

INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE CARGA CATODICA DE HIDROGENO SOBRE LAS TRANSFORMACIONES MARTENSITICAS DE UN ACERO INOXIDABLE METAESTABLE

A. E. Pontini*, J. D. Hermidia y C. A. Andreone

Departamento Materiales, Gerencia Desarrollo
Comisión Nacional de Energía Atómica
Av. Libertador 8250, 1429 Buenos Aires

Se analizaron las condiciones de carga que permiten introducir gran cantidad de hidrógeno en solución en la austenita. Se comprobó la influencia de la geometría de los electrodos sobre la repetitividad de las experiencias. Para nuestra geometría se observó que a densidades de corriente menores ó iguales a 15 mA/cm^2 no se produce transformación martensítica por carga y a esta densidad de corriente, un tiempo de carga de 24 horas permite introducir gran cantidad de hidrógeno en solución con una microdeformación despreciable.

I. INTRODUCCION

Cuando el acero inoxidable metaestable cuya fase a temperatura ambiente es γ (fcc), es deformado a temperaturas inferiores a 373 K se produce una transformación martensítica que da origen a las fases ϵ (hcp) y α' (bct), sin cambio en la composición, siendo la secuencia de transformación $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$. Se sabe que el H en solución favorece y estabiliza la fase ϵ ¹. Pero, cuando se carga catódicamente con hidrógeno, en condiciones tales que, los gradientes de concentración son grandes en un espesor pequeño, se generan microtensiones que también producen la transformación martensítica de esta aleación metaestable^{2,3}.

El objetivo del presente trabajo fue la puesta a punto de las condiciones de carga catódica que permitan introducir gran cantidad de hidrógeno, pero a la vez no haya transformación por carga, es decir que no haya una transformación previa que enmascare el efecto del hidrógeno en solución en la transformación de la austenita por deformación.

II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se utilizó una aleación de Fe-Cr-Ni fundida en el laboratorio, cuya composición química se halla dentro de lo especificado por la Norma AISI para el tipo 304L.

La carga catódica se realizó en una celda electro-lítica sumergida en un baño de aceite termostatizado. Se utilizó un ánodo de Platino y como electrolito una solución de Na (OH), 1N con 250 mg / l de AsO_2Na_2 con catalizador. Se variaron en la carga catódica el tiempo y la densidad de corriente. De-

bido a la baja difusividad del hidrógeno en la austenita, para introducir hidrógeno en el interior del material en tiempos razonables, se debe cargar a la máxima temperatura posible, esto es 373 K para una solución como electrolito a presión atmosférica.

La cantidad de hidrógeno introducido se cuantificó en forma indirecta a través de su efecto sobre la transformación martensítica después de la deformación. Para ello se determinó la concentración en volumen de las fases y las microtensiones presentes mediante difracción de rayos x.

III. RESULTADOS Y DIFUSION

1. REPETITIVIDAD

Utilizando el ánodo tradicional tipo espiral no se

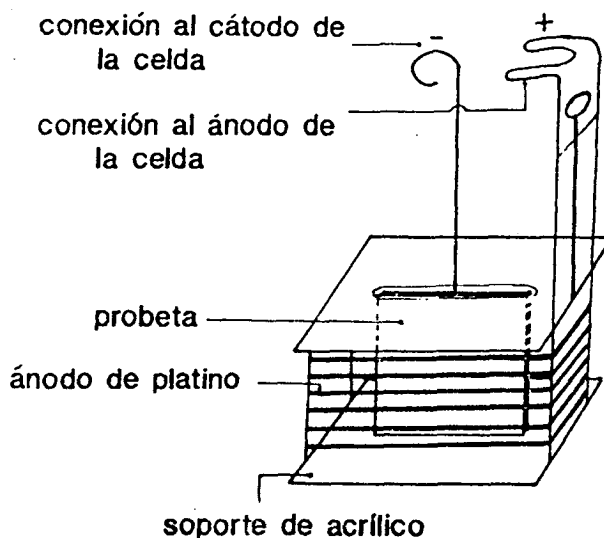
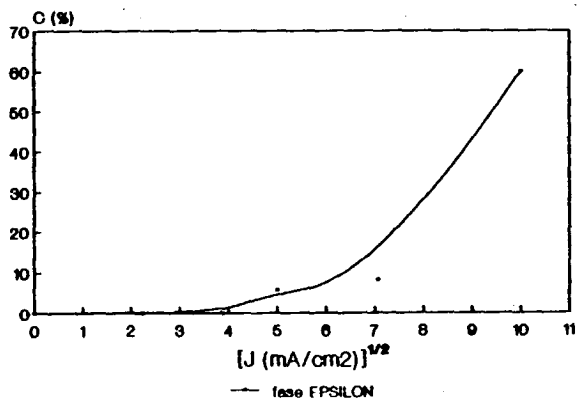


Figura 1: Montaje fijo del ánodo y la probeta.

