Asociación Argentina



de Mecánica Computacional

Mecánica Computacional Vol XXVII, págs. 1355-1363 (artículo completo) Alberto Cardona, Mario Storti, Carlos Zuppa. (Eds.) San Luis, Argentina, 10-13 Noviembre 2008

RELACIÓN ENTRE LAS LÍNEAS DE DESLIZAMIENTO Y EL CRECIMIENTO DE FISURAS CORTAS CON LAS ORIENTACIONES ENTRE GRANOS VECINOS

Ma. C. Marinelli^a, A. El Bartali^b, J.W. Signorelli^a, S. Degallaix^b, I. Alvarez^a

^a Instituto de Física Rosario, Universidad Nacional de Rosario, 27 de Febrero 210 bis, 2000 Rosario, Argentina, marinelli@ifir.edu.ar www.ifir.edu.ar ^bLavoratoire de Mécanique de Lille(UMR,CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille,Cité Scientifique-BP48,59651 VilleneuveD'ASCQ Cedex, Francia, ahmed.elbartali@ec-lille.fr, http://lmlm6-62.univ-lille1.fr

Palabras claves: Acero inoxidable dúplex, Fatiga de bajo número de ciclos, Líneas de deslizamiento, Fisuras, EBSD

Resumen. El presente trabajo tiene como objetivo estudiar durante la vida en fatiga la evolución de las líneas de deslizamiento, nucleación y propagación de microfísuras en dos aceros inoxidables austeno-ferríticos con distinto contenido de nitrógeno, en relación con las orientaciones cristalográficas entre granos vecinos. Para ello se propone emplear un modelo geométrico sugerido por Zhai et al. (2000) el cual ha sido empleado con éxito en relacionar los efectos de la textura local en el crecimiento de fisuras cortas en aleaciones de Al-Li 8090 y AA2026. Recientemente este modelo fue utilizado para explicar el crecimiento de fisuras por fatiga de bajo número de ciclos en un acero dúplex SAF 2507 laminado (Signorelli et al., 2007) Los mecanismos microscópicos de deformación fueron observados in-situ a través de una cámara CCD (Charged Coupled Device) equipada con un macroobjetivo. La textura local del material, en su estado inicial, se midió utilizando la técnica de EBSD (electrón back scatter diffraction). El presente análisis muestra la factibilidad de interpretar el crecimiento de fisuras cortas en términos del ángulo de distorsión, formado por los planos de fisura sobre el borde de grano, en los aceros inoxidables dúplex SAF 2507 y X2 CrNiMo. En ambos casos la actividad plástica se presenta inicialmente en la fase austenítica y a medida que se continúa ciclando ésta se ve reflejada en la fase ferrítica. Sin embargo, ambos aceros presentan diferencias apreciables en el modo de nucleación de las fisuras, ya que en el acero X2 CrNiMo 25-07 se forma una microfisura intergranular mientras que en el SAF 2507 se nuclea en forma transgranular. En base a este comportamiento se evaluó el ángulo de distorsión para cada sistema de deslizamiento conectado entre granos vecinos y así poder determinar la probabilidad de que la fisura atraviese el borde de grano.

1 INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables dúplex son aleaciones bifásicas, formadas de austenita y ferrita. Desde el punto de vista cristalográfico, las dos fases tienen una estructura diferente: la austenita es de tipo FCC mientras que la ferrita es de tipo BCC y están generalmente ligadas por relaciones de orientación particulares. Esto hace que los aceros dúplex posean propiedades mecánicas y corrosivas que ambas fases por separado no pueden alcanzar. De esta manera pasan a ser más atractivos que los tradicionales aceros austeníticos. En los últimos años ha crecido un interés en estudiar el comportamiento de estos aceros en fatiga. Sin embargo existen pocos trabajos concernientes al estudio de fisuras en este material. En particular Alvarez-Armas et al. (2007) y Marinelli et al. (2007) centraron su trabajo en el estudio de la microestructura y formación de fisuras en aceros de bajo y alto contenido de nitrógeno, analizando la estructura de dislocaciones desarrollada justo por debajo de la superficie.

