas las probetas templadas fueron revenidas a 100°C, con sostenimiento durante dos horas y enfriamiento al aire, este tratamiento se realizó con el fin de aliviar las tensiones residuales del material, ya que la martensita que se obtiene en el temple es muy dura pero a la vez frágil.

El modelo experimental utilizado es un tratamiento con diseños factoriales 2<sup>2</sup>, el arreglo factorial consistió de todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores de los tratamientos. El orden de las corridas fue definido por el diseño de experimento de forma totalmente aleatoria y cada ensayo se realizó por duplicado.

La caracterización microestructural se realizó mediante microscopía óptica (MO) en un microscopio marca OLYMPUS modelo PME3 y microscopía electrónica de barrido (MEB) en microscopio electrónico JEOL JSM-6490LV, para lo cual las muestras se prepararon con desbaste grueso con lija 100, luego a un desbastado fino pasando por una serie de lijas 240, 340, 400 y 600, para un posterior pulido en paño usando como abrasivo polvo de alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Se realizaron observaciones en el microscopio óptico hasta 1000 aumentos, y también mediciones de tamaño de grano con el software NIS Elements acoplado al microscopio óptico. Estas mismas probetas fueron observadas en MEB hasta 20.000 aumentos. La preparación de las probetas se realizó siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E 3-01. Paso seguido se procedió con la realización del ensayo de dureza, para estas mediciones se optó por la dureza Vickers de acuerdo a la norma ASTM E 92 – 82(2003), realizando mediciones HV 30. Para las mediciones de RMB las muestras se pulieron hasta lija 100 por una de las caras de los discos de 8 mm de espesor con el fin de asegurar las mismas condiciones superficiales en todas las probetas y retirar la capa de óxido producida durante los diferentes tratamientos térmicos y se escogió una dirección aleatoria en la probeta, sobre la cual se realizaron todas las mediciones, esto con el fin de disminuir el factor de error producido por el cambio en la dirección de magnetización. Para estas mediciones se generó un campo magnético variable al pasar una corriente variable, controlada por una onda sinusoidal a través de una bobina alrededor de un núcleo de ferro-níquel, la excitación del campo se

controló definiendo los parámetros de entrada, frecuencia de 10 Hz y corriente de excitación de 1,5 A. La respuesta del material se adquirió mediante una bobina sensora inductiva que capta los pulsos electromagnéticos emitidos por los saltos de Barkhausen durante la magnetización del material, estos pulsos son amplificados, filtrados y digitalizados, adquiriendo así la señal de Barkhausen, los parámetros de adquisición de la señal fueron un filtro pasa banda de 1-100KHz, una frecuencia de adquisición de 200kHz, y una ganancia de 10, el análisis de estas señales se realizó mediante el parámetro RMS de la señal. El software MAGVIEW para el control de los parámetros y la adquisición de la señal de Barkhausen se desarrolló en LADIN en la Universidad de São Paulo.

La designación de las muestras de acuerdo a los tratamientos de temple realizados se muestra en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Designación de las muestras en las diferentes condiciones.

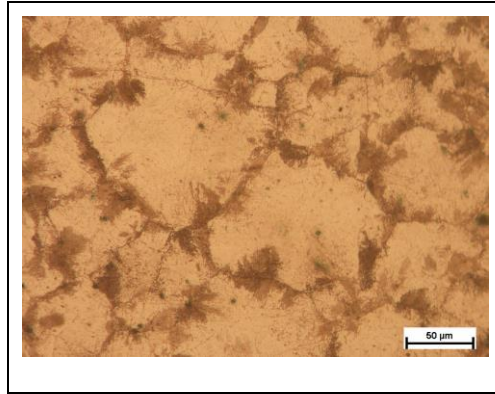
<b>Designación</b>	<b>Tratamiento</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Medio de enfriamiento</b>
<b>10</b>	Temple 1	1020°C	Aire
<b>20</b>	Temple 2	1020°C	Aceite
<b>30</b>	Temple 3	1050°C	Aire
<b>40</b>	Temple 4	1050°C	Aceite

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El resultado de la espectrometría de emisión óptica se presenta en la Tabla 3, permitiendo corroborar que la composición química corresponde al acero AISI-SAE 420 y la microestructura después del recocido está compuesta por ferrita con pequeñas colonias de perlita en los límites de grano como se aprecia en la Figura 2.

