

## FATIGA OLIGOCICLICA DEL ACERO Fe-28Cr-2Mo-4Ni DESCOMPUESTO ESPINODALMENTE

Anglada, M., Iturgoyen, L., Isalgué\*, A.,

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.

\*Departamento de Física Aplicada.

Universidad Politécnica de Cataluña.

Avda. Diagonal, 647. 08028-Barcelona.

Resumen.- En el presente trabajo se ha estudiado el comportamiento a fatiga de la aleación Fe-28Cr-2Mo-4Ni estabilizada con Nb y envejecida a 475 °C. Por medio de experimentos de difusión de neutrones a ángulos pequeños de las probetas fatigadas en el régimen de la oligofatiga, se ha puesto de manifiesto que la deformación cíclica produce una reducción en la amplitud de las ondas de concentración. Para una deformación acumulada constante, la reducción en las fluctuaciones de concentración es mayor cuanto mayor es la amplitud de deformación plástica. Estas observaciones se analizan en términos de la irreversibilidad del movimiento de las dislocaciones.

Abstract.- In this paper we have studied the fatigue behaviour of the Fe-28Cr-2Mo-4Ni alloy which has been estabilized with Nb and aged at 475 °C. The fatigued specimens have been studied by small angle neutron scattering and it has been shown that cyclic deformation produces a reduction in the amplitude of the concentration waves. At a constant cumulative plastic strain, the reduction in the amplitude of the composition waves increases as the plastic strain amplitude increases. These observations are discussed in terms of the irreversibility of the dislocation glide.

## 1. INTRODUCCION

Las aleaciones Fe-Cr y los aceros inoxidable ferríticos se fragilizan al ser expuestos a temperaturas cercanas a 475 °C. El origen de esta fragilización ha sido desconocido durante mucho tiempo, pero actualmente se sabe que está relacionado con la descomposición espinodal de estas aleaciones en zonas ricas en Cr. En las etapas iniciales del envejecimiento a 475 °C, la energía absorbida en el impacto en el ensayo de resiliencia se reduce drásticamente aunque las restantes propiedades mecánicas se alteran en menor proporción.

En las etapas iniciales de la descomposición espinodal en el sistema Fe-Cr es muy difícil detectar cambios micro-estructurales mediante las técnicas usuales de difracción de rayos X y microscopía electrónica de transmisión. Esto es debido a que los átomos de Cr tienen un poder dispersor de los rayos X muy similar

al de los átomos de Fe y, además, el diámetro atómico de ambos elementos también es muy similar de manera que las tensiones de coherencia en la zona de la interfase entre la matriz y las zonas ricas en Cr son débiles. Por tanto, para detectar las etapas iniciales de la descomposición en el sistema Fe-Cr es necesario recurrir a técnicas más específicas tales como espectroscopía Mössbauer (1), difusión de neutrones a ángulos pequeños (2), o bien, sonda atómica acoplada a un microscopio iónico de campo.

Los detalles del mecanismo responsable del aumento en el límite elástico de los aceros descompuestos espinodalmente no son bien conocidos, especialmente en las aleaciones b.c.c. de las cuales existen pocos resultados experimentales que puedan compararse con las teorías existentes (4).

Por otro lado, el estudio de la fatiga de aleaciones descompuestas espinodalmente no

ha recibido mucha atención a pesar de que en principio, del hecho de que las zonas estén distribuidas de forma más homogénea que en el caso de aleaciones endurecidas por precipitación, podría esperarse una mejor resistencia a la fatiga.

La mayor parte de los estudios de fatiga de aleaciones descompuestas espinodalmente se han realizado en aleaciones f.c.c., con distintos resultados según la aleación estudiada. En las aleaciones Cu-Ni-Fe (5) y Cu-Ni-Cr (6) descompuestas espinodalmente, la resistencia a la fatiga aumenta con el número de ciclos mientras que en las aleaciones Cu-Ti (7) y Cu-Ni-Sn (8) la resistencia a la fatiga oligocíclica disminuye en las aleaciones descompuestas espinodalmente.