Generalmente, el crecimiento de fisuras cortas se realiza a lo largo de un plano de deslizamiento dentro del grano y son frecuentemente deflectadas por el borde de grano. A diferencia de las fisuras largas, la mayoría de las fisuras cortas no se propagan, siendo sólo unas pocas las que logran desarrollarse. Es aceptado, que este comportamiento se debe a una sensibilidad de las fisuras cortas a la variación de la microestructura presente en el frente de la fisura. En este sentido, los bordes de grano forman una barrera significativa al crecimiento de las fisuras cortas. Zhai et al. (2005), asumiendo que la fisura se desarrolla en planos cristalográficos, asocian esta resistencia a los planos de deslizamiento que ésta utiliza para propagarse de un grano al vecino. Este modelo, ha sido empleado con éxito en relacionar los efectos de la textura local en el crecimiento de fisuras cortas en aleaciones de Al-Li 8090 y AA 2026. Signorelli et al. (2007) han mostrado la factibilidad de utilizar dicho modelo en la interpretación del comportamiento de microfisuras en un acero superdúplex SAF2507.

La Figura 1 muestra un esquema del modelo cristalográfico estudiado. Se definen dos parámetros cristalográficos que describen la trayectoria y la interacción de la fisura con el borde de grano. El parámetro α es ángulo formado por la intersección de los planos de deslizamiento en ambos granos con el plano del borde de grano. Este ángulo representa la resistencia de la fisura a propagarse de un grano a su vecino. El parámetro β es el ángulo formado por las trazas de los planos de deslizamiento involucrados con la superficie. Un valor elevado de β tiende a reducir la fuerza conductora en el frente de fisura (Suresh, 1983). Los valores de α y β pueden ser calculados en función de las siguientes relaciones:

$$\alpha = \arccos \left(\mathbf{B} \mathbf{G} \wedge \mathbf{N}_1 \times \mathbf{B} \mathbf{G} \wedge \mathbf{N}_2 \right)$$

$$\beta = \arccos \left(\mathbf{S} \wedge \mathbf{N}_1 \times \mathbf{S} \wedge \mathbf{N}_2 \right)$$
(1)

Siendo **BG** la normal al plano que define el borde de grano, **S** la normal a la superficie y N_1 y N_2 las normales a los planos de deslizamiento de la fisura en los granos 1 y 2 respectivamente.

En el presente trabajo se estudia la evolución de las líneas de deslizamiento, nucleación y propagación de microfisuras en dos clases de aceros inoxidables dúplex con distinto contenido de nitrógeno, en relación con la textura local del material.



Figura 1: Modelo cristalográfico de crecimiento de la fisura a lo largo del plano de deslizamiento cristalográfico.

2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Material

Los ensayos de fatiga se realizaron en probetas cilíndricas de acero dúplex X2 CrNiMo 25-07 y en probetas planas extraídas de una barra de 20mm de diámetro de SAF 2507, cuyas composiciones químicas en % peso se describen en la Tabla 1:

Dupicx A2 CITAINO 25-07										
Cr	Ni	Mo	С	Ν	Mn	Si	Cu	Р	S	γ/ α
24.68	6.54	2.84	0.024	0.17	0.79	0.62	0.07	0.021	< 0.003	40/60
Dúplex SAF 2507										
Cr	Ni	Mo	С	Ν	Mn	S	Cu	Р	S	γ/α
24.68	7.00	3.79	0.015	0.263	0.40	0.30	0.31	0.015	0.0005	50/50

Dúplex X2 CrNiMo 25-07

Tabla 1: Composición química del los materiales estudiados y fracción de volumen de las fases constitutivas

Previo al ensayo de fatiga se analizó la textura local a través de la técnica de *electrón back* scatter diffraction (EBSD), utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL 6100 con un sistema de orientación de imágenes que permite mapear un área relativamente pequeña del material. Con esta técnica se pudo determinar la orientación cristalográfica punto a punto, junto con la topología y morfología de la estructura granular. El área analizada es de 600x800 μ m² con una resolución de 0.5 μ m lo cual representa alrededor de 120.000 puntos. Durante el ensayo de fatiga fueron llevadas a cabo observaciones in-situ utilizando una cámara CCD (*Charged Coupled Device*) equipada con un macro-objetivo montada en la máquina de ensayos a través de tablas micrométricas 3D. Cada micrografía representa un área de 100x100 μ m². La orientación cristalina de los granos está definida en los ejes principales del cristal, relativa a los ejes principales de la muestra. Los datos de las orientaciones están dados en la notación de ángulos de Euler Φ_1 , Φ_2 en convención de Bunge.