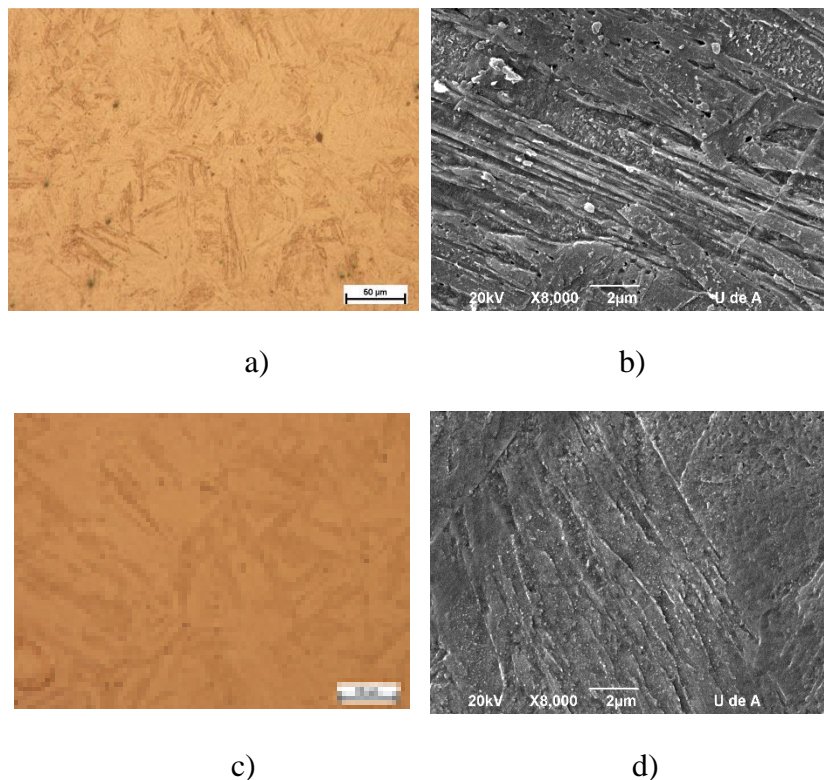
**Tabla 3.** Composición química de Acero AISI-SAE 420 obtenido por espectrometría de emisión óptica.

<b>Elemento</b>	<b>Fe</b>	<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>
<b>Porcentaje (%)</b>	85,760	0,214	0,489	0,504	12,335



**Figura 2.** Microestructura en el estado recocido obtenida por microscopía óptica.

Los resultados de la microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido revelaron que todas las probetas templadas presentan una estructura martensítica con pequeñas variaciones en la morfología de la martensita, así como algunos cambios en la cantidad y distribución de las placas de martensita. En las figuras 3a y 3c se muestran imágenes de microscopía óptica y en las figuras 3b y 3d se muestran imágenes de MEB de las probetas templadas al aire y en aceite desde una temperatura de 1020°C, respectivamente.



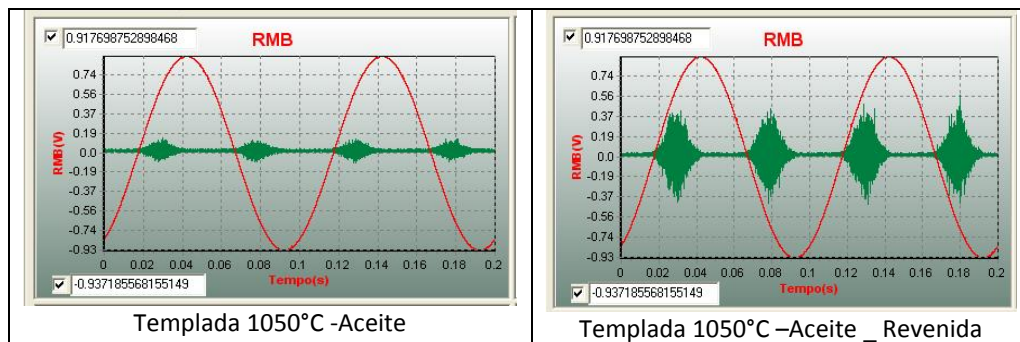
**Figura 3.** Microestructura de las muestras templadas al aire desde 1020°C a) obtenida por microscopía óptica, b) obtenida por MEB, templadas en aceite desde 1020°C c) obtenida por microscopía óptica, d) obtenida por MEB.