El comportamiento a fatiga de las aleaciones b.c.c. descompuestas espinodalmente ha sido muy poco investigado. Franson (9) encontró que en la aleación Fe-26Cr-1Mo, la resistencia a la fatiga de alto número de ciclos de la aleación descompuesta espinodalmente es superior a la de la aleación no envejecida, aunque en el caso de la fatiga oligocíclica el comportamiento observado fué el opuesto. Park et al (10) estudiaron en detalle la evolución de la microestructura espinodal en esta misma aleación en el régimen de oligofatiga mediante difusión de neutrones a ángulos pequeños. El principal resultado fué poner de relieve que la amplitud de las ondas de concentración de Cr producidas durante la descomposición disminuye con el número de ciclos.

En el presente trabajo se ha estudiado el comportamiento a fatiga de la aleación Fe-28Cr-2Mo-4Ni estabilizada con niobio y descompuesta espinodalmente por envejecimiento a 475 °C. Los cambios en la estructura que tienen lugar durante la deformación cíclica se han analizado mediante difusión de neutrones a ángulos pequeños. El principal resultado ha sido poner de relieve que la reducción en la amplitud de las ondas de concentración producida por la deformación cíclica aumenta con la amplitud de deformación plástica para una deformación acumulada constante.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El acero estudiado fué donado por Thyssen y fué suministrado en forma de planchas de 11 mm de espesor en estado recocido. La composición especificada por el productor en tanto por ciento en peso es la siguiente: Cr, 28.7 ; Mo, 2.40; Ni, 3.88; C, 0.005; N, 0.04; P, 0.019; Mn, 0.28; Si, 0.36; Nb, 0.43; resto, Fe.

Las probetas longitudinales de fatiga fueron mecanizadas con una sección rectangular de 12x8 mm y con una longitud de prueba de 25 mm. Todas las probetas fueron mantenidas a 1050 °C durante 15 minutos para homogeneizar la aleación. Posteriormente fueron templadas en agua para evitar la precipitación de fases intermetálicas y el inicio de la descomposición

espinodal durante el enfriamiento. A continuación fueron envejecidas a 475 °C durante tiempos distintos. Finalmente, las superficies fueron pulidas para eliminar una pequeña capa de óxido hasta alcanzar un aspecto especular. El tamaño promedio del grano fué de 80  $\mu\text{m}$ .

Las muestras utilizadas para los experimentos de difusión de neutrones a ángulos pequeños fueron mecanizadas en forma de placas cuadradas de 10 mm de lado y alrededor de 1.5 mm de espesor, las cuales fueron desbastadas y pulidas hasta alcanzar un aspecto especular.

Los experimentos de difusión de neutrones fueron llevados a cabo en el Instituto Laue-Langevin de Grenoble. La longitud de onda utilizada fué de 12.0 Å para evitar las complicaciones originadas por difracción múltiple de Bragg. Todos los experimentos fueron realizados a temperatura ambiente. Las intensidades difundidas fueron convertidas en unidades absolutas por comparación con la intensidad difundida por una muestra patrón de vanadio.

La intensidad total difundida tiene una componente magnética y una componente nuclear. Puesto que la historia termomecánica de las muestras puede influenciar la componente magnética, los experimentos fueron realizados bajo un campo magnético de 5 kOe, para que la contribución magnética fuera la misma en todas las muestras estudiadas (11).

