

ANÁLISIS CUANTITATIVO POR EBSD DE LA EXISTENCIA DE RELACIONES CRISTALOGRÁFICAS KURDJUMOV – SACHS EN UN ACERO BIFÁSICO.

Ma. C. Marinelli^a, I. Alvarez^a, V. Aubin^b, S. Degallaix^b, J.W. Signorelli^a

^a Instituto de Física Rosario, Universidad Nacional de Rosario, 27 de Febrero 210 bis, 2000 Rosario, Argentina, marinelli@ifir-conicet.gov.ar, <http://new.ifir-conicet.gov.ar>

^b LML (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille, BP 48, 59651 Villeneuve d'Ascq Cedex, France, <http://www.ec-lille.fr>

Palabras claves: EBSD, Acero Inoxidable Dúplex, relación Kurdjumov – Sachs.

Resumen. La microestructura de los aceros inoxidable dúplex es interesante y compleja. Desde el punto de vista topológico ferrita (α) y austenita (γ) suelen formar redes continuas interconectadas. A nivel 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 cristalográfica 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, $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 111 \rangle_{\alpha}$. La finalidad del siguiente trabajo es analizar la existencia en forma cuantitativa de la relación cristalográfica Kurdjumov-Sachs en un acero dúplex laminado, mediante la técnica de Difracción de Electrones Retrodifundidos o Electron backscattered Diffraction (EBSD) que permite medir orientaciones del cristal y a través de estos resultados es posible representar y diferenciar la distribución de todos los granos. En este mapa de orientaciones un grano es una región donde la orientación de cada cristal difiere con una cierta tolerancia. La orientación media en un conjunto discreto de orientaciones, se define como la orientación de la red que tiene la mínima desorientación respecto de todas las orientaciones que constituyen el conjunto. A partir de los datos de EBSD se han calculado las orientaciones medias de los ángulos de Euler para cada grano del material y sabiendo la posición de cada píxel se han identificado los granos vecinos de las diferentes fases. La relación Kurdjumov-Sachs se ha calculado tomando las orientaciones de los granos ferríticos y calculando las diferentes variantes de la transformación, comparándola luego con la orientación del grano austenítico. De esta manera se logró hacer un estudio cuantitativo barriando varias zonas de la muestra, llegando a la conclusión que en el material existen pocos pares de granos que cumplen dicha relación. Con el propósito de relacionar la deformación plástica con la relación K-S, se sometió la probeta a un ensayo de fatiga de bajo número de ciclos en control de deformación plástica con un rango de deformación de $\Delta \epsilon_p = 0.15\%$, obteniendo como resultado que los granos en los cuales la relación K-S se satisface la deformación se transfiere de una fase a la otra en línea recta.

1 INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables dúplex están constituidos por una microestructura dual austenita-ferrita, encontrándose ambas fases en una proporción que generalmente es 50/50. Este carácter bifásico es el que concede a los aceros dúplex su notable combinación de propiedades.

La solidificación en los aceros dúplex ocurre en el campo ferrítico y es durante el proceso de enfriamiento cuando una parte de la ferrita se transforma en austenita. De esta manera ambas fases forman redes interconectadas ligadas por relaciones de orientación cristalográfica de Kurdjumov-Sachs (K-S), 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, $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$. 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), el cual transforma una fase FCC en una fase BCC. La transformación de una fase a la otra frecuentemente envuelve un conjunto restringido de 24 posibles variantes K-S. Este fenómeno es conocido como selección de variante. (Butrón-Guillén et al., 1997).