* CONICET

C (%) - CORRIENTE
Tpo=2hs, Temp=373K



DRX inmediatamente dp. de la carga

Figura 2: Concentración de la martensita ϵ en función de la densidad de corriente.

lograba repetitividad en la concentración de fases obtenidas dado que variaba la cantidad de hidrógeno introducida debida a la diferente posición del ánodo respecto de la probeta. Para subsanar esto, se diseñó un montaje fijo del ánodo y la probeta (figura 1) que permite mantener en todas las cargas la misma distancia entre ambos. Se notó, además, que aún manteniendo la misma densidad de corriente, si se variaba el tamaño de la probeta, la cantidad de hidrógeno introducido no era la misma. Dada esta inhomogeneidad en el número de líneas de campo por unidad de área inherente a la geometría de los electrodos, para asegurar la repetitividad fue necesario mantener el mismo tamaño de probeta, cuyas dimensiones se ajustaron al milímetro. De esta forma se logró una repetitividad en los resultados de la concentración de las fases presentes después de la carga y laminación del orden de 2%.

2. ESTUDIO DE LAS CONDICIONES DE CARGA CATODICA

Si se mantienen constante la composición del electrolito y la densidad de corriente, se fija el valor de la concentración de hidrógeno sobre la superficie, entonces el contenido total de hidrógeno depende solamente de la raíz del tiempo de carga. Se observa que para una densidad de corriente de 100 mA/cm², la concentración de ϵ es prácticamente constante dentro de una franja de error del 7%, para tiempos de carga mayores a 1 hora. Esto concuerda con el hecho que, a partir de una hora de carga a 373 K, la concentración de hidrógeno es superior a la crítica de transformación¹ en los 10 μ m de espesor analizados por la radiación de Co - K α .

Se disminuyó progresivamente la densidad de

ANCHO INTEGRAL para distintos tiempos

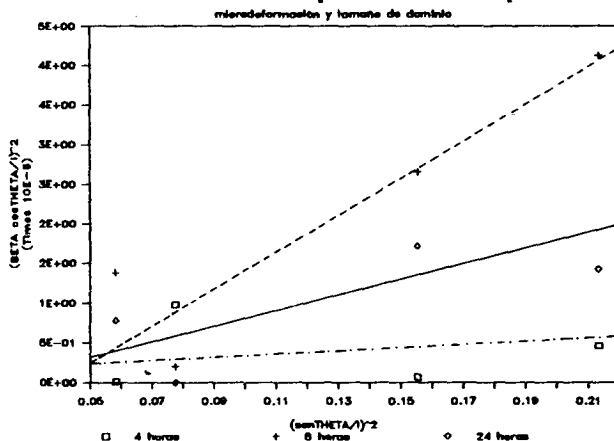


Figura 3: Variación de la microdeformación y el tamaño de dominio con el tiempo de carga catódica.

corriente manteniendo constante el tiempo de carga. Con el objeto de eliminar efectos de borde, se duplicó el tiempo de una hora necesario para hidrogenar la capa irradiada. Como se muestra en la figura 2, por debajo de 15 mA/cm² no hay transformación martensítica. Debe notarse que este valor es muy sensible a la geometría.

Dado que el contenido total de hidrógeno aumenta con la raíz cuadrada del tiempo, se aumentó el tiempo de carga a 4, 8 y 24 horas, manteniendo la corriente en 15 mA/cm². Como a ninguno de estos tiempos se produjo transformación, se decidió utilizar como una medida de la cantidad de hidrógeno introducido al ancho integral, dado que las microtensiones generadas por el gradiente de concentración de hidrógeno contribuyen al ensanchamiento del pico de difracción. Además, cuando hay una disminución del tamaño de dominio por efecto de fallas de apilamiento, D^{PF} el ancho integral, β , varía con el ángulo de difracción, θ , para la longitud de onda λ en la forma dada por la expresión⁴.

$$[\beta(2\theta)]^2 = \left[\frac{1}{D_1^{PF} \cos \theta} \right]^2 + [4\epsilon_1 \tan \theta]^2 \quad (1)$$

donde $\epsilon_1 = \Delta d / d$ es la microdeformación si d es el espaciado cristalino.

En la figura 3, se muestra el gráfico de $(\beta \cos \theta)^2$ vs $(\sin \theta / \lambda)^2$ para los distintos tiempos de carga. Se observa en este gráfico una dispersión que no se debe a fallas sino que está dentro de los errores ($\approx 10^{-6}$). Si se hace pasar una recta, teniendo en cuenta estas franjas de error, se obtiene que el tamaño de dominio, dado por la inversa de la ordenada al origen similar para todos los tiempos, y la microdeformación, dada por la pendiente es mínima

para un tiempo de carga de 4 horas pero la cantidad de hidrógeno introducido es baja, por lo tanto un tiempo de 24 horas es el más apropiado.

IV. CONCLUSIONES

De los estudios realizados se deriva que una densidad de corriente de 15 mA / cm² y un tiempo de carga de 24 horas permiten introducir hidrógeno en solución sin producir transformación martensítica, ni fallas de apilamiento con una microdeformación despreciable. Estos valores son muy sensibles a la geometría de la celda de carga.

V. REFERENCIAS

1. C. A. Andreone, J. D. Hermida y A. E. Pontini, Proc. Conf. "Alloy Theory and Phase Equilibra-da", ASM, 1985.
2. A. Atrens, J. J. Bellina, N. F. Fiore y R. J. Coyle, Proc. Conf. "Metals Physics of St. St., AIME 54, 1978.
3. P. Rozenak, L. Zevin y D. Eliezer, J. Mater. Scie. Letters 2, pp.63-66, 1983.
4. B. E. Warren, X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing Co., USA, 1967.