Los ensayos de fatiga fueron realizados a tracción-compresión en una máquina servohidráulica de fatiga a temperatura ambiente y a una velocidad de deformación de  $6.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  utilizando una onda triangular. La mayoría de los ensayos fueron llevados a cabo bajo control de deformación, la cual fué medida mediante un extensómetro acoplado a la probeta. La amplitud de la deformación total fué variada manualmente en cada ciclo para obtener una amplitud de deformación plástica constante, es decir, una anchura constante del ciclo de histéresis. Algunos ensayos correspondientes al régimen de fatiga de alto número de ciclos se realizaron bajo control de carga ya que la deformación plástica era apenas medible.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION

El material envejecido se deformó parcialmente por maclado tal como ha sido descrito en otro lugar (12). En la Fig.1 pueden observarse maclas en una sección de las probetas de fatiga que ha sido atacada mediante un reactivo adecuado. Durante la deformación por maclado se produjeron los sonidos característicos que normalmente acompañan a este modo de deformación.

La influencia del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas es especialmente notable en el caso de la tenacidad a la fractura. Esto se ha puesto en evidencia tanto mediante la medida de la energía absorbida en el ensayo de resiliencia (13) como en la medida de la tenacidad a la fractura por medio de los ensayos normalizados de la ASTM (14). Debido a que

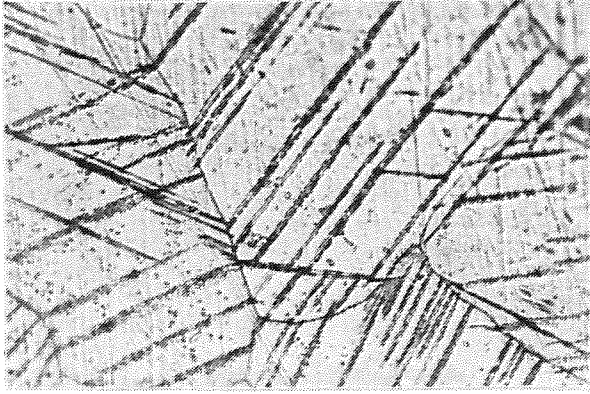


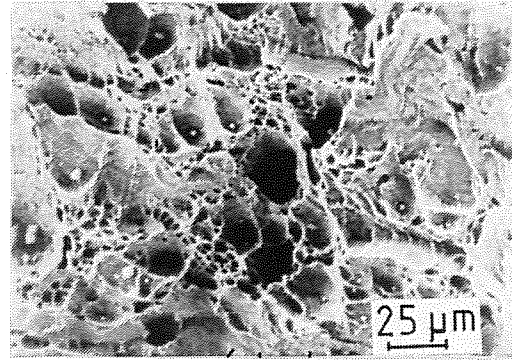
Fig.1. Maclas en una sección atacada de las probetas fatigadas.

el material utilizado no se fabrica en espesores grandes, para la determinación de la tenacidad a la fractura fué necesario utilizar el método de la integral J en el caso del acero envejecido durante tiempos cortos. En el caso del acero envejecido durante más de 7 horas, el espesor de las probetas (10 mm) fué suficiente para satisfacer las condiciones establecidas en la norma ASTM E-399 para asegurar condiciones de deformaciones planas. Sin embargo, el método de la integral J solamente pudo empezarse a aplicar después de alrededor de 0.5 horas de envejecimiento, ya que incluso el método de la integral J proporcionó resultados no válidos en el material no envejecido.

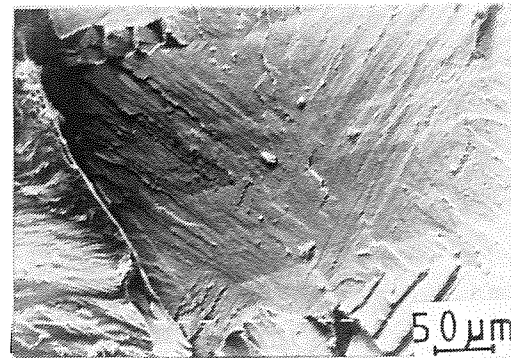
Ya sea por uno u otro método, los valores determinados de la tenacidad a la fractura variaron entre  $130 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  después de 0.5 horas de envejecimiento a alrededor de  $37 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  para tiempos de envejecimiento superiores a 7 horas.