La eficiencia del acople entre fases es importante para predecir la propagación de bandas de deslizamiento desde la fase austenítica hacia la ferrítica (Serre et al., 2008; Marinelli et al., 2009) y juega un rol importante en el proceso de formación de fisuras, (Alvarez-Armas et al., 2007; Bugat et al., 2001). Generalmente, estas relaciones fueron estudiadas por varios autores en forma experimental usando Microscopia Electrónica de Transmisión, pero esta técnica permite estudiar una zona pequeña del material (Alvarez-Armas et al., 2007; Verhaeghe et al., 1997; Marinelli et al., 2007). Bugat et al. (2001) analizaron, mediante Electrones Retrodifundidos o Electron Backscattered Diffraction (EBSD) la relación K-S en una fundición de acero dúplex envejecido, superponiendo la figura de polos inversa de la austenita en el triángulo standard de ferrita. Este estudio fue realizado sobre un total de 41 pares de granos de diferentes fases. La finalidad del siguiente trabajo es analizar la existencia en forma cuantitativa de la relación cristalográfica K-S en un acero dúplex laminado, mediante la técnica EBSD, haciendo el análisis sobre 14053 pares de granos de diferentes fases y relacionarlo con el flujo de deformación de una fase a la otra después de someter el material a ensayos de fatiga de bajo número de ciclos.

2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL Y ANALISIS DE EBSD

2.1 Material

El material estudiado es un acero inoxidable dúplex SAF 2507 (UNS S32750) laminado, suministrado por Avesta Polarit en forma de chapa de 3mm de espesor, cuya composición química en por ciento en peso (wt%) se presenta en la Tabla 1. El proceso de fabricación de la chapa consiste en un laminado en caliente, un recocido a 1040°C, un decapado y un laminado en frío hasta alcanzar los 3mm de espesor.

La microestructura consiste de una matriz de ferrita e islas de austenita elongadas en la dirección de laminación (Figura 1). La fracción de volumen de las fases ferrita y austenita corresponden a 46 / 54%, respectivamente. La estructura lamelar de la austenita y la ferrita se pierde en algunas regiones de la chapa, lo cual indica que la morfología de la microestructura presenta una distribución no uniforme. La estructura de granos tiene un valor medio de 10 μm en la fase ferrítica y 5 μm en la fase austenítica (medidas perpendicular a la dirección de laminación). El hecho de que los granos de austenita sean de menor tamaño hace que aproximadamente un tercio de ellos estén relacionados por contornos γ - γ en lugar de γ - α .

Nb	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Co
0.008	0.018	0.22	0.78	0.024	0.001	25.06	6.97	3.82	0.26	0.27	0.08

Tabla 1: Composición química Acero dúplex SAF 2507 laminado en % en peso.

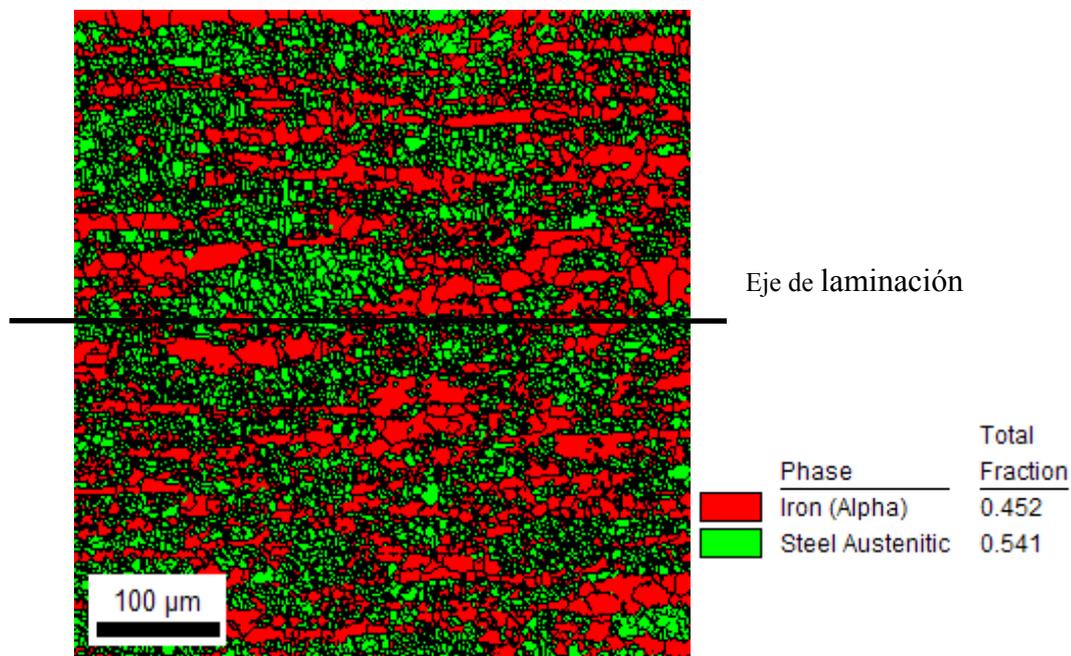


Figura 1: Microestructura del acero dúplex SAF 2507 laminado.