Al comparar las muestras enfriadas al aire y las enfriadas en aceite, se observó que estas últimas presentan listones de martensita de mayor tamaño y más gruesos que las muestras

enfriadas al aire, para ambas temperaturas, esto debido a que la velocidad de enfriamiento es mucho mayor para el aceite al ser un medio de enfriamiento más severo que el aire, además la fase transformada conserva características de la fase matriz: como la composición química, o sea que no hay tiempo para la difusión. De acuerdo con el contenido de carbono en la aleación (0.41% C), se espera que la estructura cristalina de la martensita sea tetragonal compacta y así a medida que la velocidad de enfriamiento disminuye, la difusión del carbono puede ocurrir obteniendo una estructura menos saturada.

Se observó que los paquetes de martensita presente en las muestras con temperatura de austenización de 1020 °C son más pequeñas y más finas que la martensita con temperatura de 1050°C, esto se debe al tamaño de grano austenítico alcanzado, el cual es menor para la menor temperatura de austenización.

Estos cambios microestructurales observados en las distintas condiciones de temple son los responsables de la evolución de la dureza y la respuesta ferromagnética de este acero. En la Figura 4 se muestra un ejemplo de una señal de RMB obtenida para diferentes condiciones. La línea roja muestra el comportamiento del campo aplicado, mientras que la señal de Barkhausen se presenta como un ruido.

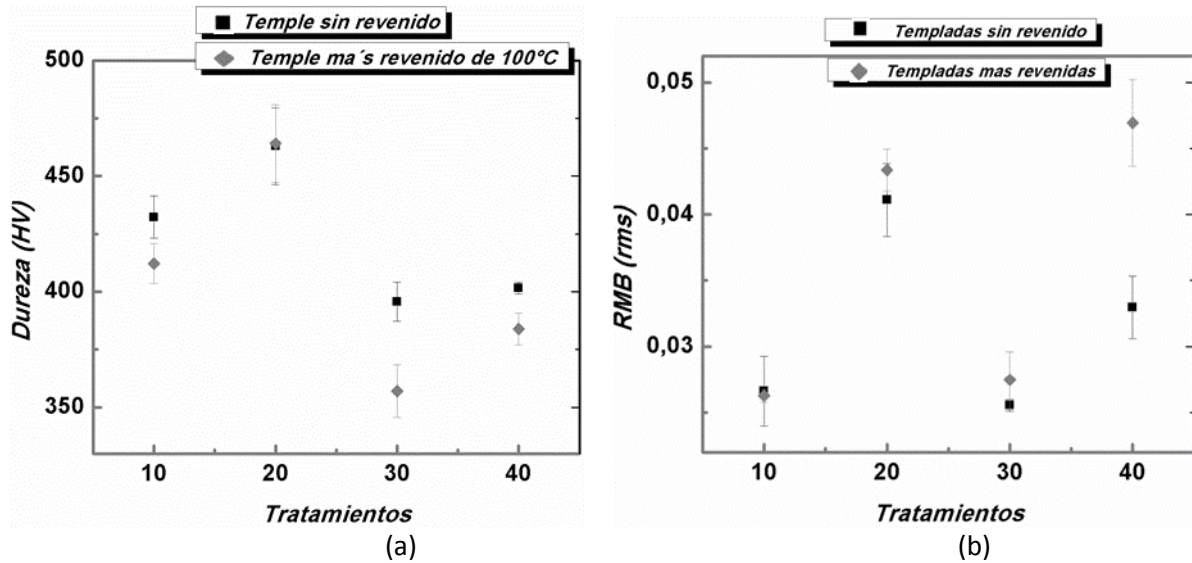


**Figura 4.** Señal de Barkhausen obtenida para las muestra templada a 1050°C enfriada en aceite y revenida a 100°C.

Puede evidenciarse de la Figura 4 que hay diferencias en la señal de RMB de las muestras templadas, y después del tratamiento de revenido. Se observa en general un aumento de la amplitud de las emisiones de RMB después del revenido. Estas señales son las que se analizan para determinar el parámetro *root mean square* (rms), para correlacionarlo con la variación microestructural.