Esta variación en la tenacidad se refleja claramente tanto en las superficies de fractura de fatiga como en las correspondientes a la carga estática. En el caso de la carga estática, la superficie de fractura del material no envejecido está formada por las microcavidades típicas de la fractura dúctil mientras que después de un tiempo de envejecimiento de solamente 7 horas a  $475^\circ\text{C}$ , la superficie está formada exclusivamente por facies de clivaje (Fig.2).

En el caso de la superficie de fractura generada por fatiga, en el material recocido aparecen las estrías características de la propagación de la grieta en el estadio II de la propagación, es decir, en la región en que se cumple la ecuación de Paris. Sin embargo, en el caso del material envejecido, la propagación de la grieta tiene lugar por un mecanismo de nucleación y coalescencia de microgrietas que se forman delante de la grieta principal. En la superficie de fractura se observa clivaje junto con algunas zonas con estrías. Para cargas elevadas, se aprecia la presencia de una mayor proporción de facies de clivaje que de estrías (Fig.3).

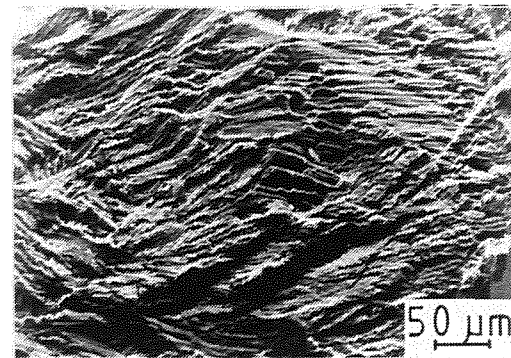


a

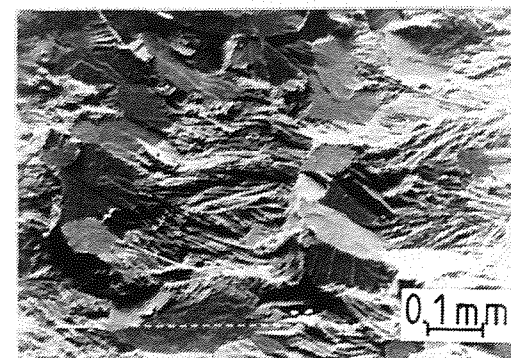


b

Fig.2. Superficies de fractura de probetas de flexión por tres puntos: a) acero recocido; b) acero envejecido 7 h a  $475^\circ\text{C}$ .



a



b

Fig.3. Superficie de fractura a fatiga de: a) acero recocido; b) acero envejecido 7 h a  $475^\circ\text{C}$ .

Incluso después de 50 horas de envejecimiento a 475 °C, no fué posible detectar cambios en la microestructura mediante microscopía electrónica de transmisión de láminas delgadas. Sin embargo, los experimentos de difusión de neutrones a ángulos pequeños de muestras envejecidas (Fig.4) ponen de relieve la existencia de un máximo en el valor de la intensidad cuya altura aumenta con el tiempo de envejecimiento tal como cabría esperar de una transformación espínodal, puesto que la amplitud de la fluctuación de concentración, la cual es proporcional al máximo de intensidad, aumenta con el tiempo de envejecimiento.

Las curvas de endurecimiento cíclico del acero envejecido, se presentan en las Figs. 5 y 6 para amplitudes de deformación plástica del 0.1% y del 0.5%. Nótese que durante los primeros ciclos se produce endurecimiento seguido de ablandamiento durante un gran número de ciclos hasta la rotura, o bien, hasta alcanzar un valor constante de la tensión.