2.2 Difracción de Electrones Retrodifundidos

Para determinar las propiedades cristalográficas locales de ambas fases en el acero dúplex se utilizó la técnica de EBSD. Esto permitió adquirir un mapa de orientaciones para una muestra plana, representar y diferenciar la distribución de los granos en la superficie del acero. En un mapa de orientaciones del cristal los puntos con orientaciones cristalográficas similares se representan con el mismo color (Figura 2). En este mapa de orientaciones un grano es una región donde la orientación de cada cristal difiere con una cierta tolerancia. La orientación media en un conjunto discreto de orientaciones se define como la orientación de la red que tiene la mínima desorientación respecto de todas las orientaciones que constituyen el conjunto. A partir de los datos cristalográficos obtenidos mediante EBSD se han calculado las orientaciones medias de los ángulos de Euler φ_1^M , φ_0^M , φ_2^M para cada grano del material; conociendo las posiciones de cada píxel se han identificado los granos vecinos de las diferentes fases.

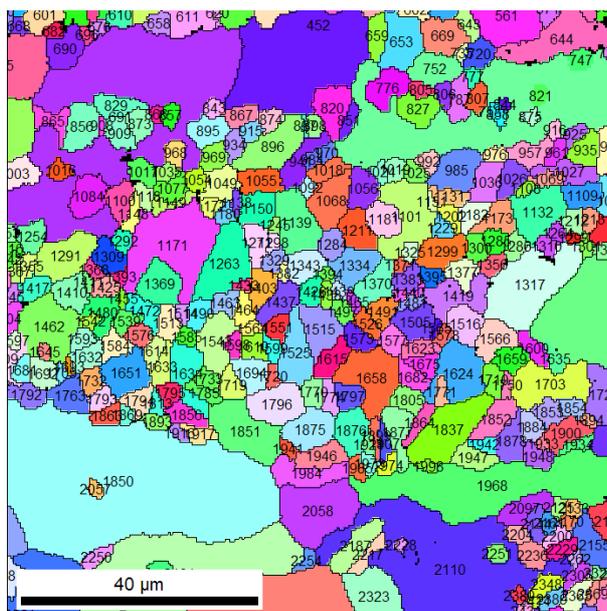


Figura 2: Mapa de orientaciones. Identificación de granos en el material.

2.3 Cálculo de la orientación media

El archivo de datos de EBSD contiene los ángulos de Euler y la posición de cada píxel. A partir de estos datos se calculará la orientación media de cada grano de la muestra. Para obtener el ángulo de Euler promedio se ha recurrido al uso de cuaterniones dado que a estos últimos se los puede tratar en una métrica Euclidiana. Una unidad de cuaternión se puede describir como:

$$q = [q_0 \ q_1 \ q_2 \ q_3]^T \text{ con norma } |q|^2 = q_0^2 + q_1^2 + q_2^2 + q_3^2 \quad (1)$$

Se puede asociar un cuaternión con una rotación alrededor de un eje dado por la siguiente expresión:

$$q_0 = \cos(\Psi/2) \text{ y } q_j = n_j \sin(\Psi/2) \quad j = 1, \dots, 3 \quad (2)$$

donde n_j y Ψ designan, respectivamente, el eje y el ángulo de rotación del sistema muestra al sistema cristal correspondiente a la orientación dada. La desorientación θ_{M-k} entre la orientación del pixel k representado por q_j^k y la (aun no conocida) orientación media del grano q_j^M puede ser expresado como:

$$\theta_{M-k} = 2 \arccos(|q_0^k q_0^M + q_1^k q_1^M + q_2^k q_2^M + q_3^k q_3^M|). \quad (3)$$