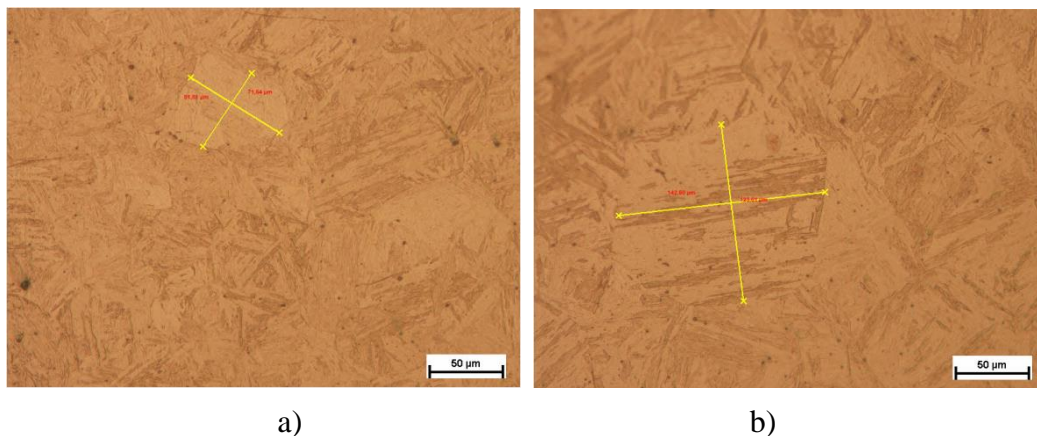
En la Figura 5a se presentan los resultados obtenidos de las mediciones de dureza en las muestras templadas y templadas con el revenido a 100°C. En la Figura 5b se muestran los resultados de los valores *rms* de la señal de Barkhausen para las mismas muestras.





**Figura 5.** Valores de (a) Dureza (HV) y (b) rms del RMB, en muestras templadas y templadas más revenidas.

Se observa de la Figura 5a una disminución de dureza después del revenido de cada probeta, y en la Figura 5b se evidencia un aumento en la señal de Barkhausen, este comportamiento se atribuye a un alivio de tensiones en la estructura martensítica debido a la difusión del carbono, también se advierte en la Figura 5a menores durezas en la condición de temperatura de 1050 °C (muestras 30 y 40) que en la condición de 1020 °C (muestras 10 y 20), para ambos medios de enfriamiento, esto se explica debido al crecimiento de grano austenítico previo por el aumento de la temperatura. En la Figura 6 se observan las micrografías de dos muestras templadas en aceite y con tiempo de sostenimiento de 30 minutos, pero partiendo de dos temperaturas de austenización diferentes, 1020°C (Figura 6a) y 1050°C (Figura 6b), se advierte que para la mayor temperatura, el tamaño de grano de grano de austenita previa a la transformación es mayor. Por medio de mediciones de los tamaños de grano de diferentes muestras a ambas temperaturas se encontró que a 1020°C el tamaño de grano se encontraba en un rango entre 50-100 µm, mientras que a 1050°C se encontraba entre un rango de 140 y 180 µm.



**Figura 6.** Muestras templadas a 1020°C (izquierda) y a 1050°C (derecha), ambas enfriadas en aceite



La diferencia entre los tamaños de grano no solo disminuye la dureza de las muestras templadas a 1050°C sino que también permite explicar el mayor aumento de la señal de Barkhausen observado en la Figura 5b. Debido a que los límites de grano actúan como obstáculo al movimiento de las paredes de dominio, un mayor tamaño de grano implica una menor cantidad de límites de grano por lo tanto las emisiones de la señal RMB son mayores (16). Así se puede explicar que al pasar de 1020°C a 1050°C se obtiene un decremento en la dureza y un aumento en la señal de RMB. Cabe mencionar que estos mismos resultados se encontraron tanto en las muestras principales como en las réplicas.

#### 4 CONCLUSIONES

- Se concluye que el RMB es sensible a los cambios microestructurales provocados por revenidos a 100°C sobre el acero AISI-SAE 420 templado.
- El RMB es sensible a los cambios microestructurales y de dureza provocados por los diferentes tratamientos térmicos de temple y revenido, a temperaturas de 1020°C y 1050°C realizados sobre un acero inoxidable martensítico AISI-SAE 420. La disminución en dureza producida por el revenido generó un aumento de la señal de RMB.
- Las mediciones de ruido Magnético Barkhausen realizadas en el acero AISI-SAE 420 revelan una correlación entre la intensidad de la señal de Barkhausen y las temperaturas de temple, así como con el medio de enfriamiento. El efecto combinado de la dureza, el tamaño de grano y los cambios en la morfología de la martensita determinados mediante MEB y MO resultaron ser responsables de la evolución de la respuesta de ruido Barkhausen.