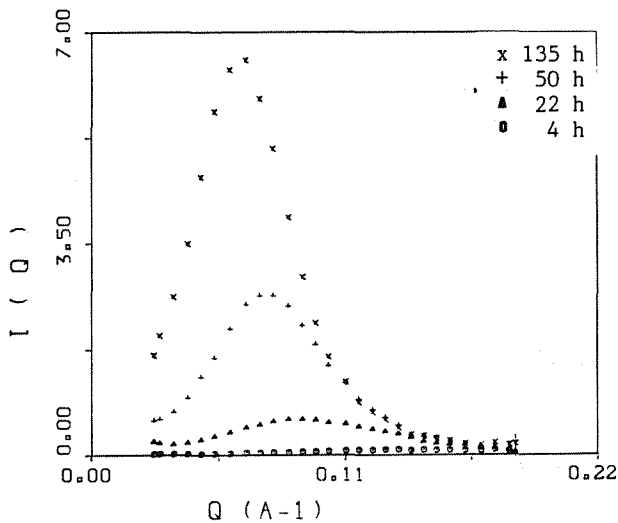


Fig.4. Influencia del tiempo de envejecimiento sobre el máximo de intensidad.

Durante los primeros 15 ciclos se produjo deformación por maclado lo cual hizo difícil el control de la deformación plástica debido a las caídas de carga asociadas al maclado(12).

Los resultados de los experimentos de difusión de neutrones realizados en muestras extraídas de las probetas fatigadas (Figs. 7 y 8) ponen de relieve que la deformación cíclica induce una disminución en la altura del máximo de intensidad. Esta reducción es mayor cuanto mayor es la amplitud de la deformación plástica tal como puede apreciarse en la Fig.7, comparando los resultados de la probeta deformada a una amplitud plástica del 0.5% con los correspondientes a la probeta deformada a una amplitud del 0.1% a pesar de que la deformación plástica acumulada ( $\epsilon(\text{cum})=4N\epsilon_p$ , donde  $\epsilon_p$  es la amplitud de deformación plástica y  $N$  el número de ciclos) es mayor en el caso de la probeta deformada a menor amplitud.

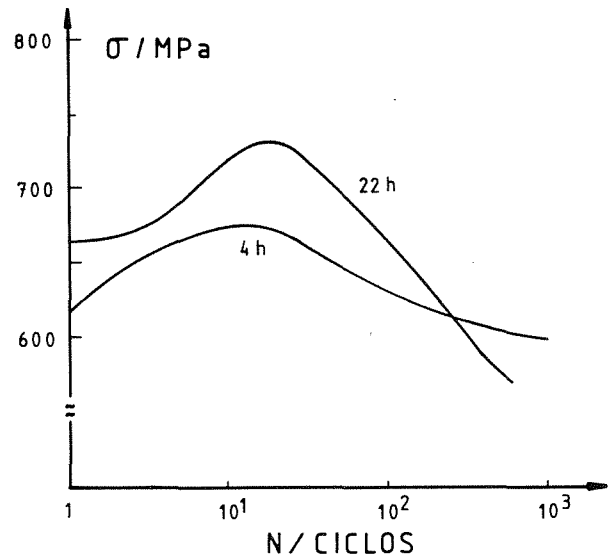


Fig.5. Curvas de endurecimiento para una  $\epsilon_p = 0.5\%$ .

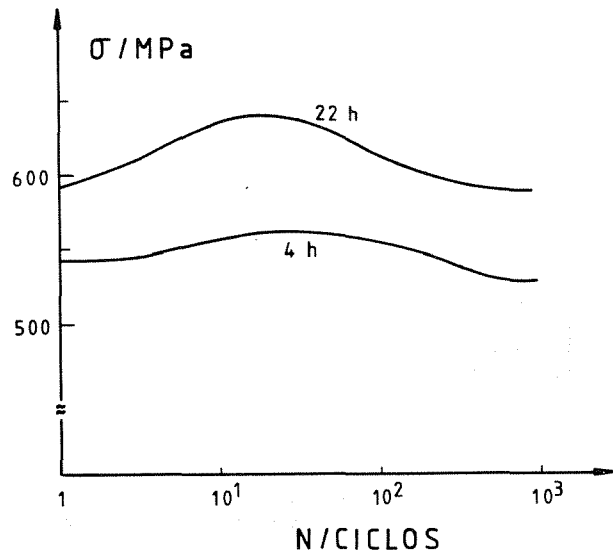


Fig.6. Curvas de endurecimiento ( $\epsilon_p = 0.1\%$ ).