Por definición, las coordenadas q_j^M que representa la orientación media debe minimizar la suma de todos los θ_{M-k} de la ecuación (3) en donde el índice k representa todas las orientaciones del conjunto. En la práctica es más sencillo encontrar q_j^M tal que maximice la ecuación siguiente:

$$\sum_k \left(\sum_{j=0,3} q_j^M q_j^k \right) = \sum_k \cos(\theta_k^M / 2) = \text{Máx} \quad (4)$$

con la condición $\sum_{j=0,3} (q_j^M)^2 - 1 = 0$.

Se aplicó el método de multiplicadores de Lagrange para maximizar la función:

$$Q = \sum_k \left(\sum_{j=0,3} q_j^M q_j^k \right) + \lambda \left(\sum_{j=0,3} (q_j^M)^2 - 1 \right) \quad (5)$$

donde λ es el multiplicador de Lagrange. La función toma sus puntos críticos donde $\nabla Q = 0$. Para obtener los parámetros que mejor aproximan ∇Q a cero se empleó el método de Newton-Raphson tomando como error 1×10^{-12} .

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Análisis sobre la existencia de la relación cristalográfica K-S

A partir de los datos obtenidos por EBSD se identificaron los granos vecinos de diferentes fases.

Para analizar la existencia de orientaciones relativas entre granos vecinos relacionadas por medio de la transformación de Kurdjumov-Sachs, 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 cuantificó calculando el ángulo de desorientación formado por ambos granos.

Asimismo, se analizó la existencia de la relación K-S 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 $\{111\}_\alpha$. La Figura 3 corresponde a las figuras de polos de un par de granos que cumplen K-S. El círculo blanco corresponde a la proyección de los planos $\{110\}_\alpha$ y $\{111\}_\alpha$ ferríticos, el círculo rojo a la proyección de los planos $\{111\}_\gamma$ y $\{110\}_\gamma$ austeníticos y la esfera azul corresponde a la proyección de los planos $\{111\}$ y $\{110\}$ de la variante de transformación K-S más próxima a la orientación del grano austenítico. Cuando se aplica la transformación K-S se pasa de un cristal BCC a uno FCC con lo cual la variante de transformación tendría que coincidir con la orientación FCC. Efectivamente, en la Figura 3 se observan las esferas azules y rojas casi superpuestas. Calculando la desorientación entre la variante y el grano austenítico se obtiene 1.8° de diferencia. Lo cual indica un resultado satisfactorio.

Alrededor de 14053 pares de granos de diferentes fases fueron analizados en la zona mostrada en la Figura 1. Sólo el 13% de las parejas α/γ analizadas satisfacen la relación K-S con un ángulo de desorientación entre la variante de transformación y el grano austenítico menor de 7° .

La Figura 4 muestra el histograma del ángulo de desorientación formado entre la orientación de la variante de transformación y la orientación del grano austenítico. De un total de 1818 pares K-S analizados con un ángulo de desorientación menor de 7° , alrededor del 273 pares de granos cumplen la relación K-S con una desorientación menor a 3° . Esto significa que sólo el 2% de los 14053 pares de granos se encuentran más próximos a la relación K-S con un ángulo de desorientación menor de 3° . Este resultado muestra indudablemente que muy pocos granos cumplen la relación K-S. Efectivamente, el proceso de fabricación modifica las orientaciones cristalográficas originales entre granos de austenita y ferrita a través de rotaciones debido al laminado en frío, por lo tanto las relaciones K-S entre los granos austeníticos y ferríticos prácticamente desaparecen (Gutierrez I., 2009).