Los ensayos de fatiga fueron realizados a temperatura ambiente bajo control de deformación total con una amplitud de 5×10^{-3} y una velocidad de deformación de 2×10^{-3} s⁻¹. Durante el ciclado se hizo un seguimiento de la evolución de la deformación parando el ensayo en diferentes números de ciclos (0, ¹/₄, ³/₄, 1, 4, 20, 50, 100, 200, 350, 500, 750, 1000, 1250, 1400, 1500, 1600, 1750, 1900, 2000, 2200, 2300). Luego de los 2300 ciclos se observaron las fisuras en un microscopio electrónico de barrido.

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 2 muestra la textura local de una zona particular del dúplex X2 CrNiMo 25-07. Las zonas anaranjadas representan la fase austenítica y las zonas verdes la fase ferrítica. El tamaño medio de los granos es de aproximadamente 10µm. Haciendo un seguimiento con el número de ciclos de las líneas de deslizamiento se identificaron los primeros sistemas de deslizamiento activos en la fase austenítica. Calculando el factor de Schmid para cada sistema de deslizamiento se identificaron los sistemas con mayor factor. En particular en la austenita los sistemas activos coinciden con el sistema de mayor factor de Schmid. Por el contrario en la ferrita los sistemas de deslizamientos activos no coinciden necesariamente con el sistema de mayor factor.



Figura 2: Dúplex X2 CrNiMo 25-07. Identificación de los granos

Para identificar los sistemas de deslizamiento activos se calcularon los siguientes parámetros:

- matriz de orientación g (ecuación 2) entre el sistema de referencia de la muestra y del grano,
- el factor de Schmid µ para cada sistema de deslizamiento.
- el ángulo que forma la traza de cada plano de deslizamiento en la superficie con el eje Y de tracción.

La matriz g es aquella que transforma un sistema muestra X a un sistema cristal X'

$$X'_i = g_{ij} X_j$$

$$g = \begin{pmatrix} \cos\phi_2 \cos\phi_1 - \sin\phi_1 \sin\phi_2 \cos\Phi & \sin\phi_1 \cos\phi_2 + \cos\phi_1 \sin\phi_2 \cos\Phi & \sin\phi_1 \sin\Phi \\ -\cos\phi_1 \sin\phi_2 - \sin\phi_1 \cos\phi_2 \cos\Phi & -\sin\phi_1 \sin\phi_2 - \cos\phi_1 \cos\phi_2 \cos\Phi & \cos\phi_2 \sin\Phi \\ \sin\phi_1 \cos\Phi & -\cos\phi_1 \sin\Phi & \cos\Phi \end{pmatrix} (2)$$

Con el propósito de relacionar los sistemas de deslizamiento de ambas fases se tomó en forma arbitraria un grano, por ejemplo γ_3 de la Figura 2 y se consideraron sus granos vecinos como ser en el ejemplo α_1 y α_2 . Se calcularon en el grano γ_3 el sistema activo y los ángulos α y β según el modelo de Zhai, correspondientes al sistema de deslizamiento de dicho grano con los sistemas activos de los granos vecinos. Se identificó el sistema de referencia X, Y, Z con el borde de grano, el eje de tracción y la normal a la superficie respectivamente (Figura 3). Para validar el modelo se midió el ángulo β en forma experimental y se comparó con el ángulo calculado.

En ambos aceros la actividad plástica se presenta inicialmente en la fase austenítica y a medida que se continúa ciclando ésta se ve reflejada en la fase ferrítica. Sin embargo, ambos



Figura 3: Sistema de referencia

aceros presentan diferencias apreciables en el modo de nucleación de las fisuras. En el acero X2 CrNiMo 25-07 la nucleación se presenta principalmente en los bordes de granos y en menor medida en extrusiones en ferrita, mientras que en el SAF 2507 se presenta en las intensas marcas de deslizamiento preferentemente en ferrita (Figura 4).