En el caso de las probetas envejecidas 4 horas también se produce el mismo fenómeno (Fig.8) aunque es menos acusado.

El endurecimiento producido por el envejecimiento está relacionado a la formación de zonas ricas en Cr, probablemente debido a las tensiones de coherencia producidas entre la matriz y las zonas originadas por la diferencia entre los tamaños de los átomos de Cr y Fe, a pesar de que ésta es pequeña. Por otra parte, el ablandamiento observado durante la deformación cíclica puede interpretarse en términos de la reducción en la intensidad correspondiente a la altura del pico ya que ésta es proporcional a la amplitud de las fluctuaciones de concentración. Esta disminución es provocada por la irreversibilidad del movimiento de las dislocaciones. Así, en el ciclo de compresión las dislocaciones, en general, no retroceden sobre el mismo plano de deslizamiento sobre el cual

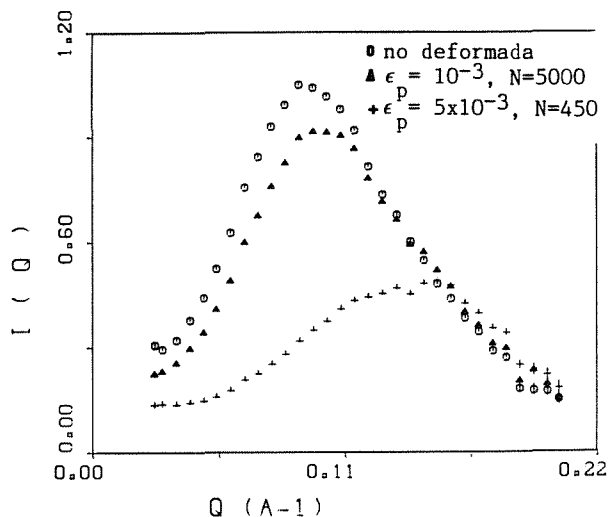


Fig. 7 Influencia de la amplitud de deformación sobre el máximo de intensidad en el acero envejecido 22 h a 475 °C.

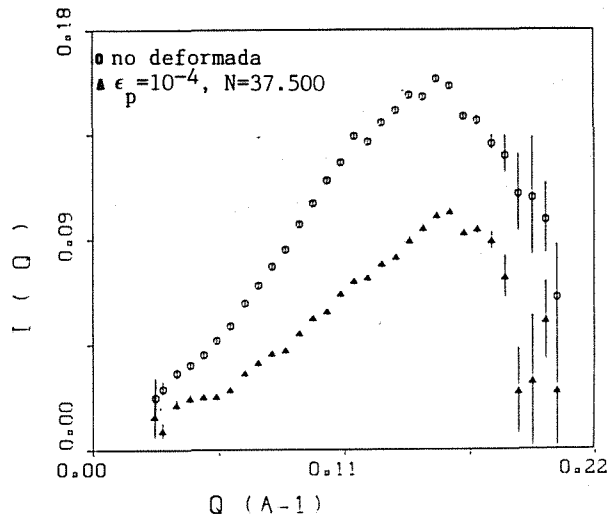


Fig. 8. Influencia de la amplitud de deformación sobre el máximo de intensidad del acero envejecido 4 h a 475 °C.

se han movido en el ciclo de tracción. Esto se debe a que las dislocaciones encuentran obstáculos en su camino que pueden atraparlas o desviarlas de su plano de deslizamiento hacia otro plano. Además, en los metales b.c.c. el plano de deslizamiento a tracción y el plano de deslizamiento a compresión, en general son distintos (asimetría del deslizamiento). Sin embargo, el movimiento de las dislocaciones no será completamente irreversible debido a que éste tenderá a localizarse en determinadas zonas. Es decir, al ser cortada una zona por las dislocaciones, la amplitud de concentración en ésta disminuye y, por consiguiente, la resistencia al deslizamiento disminuye y se favorece el paso de otras dislocaciones por las zonas cizalladas.