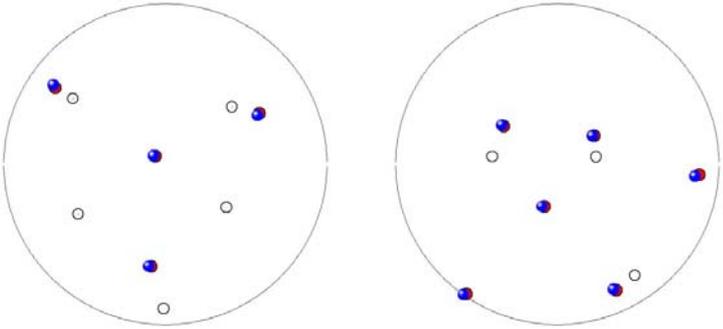
Referencia	Figura de Polos	
fase (phi1, phi, phi2)	$\{110\}\alpha - \{111\}\gamma$	$\{111\}\alpha - \{110\}\gamma$
	γ : círculo rojo α : círculo blanco $\alpha +$ variante K-S: esfera azul	
Zona 2		
α_1 (99.95°, 39.75°, 76.91°) γ_{116} (34.01°, 45.92°, -43.93°)	 <p>Variante 14 de transformación K-S: (90.034°, 119.670°, -145.184°). Desorientación: 1.8°</p>	

Figura 3: Superposición de figuras de polo.

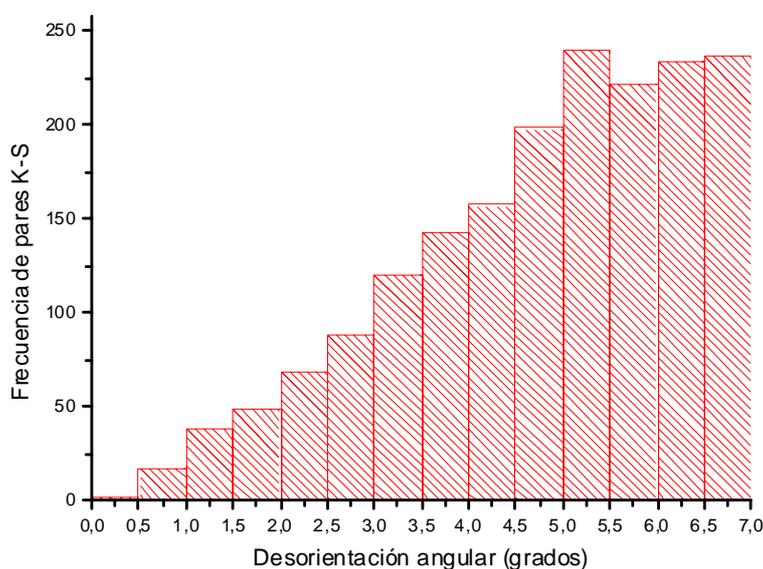


Figura 4: Histograma mostrando el ángulo de desorientación entre la variante de transformación K-S y el grano austenítico vecino.

3.2 Ensayo de fatiga de bajo número de ciclos

Los ensayos de fatiga fueron realizados a temperatura ambiente bajo control de deformación plástica con una rango de deformación plástica de $\Delta\varepsilon_p = 0.15\%$ y una velocidad

de deformación de $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Con el propósito de relacionar la deformación plástica con la relación K-S, durante el ensayo de fatiga se llevaron a cabo observaciones in-situ utilizando una cámara CCD (Charged Coupled Device) equipada con una lente objetivo (50x) + ultra zoom (12x), montada en la máquina de ensayos sobre una mesa micrométrica con posibilidad de movimiento en 3D. Cada micrografía representa un área de $100 \times 50 \mu\text{m}^2$. La zona observada se corresponde con la zona analizada por EBSD.

La Figura 5a presenta una micrografía óptica en donde se observan líneas de deslizamiento en la austenita que propagan hacia la ferrita. A partir del mapa de orientaciones obtenido por EBSD, estos granos fueron identificados con los números 5777 para el grano ferrítico y 6061 para el grano austenítico. En la Figura 5b se representan los granos que cumplen la relación K-S junto con el grano ferrítico 5777. De los siete granos austeníticos vecinos solamente el grano 6061 muestra actividad plástica. Respecto del análisis sobre K-S efectuado anteriormente los granos 5777 y 6061 cumplen K-S con una desorientación de 1.8° (Tabla 2) entre la variante de transformación K-S del grano 5777 y la orientación del grano austenítico 6061.