La Figura 5 corresponde al acero dúplex X2 CrNiMo 25-07. Se puede observar los granos α_1 , α_2 , y γ_3 identificados previamente en la Figura 2. En la micrografía se presentan sistemas de deslizamiento conectados entre si formando casi una línea recta, mientras que entre α_1 y γ_3 se distingue un cierto ángulo entre los sistemas de deslizamiento. Se ha identificado el sistema de deslizamiento activo correspondiente a cada fase, calculando el ángulo entre la traza del plano de deslizamiento y el eje de tracción (línea recta de puntos).

En el grano γ_3 fue activado el sistema (1-11)[110] con un factor de Schmid μ = 0.47. En este caso el sistema de deslizamiento coincide con el sistema de mayor factor. Por otra parte se han calculado los sistemas activos correspondientes a los granos α_1 y α_2 identificados como (-13-2)[111] con μ = 0.39 y (3-1-2)[111] con μ =0.33 respectivamente.

Entre α_2 y γ_3 se observa una continuidad en las trazas de los planos de deslizamiento. La Figura 5b corresponde a una ampliación de la zona confinada en línea de puntos. Se observa en detalle una fisura cristalográfica que permanece en el borde de grano. Si se aplica el modelo de Zhai se obtiene que el ángulo β formado por las trazas de los planos de deslizamiento involucrados con la superficie, es aproximadamente 0° mientras que el ángulo de distorsión α es de 58°, lo suficientemente grande como para que la fisura se frene en el





Figura 4: a) Dúplex SAF 2507 fisuras en intensas líneas de deslizamiento. b) dúplex X2 CrNiMo 25-07 fisuras en borde de grano.

b)

borde de grano. La razón por la cual la resistencia ofrecida por el borde de grano se incrementa al ser el ángulo α grande se debe a que el área formada por las trazas de los planos de deslizamiento con el plano del borde de grano (abc Figura 1) debe fracturarse para que la microfisura logre atravesar esa barrera microestructural. El área abc es proporcional al ángulo α . Entonces, de esta manera se muestra claramente que una mayor resistencia al crecimiento de la fisura a través del borde de grano vendrá dada por un alto valor del ángulo de distorsión α (Zhai et al., 2000).

Por otra parte en el grano α_1 aparece en el borde de fase un pronunciado relieve. En este



Figura 5: a) Grano austenítico γ_3 conectado con los granos ferríticos $\alpha_1 y \alpha_2$. b) Formación de fisura en extrusión.

caso los sistemas de deslizamiento no están acoplados entre si, y presentan un ángulo $\beta = 47^{\circ}$ y un ángulo $\alpha = 20^{\circ}$. Esto significa que la fisura tiene mayor probabilidad de quedar detenida por la barrera microestructural y al ser β un ángulo grande dificulta el pasaje de las dislocaciones de una fase a la vecina.

La Figura 6 es una micrografía electrónica del acero dúplex SAF 2507. Se puede observar cómo las dislocaciones atraviesan el borde de fase casi en forma recta. Al existir una conexión entre sistemas de deslizamiento el borde de fase se torna un obstáculo débil para el deslizamiento de las dislocaciones y sólo es necesaria una baja actividad plástica en la ferrita para acomodar la deformación del grano austenítico vecino. Por otra parte, si no existiera una compatibilidad entre planos como es el caso de la Figura 5a, se observa una concentración de tensiones en el borde de fase. En este caso se necesita mayor actividad plástica en la ferrita para acomodar la deformación impuesta por la fase austenítica. Por consiguiente existe una gran probabilidad de que se nuclee una fisura en el borde de grano tal como ocurre en el dúplex 1.4460 estudiado por Alvarez et al. (2006). Para el dúplex SAF 2507 se observan, en particular, microfisuras localizadas preferentemente en extrusiones en la ferrita. Esta fase acomoda la deformación plástica impuesta desarrollando una estructura de celdas bien definidas y bandas de corte cerca de la superficie. Tal como fue explicado por Marinelli et al. (2007), el desarrollo de esta estructura de dislocaciones en los granos ferríticos, en la superficie, favorece la formación de pronunciadas extrusiones, concentrando tensiones que pueden dar lugar a la formación de una microfisura.