#### 5 AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecemos al grupo GIPIMME de la Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia por la utilización de las instalaciones para los tratamientos térmicos y la caracterización microestructural, y la estrategia de sostenibilidad 2014-2015 por el apoyo financiero y al laboratorio LADIN en la Universidad de Sao Paulo, São Paulo, Brasil, por la utilización de las instalaciones para la medición del ruido magnético de Barkhausen.

#### 6 REFERENCIAS

- (1) VALENCIA, A. *Transformaciones de fase en Metalurgia*. Ed. Universidad de Antioquia Medellín, 1998.
- (2) SOURMAIL, T., BHADESHIA H. K. D. H. *Stainless Steels*. Recuperado de: [http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2005/Stainless\\_steels/stainless.html](http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2005/Stainless_steels/stainless.html). 2005
- (3) BOHLER. Recuperado de: <http://www.bohler.at/deutsch/files/downloads/M310DE.pdf>. Octubre, 2006.
- (4) VALENCIA, A. *Tecnología del tratamiento térmico de los metales*, Ed. Universidad de Antioquia, Medellín, 1992.

- (5) BARKHAUSEN, H. Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen. *Physik Z.* Vol 20, pp. 401–403, 1919.
- (6) DURIN, GIANFRANCO S. Z. The Barkhausen effect. *The Science of Hysteresis* vol. II: 1-42, 2004
- (7) GRUM, J; ZEROVNIK, P. Use of Barkhausen effect in measurement of residual stresses in steel after heat treatment and grinding. **In:** 15 World Conference Nondestructive testing. Roma.2000.
- (8) D. O’SULLIVAN, M. COTTERELLA, D.A. TANNERB, I. MÉSZÁROS. Characterisation of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques. *NDT&E International* Vol 37, pp. 489–496, 2004.
- (9) ALESSANDRO, B. B., CINZIA; BERTOTTI, GIORGIO; MONTORSI, ARIANNA. Domain-wall dynamics and Barkhausen effect in metallic ferromagnetic materials. I. Theory." *Journal of Applied Physics* Volume 68(Issue 6): pp.2901-2907, 1990.
- (10) M. LINDGREN, T. L. Relation between residual stress and Barkhausen noise in a duplex steel. *NDT&E International* Vol 36, pp. 279–288, 2003.
- (11) ANGLADA-RIVERA, J. P., L.R., CAPÓ-SANCHEZ, J. Magnetic Barkhausen noise and hysteresis loop in commercial carbon steel: influence of applied tensile stress and grain size. *Journal of magnetism and magnetic materials.* 231, pp. 299-306, 2001.
- (12) YAKAMURA, S. F., Y. WATANABE, T. The effect of grain boundary microstructure on Barkhausen noise in ferromagnetic materials. *Acta materialia* V 49, pp. 3019-27, 2001.
- (13) CAPÓ-SANCHEZ, J., PADOVESE, L.R., SERNA-GIRALDO, C.P. *Utilización del Efecto Barkhausen en el Análisis Estructural de Muestras de Acero al Carbono.* II Congreso Nacional de Engenharia Mecânica. João Pessoa, 2002.
- (14) VINCENT A, L. PASCO A, M. MORIN A, X. KLEBER A, M. DELNONDEDIEU B. Magnetic Barkhausen noise from strain-induced martensite during low cycle fatigue of 304L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 53, pp 4579-4591, 2005.
- (15) S. PALIT SAGAR, B. R. K., G. DOBMANN, D.K. BHATTACHARYA. Magnetic characterization of cold rolled and aged AISI 304 stainless steel. *NDT& E international.* Vol 38, pp. 674–681, 2005.
- (16) RANJAN, R.; JILES, D.; RASTOGI, P.K. *Magnetic properties of decarburized steels: an investigation of the effects of grain size and carbon content.* IEEE Transactions on Magnetics. Vol 23. n 3, p 1869-1876, 1987.