En la Figura 6a se puede observar cómo una línea de deslizamiento iniciada en la fase ferrítica pasa a un grano austenítico. Efectuando el mismo análisis que en el párrafo anterior, los granos fueron identificados como 8539 para el grano ferrítico y 8572 para el grano austenítico. La desorientación entre la variante de transformación K-S y el grano 8539 es de 2.6° , la cual se muestra en la Tabla 3.

A partir de las Tablas 2 y 3 los granos 5777, 6061 y 8572, 8539 presentan una desorientación menor de 3 grados y se observa que las líneas de deslizamiento propagan de una fase a la otra.

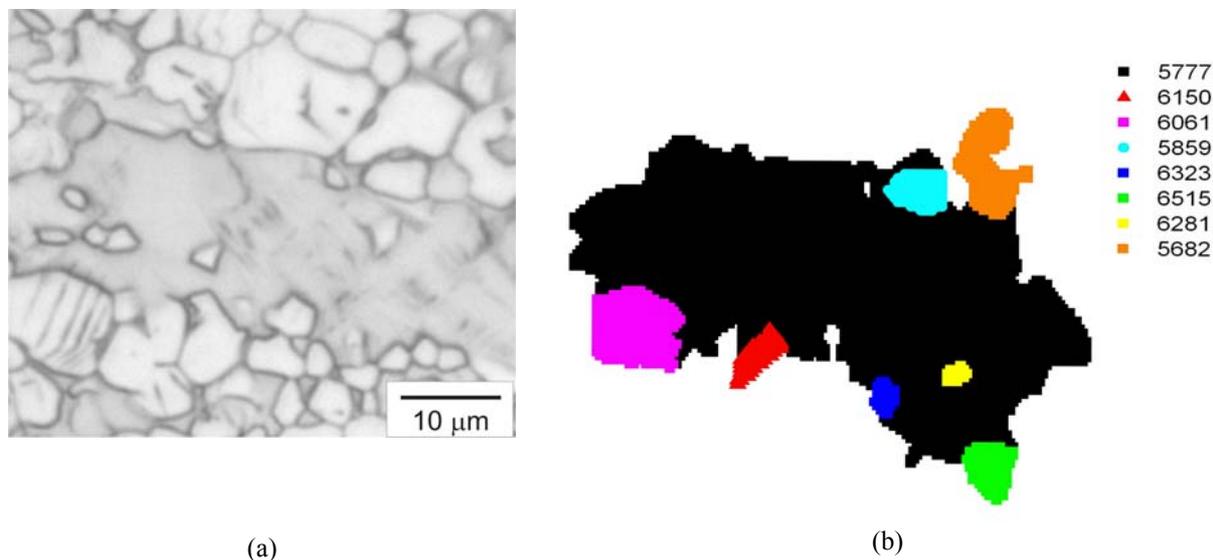


Figura 5: a) micrografía óptica mostrando propagación de la deformación, b) granos vecinos que cumplen K-S.

Grano γ	Desorientación (grados)
6061	1.8
6150	5.19
6323	6.28
5859	3.78
6281	5.86
6515	6.67
5682	4.40

Tabla 2: Desorientación entre la variante K-S del grano 5777 α y el grano γ .