Figura 6: Bandas de dislocaciones atravesando de austenita a ferrita.

Con el propósito de estudiar la interacción entre sistemas de deslizamiento de cada fase se ha enfatizado el estudio de la relación Kurdjumov-Sachs, la cual relaciona los planos compactos de la fase FCC con los de la fase BCC, $\{111\}_{\gamma}$ // $\{110\}_{\alpha}$, y las direcciones compactas de dichos planos, $<110>_{\gamma}$ // $<111>_{\alpha}$. Se conoce que los aceros dúplex solidifican como ferrita, y con un mayor enfriamiento esta fase transforma parcialmente a austenita, la cual se inicia en los bordes de granos (Chen and Yang, 2002). Debido a que la transformación viene dada de ferrita a austenita se tiene que la matriz de relación de orientaciones en este caso va a ser la inversa de la matriz de transformación empleada en el modelo de Kurdjumov-Sachs (Guo et al., 2004), en donde transforma una fase FCC en una fase BCC.

Para comprobar la relación de Kurdjumov-Sachs entre granos vecinos se calcularon las 24 posibles variantes de transformación del grano ferrítico y luego se comparó cada una de éstas con la orientación del grano austenítico vecino. La comparación se cuantifica calculando el ángulo de desorientación formado por ambos granos. A si mismo se comprobó comparando las figuras de polos para el plano $\{111\}_{\gamma}$ y el plano $\{110\}_{\alpha}$ y las figuras para el plano $\{110\}_{\gamma}$ y el plano $\{111\}_{\alpha}$, dado que la condición necesaria para que existiera Kurdjumov-Sachs es que haya por lo menos dos polos coincidentes o bien muy próximos.

En la Figura 7 se presentan sistemas de deslizamientos conectados entre ambas fases. La idea es verificar la existencia de la relación de Kurdjumov-Sachs en alguno de los casos.



Figura 7: líneas de deslizamiento conectadas entre ambas fases.

\mathbf{e}_{1} (1'1 1' 1')		Figura de Polos					
fase (phi1,phi,phi2)	{110}α - {111}γ	{111}α - {110}γ					
	γ: círculo negro	α:circulo blanco					
	α + variante KS: esfera roja						
Zona 1							
$ α_1 (255.3^\circ, 39.6^\circ, 117.5^\circ) $ $ γ_2 (314.9^\circ, 14.1^\circ, 55.1^\circ) $ Sistemas activos $(01-1) [111]_{bcc} μ = 0.44$ $(111) [0-11]_{fcc} μ = 0.45$ Angulo de distorsión $α = 72^\circ$ Angulo de deflexión $β = 0.15^\circ$							
p 0,10	Orientación: (-78.99°, 116.71°,	155.06°). Desorientación: 23°					
α1 (255.3°, 39.6°,117.5°) γ3 (274.3°,9°,92.2°) Sistemas activos (01-1) [111] _{bcc} (111) [0-11] _{fcc} Angulo de distorsión α = 80° Angulo de deflexión β= 0,75°	Orientación: (88 64° 85 85°	172 08°) Descrientación: 16°					

Tabla 2: Comprobación de existencia de la relación de Kurdjumov-Sachs en el dúplex X2 CrNiMo 25-07.