El hecho de que para una deformación acumulada fija, la reducción en la amplitud de las ondas de concentración sea mayor cuanto mayor es la amplitud de deformación, puede explicarse en términos de la irreversibilidad del movimiento de las dislocaciones. Por una parte, cuanto mayor es la deformación, mayor es la distancia que por término medio tiene que moverse cada dislocación en cada semiciclo. Por consiguiente, mayor es la probabilidad de que sea atrapada o desviada de su plano de deslizamiento inicial, suponiendo que la densidad y configuración de las dislocaciones sea la misma a las diferentes amplitudes de deformación. Sin embargo, a mayor amplitud, mayor es la densidad de dislocaciones inmóviles dentro del material y, en consecuencia, menor es el recorrido libre medio de la dislocación. Por otra parte, la asimetría en el deslizamiento también puede desempeñar un papel importante en la irreversibilidad. Es bien conocido (15-17) que la asimetría del deslizamiento produce cambios de forma espectaculares en los monocristales b.c.c. deformados a tracción-compresión, los cuales también han sido observados en monocristales de aleaciones sustitucionales de la familia de las estudiadas en el trabajo presente (18).

La asimetría del deslizamiento es mayor a amplitudes de deformación grandes puesto que a estas amplitudes de deformación la contribución relativa de las dislocaciones helicoidales es mayor debido a la menor movilidad de estas respecto a las dislocaciones de borde en el régimen de bajas temperaturas de los metales b.c.c.

#### 4. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su gratitud a la CAICYT por la subvención recibida a través del proyecto No. 2696/83.

#### 5. BIBLIOGRAFIA

- (1). Salomon, H.D. y Levinson, L.M. (1978), *Acta Metall.*, **26**, 429
- (2). Furusaka, M., Ishikawa, Y., Yamaguchi, S. Fujino, Y., (1983), *Physica*, **120B**, 383.
- (3). Sassen, J.M., Hetherington, M.G., Godfrey, T.J., Smith, G.D.W., Pumphey, P.H. y Akhurst, K.N., (1987), MPC/ASME Pressure Vessel and Piping Division, ASME Winter Annual Meeting, Boston, Diciembre, 1987.
- (4). Ardell, A.J., *Met. Trans.*, (1985), **16A**, 2131.
- (5). Ham, R.K., Krikaldy, J.S. y Plewes, J.T., (1967), *Acta Metall.*, **15**, 861.
- (6). Sinning, H.R., (1982), *Acta Metall.*, **30**, 1019.
- (7). Sinning, H.R., (1982), *Mater. Sci. Engng*, **55**, 247.
- (8). Quin, M.P., Schwartz, L.H., (1982), *Mater. Sci. Engng*, **54**, 121.
- (9). Franson, I.A., (1974), *Met. Trans.*, **5**,

- (10). Park, K.J., LaSalle, J.C., y Schwartz, L. H., (1985), Acta Metall., 33, 205.
- (11). Isalgué, A., Rodríguez, J., de Geyer, A. y Anglada, M., (1989), enviado a
- (12). Anglada, M., Nasarre, M. y Planell, J. A. (1987), Scripta Met., 21, 931.
- (13). Anglada, M., Nasarre, M., y Planell, J., (1987), Jornadas Ibéricas de Fractura, Braga (Portugal), en prensa.
- (14). Anglada, M., (1988), III Congreso Nacional de Tratamientos Térmicos, Madrid.
- (15). Christian, J.W., (1983), Met. Trans. A, 14A, 1237.
- (16). Mughrabi, H., y Wüthrich, (1976), Philos Mag., 33, 963.
- (17). Anglada, M. y Guiu, F., (1981), Philos. Mag. A, 44, 499.
- (18). Magnin, T. y Driver, J.H., (1979), Mat. Sci. Engng, 39, 175.