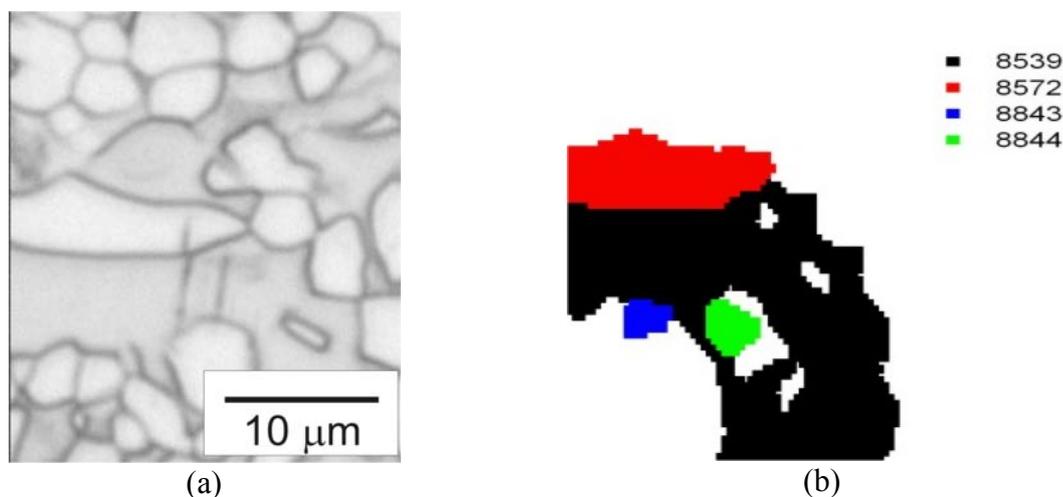


Figura 6: a) micrografía óptica mostrando propagación de la deformación, b) granos vecinos que cumplen K-S.

Grano γ	Desorientación (grados)
8572	2.6
8843	6.3
8844	6.5

Tabla 3: Desorientación entre la variante K-S del grano 8539 α y el grano γ .

4 CONCLUSIONES

En el presente trabajo se estudió la existencia de la relación K-S en un acero inoxidable dúplex SAF 2507 mediante la técnica de EBSD. Se calcularon las orientaciones medias de los granos y se identificaron los granos vecinos de diferentes fases.

La técnica empleada para verificar la relación K-S se puede aplicar a toda la muestra y obtener un resultado cuantitativo.

Respecto al análisis cuantitativo realizado en el acero dúplex SAF 2507 laminado en caliente y en frío para obtener el espesor final, sólo el 2% de los 14053 pares de granos analizados se encontraron más próximos a la relación K-S con un ángulo de desorientación menor de 3°. Este resultado muestra cómo influye el proceso de fabricación en las relaciones cristalográficas.

Respecto al ensayo de fatiga se observó, en los pares de granos que cumplen K-S con una desorientación menor de 3°, que la deformación pasa de una fase a la otra.

5 REFERENCIA

- Alvarez-Armas, I., Marinelli, M. C., Malarría, J. A., 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, 2007.
- Bugat, S., Besson, J., Gourgues, A. F., N’Guyen, F., Pineau, A. Microstructure and damage initiation in duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering. A* 317: 32-36, 2001.
- Butrón-Guillén, M. P., Da Costa Viana, C. S., Jonas, J. J. A variante selection model for predicting the transformation texture of deformed austenite. *Metallurgical and materials transaction A* 28 A: 1755-1768, 1997.
- Guo, Z., Lee, C.S., Morris, J.W. Jr., On coherent transformations in steel, *Acta Materialia* 52: 5511-5518, 2004
- Gutierrez I., *Advance in Duplex Stainless Steel*. Knowledge ISTE / John Wiley, London, United Kingdom, 2009.
- Marinelli, M., El Bartali, A., Signorelli, J. W., Evrard, P., Aubin, V., Alvarez-Armas, I., Degallaix-Moreuil, S. Activated slip systems and microcrack path in LCF of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A* 509: 81-88, 2009.
- Marinelli, M. C., Degallaix, S., Alvarez-Armas, I. Short crack initiation during low-cycle fatigue in SAF 2507 duplex stainless steel. *Key Engineering Materials* 345-346 : 343-346, 2007.
- Serre, I., Salazar, D., Vogt, J.-B., Atomic force microscopy investigation of surface relief in individual phases of deformed duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering. A* 492: 428-433, 2008.
- Verhaeghe, B., Louchet, F., Doisneau-Cottignies, B., Bréchet, Y. Massoud, Micromechanisms of deformation of an austenoferritic duplex stainless steel. *J.P., Philosophical Magazine A* 76 , N° 5: 1079-1091, 1997.