En la Tabla 2 se pueden observar las superposiciones de los polos $\{111\}_{\gamma} - \{110\}_{\alpha}$ y $\{110\}_{\gamma} - \{111\}_{\alpha}$ con sus respectivas variantes. Con respecto a las orientaciones α_1 y γ_2 presentes en dicha tabla, se observa la existencia de dos polos próximos, lo cual indica que posiblemente estos granos cumplan con la condición de Kurdjumov-Sachs. Por otro lado, tomando el grano α_1 y haciéndole una transformación Kurdjumov-Sachs se obtienen las 24 variantes de las cuales la más próxima a la orientación γ_2 corresponde a la variante (-78.99°, 116.71°, 155.06°) (esfera roja), con una desorientación de 23° respecto del grano austenítico. Sin embargo al calcular los ángulos α y β se observa que β es aproximadamente 0° mientras que α es diferente de 0°. El mismo razonamiento se empleó entre el grano α_1 y γ_3 obteniendo la variante más próxima con una desorientación de 16°. El ángulo β aproximadamente 0° y el ángulo α lo suficientemente grande. Para que la relación de Kurdjumov-Sachs exista los planos y las direcciones deben ser paralelos lo cual nos indica que ambos ángulos, α y β deben ser próximos a 0°. Por consiguiente que β sea cercano a 0° no es suficiente para garantizar que exista una relación Kurdjumov-Sachs.

1362

4 CONCLUSIONES

De los estudios sobre propagación de líneas de deslizamiento tanto en el acero dúplex SAF2507 como en el dúplex X2 CrNiMo 25-07 se puede concluir que un ángulo de deflexión entre planos de deslizamiento activos (β) cercano a 0° no es suficiente para garantizar la propagación de la deformación de una fase a la vecina, sino que es necesario que la condición Kurdjumov-Sachs se satisfaga, lo cual implica que tanto el ángulo de distorsión (α) como el de deflexión deben estar cercanos a 0°. Por otra parte, con respecto a la propagación de microfisuras el ángulo α , formado por la intersección de los planos de deslizamiento en ambos granos con el plano del borde de grano, toma el rol protagónico ya que un ángulo α pequeño implica una alta probabilidad de que la fisura propague a través del borde de grano. Sin embargo la nucleación de fisuras en el borde de grano se presenta principalmente por la gran concentración de tensiones al no haber una compatibilidad entre planos vecinos. Esto significa que un ángulo de deflexión β lo suficientemente grande favorece que el borde de grano se torne un obstáculo fuerte dificultando el pasaje de las dislocaciones.

Con respecto a la evaluación de la existencia de la relación Kurdjumov-Sachs en el acero dúplex X2 CrNiMo 25-07 se concluye que los pares de granos analizados no presentan dicha relación. Sin embargo, para poder concluir sobre la influencia de la relación Kurdjumov-Sachs se deberían analizar más zonas en donde existiera un ángulo de deflexión correspondiente a 0°.

REFERENCIAS

Alvarez-Armas, I., Marinelli, M.C, Malarría, J., Degallaix, S., Armas, A. F, Microstructure associated with crack initiation during low-cycle fatigue in a low nitrogen duplex stainless steel, *International Journal of Fatigue*, 29: 758-764, 2006.

Chen, T.H., Yang, J.R., Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 dúplex stainless steel *Materials Science and Engineering A.*, 338 166-181, 2002.

Guo, Z., Lee, C.S., Morris, J.W. Jr., On coherent transformations in stee l, *Acta Materialia* 52: 5511-5518, 2004

Marinelli, M.C, Degallaix, S., Alvarez-Armas, I., Short crack initiation during low-cycle dafigue in SAF 2507 duplex stainless steel, *Key Engineering Materials*, 345-346:343-346 online at http://www.scientific.net, 2007.

Signorelli, J.W., Marinelli, M.C., Alvarez, I. Efectos de la textura en el estado incipiente de crecimiento de fisuras por fatiga en un acero dúplex SAF 2507. *SAM/CONAMET 2007*, San Nicolás, Argentina

Suresh, S., Crack deflection: Implications for the growth of long and short fatigue cracks; *Metall.Trans A*, 14 A, 2375-85,1983.

Zhai, T., Jiang, X.P., Li, J.X, Garratt, M.D.,G.H. Bray, G.H., The grain boundary geometry for optimum resistance to growth of short fatigue cracks in high strength Al-alloys. *International Journal of Fatigue*, 27 : 1202–1209, 2005.

Zhai, T., Wilkinson, A. J., and Marin, J. W., A crystallographic mechanism for fatigue crack propagation through grain boundaries. *Acta Materialia*, 48: 4917-4927,2000.