

EVOLUCIÓN DE LA RESISTENCIA A LA FRACTURA DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENO-FERRÍTICOS ENVEJECIDOS EN EL RANGO INTERMEDIO DE TEMPERATURAS

L. Iturgoyen, J. Alcalá y M. Anglada.

Dept. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica
E.T.S. d'Enginyers Industrials de Barcelona, U.P.C.
Avda. Diagonal, 647 08028-Barcelona

Resumen. En el presente trabajo se ha estudiado la evolución de la tenacidad a la fractura de dos aceros inoxidable austeno-ferríticos envejecidos en el rango intermedio de temperaturas. Los aceros estudiados son el AISI 329 y el UNS 31803. La determinación de la tenacidad se ha llevado a cabo mediante la evaluación del valor crítico de la integral J (EGF P21-90), de la tenacidad a fractura K_{Ic} (ASTM E-399), la tenacidad a fractura mediante el método de la energía equivalente K_{E-E} (ASTM E-992) o bien un método fractográfico alternativo en el caso en que no es posible la aplicación de las normas anteriores.

Abstract. The evolution of fracture resistance of two duplex stainless steels aged at intermediate temperatures has been studied. The duplex steels studied are AISI 329 and UNS 31803. Fracture resistance has been determined by means of the evaluation of the critical value of the J-integral (EGF P1-90), fracture toughness K_{Ic} (ASTM E-399), fracture toughness by means of equivalent energy method K_{E-E} (ASTM E-992) or an alternative fractographic method in cases where the use of the previous procedures is not suitable.

1.-INTRODUCCIÓN.

Los aceros inoxidable austeno-ferríticos son materiales candidatos a ser utilizados en aplicaciones en las que se requiera una alta resistencia, tenacidad y buenas propiedades contra la corrosión. Uno de los principales problemas que presentan este tipo de aceros es la fragilización que sufren al ser expuestos en el rango intermedio de temperaturas (300-520 °C). Esta fragilización está relacionada con la descomposición espinodal de la fase ferrítica en zonas ricas en Cr (fase α') y zonas ricas en Fe. La razón de esta fuerte influencia de la descomposición espinodal en la fragilización de estos aceros es aún desconocida [1].

El propósito del presente trabajo es el estudio de la fuerte disminución de la tenacidad de fractura con el tiempo de envejecimiento en el rango intermedio de temperaturas. Los aceros estudiados son el AISI 329

(acero de primera generación) y el UNS 31803 (acero de segunda generación). La diferencia básica entre ambos aceros es el menor contenido de nitrógeno del acero AISI 329 respecto al del UNS 31803 con la consecuente menor cantidad de fase austenítica en el primero. Para la determinación de la resistencia a la fractura se ha utilizado el método de la Integral J (EGF P1-90), el de determinación de la tenacidad a la fractura K_{Ic} (ASTM E-399) y el de determinación de la tenacidad a la fractura mediante la energía equivalente, K_{E-E} (ASTM E-992). En el caso del acero UNS 31803 se ha empleado un método fractográfico alternativo debido a la imposibilidad de conseguir probetas con un espesor suficiente para la aplicación de los métodos anteriores. Este método (ver Anexo 1) consiste en el estudio del fenómeno de enromamiento de la punta de la grieta mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).

2.-PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

La composición química de los aceros estudiados puede verse en la Tabla 1. El acero AISI 329 fue elaborado por ACENOR en forma de palanquilla de 70 cm de lado, laminada en caliente entre 950-1000 °C y enfriada al aire. Posteriormente al corte de la palanquilla para la obtención de las probetas, el acero fue recocido a 1000 °C durante 2 horas y enfriado en agua. La microestructura resultante presentaba dos tamaños de grano diferenciados, un tamaño de grano grande (entre 100 y 500 μm de largo y entre 10 y 20 μm de ancho) y orientado según la dirección de laminación y otro mucho más pequeño (entre 10 y 40 μm de largo y entre 1 y 5 μm de ancho) y orientado al azar (Fig. 1(b)). El acero UNS 31803 fue elaborado por AVESTA en forma de barra cilíndrica laminada en caliente a 950-1000 °C. Posteriormente el material fue recocido entre 1000-1050 °C y enfriado en agua. La microestructura resultante es de granos (de 100-200 μm de largo por 5-15 μm de ancho) fuertemente bandeados según la dirección de laminación (Fig. 1(a)). La proporción de fase austenítica en el acero AISI 329 es entre el 30-40 % mientras que en el acero UNS 31803 es del 50 %.

Las probetas utilizadas en el estudio del acero AISI 329 fueron del tipo WOL (Wedge Opening Load) de 25.4 mm de espesor (orientación ST) con ranuras laterales a la altura de la entalla quedando un espesor neto de 21.4 mm. Las expresiones de K_I y de la longitud de la grieta normalizada en función de la flexibilidad (compliance) de la probeta se obtuvieron de un trabajo de Saxena y Hudak [2]. En el caso del acero UNS 31803 se utilizaron probetas SENB de flexión por tres puntos de 15 mm de espesor (orientación LR). En este material no se mecanizaron ranuras laterales.

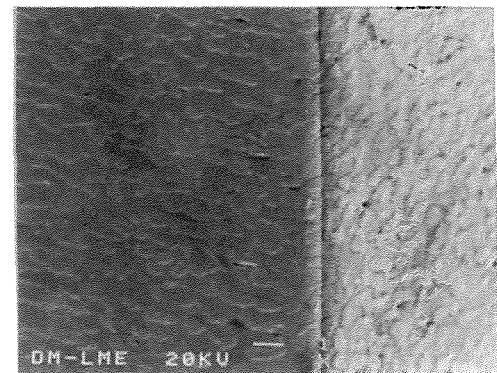
En todas las probetas la entalla fue mecanizada con anterioridad al tratamiento de envejecimiento, mientras que la pregrieta producida por fatiga, fue inducida con posterioridad al tratamiento de envejecimiento. Los ensayos se realizaron con probetas envejecidas a 475 °C durante tiempos hasta de 100 horas (en el caso del acero UNS 31803); mientras que en el acero AISI 329 las probetas fueron envejecidas a 475, 425 y 375 °C durante tiempos hasta de 3000 horas.

Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina servohidráulica de fatiga marca INSTRON modelo 1342 con electrónica de la serie 8500 y mediante control por ordenador. El estudio fractográfico se realizó en un microscopio electrónico de barrido JEOL JMS-6400.

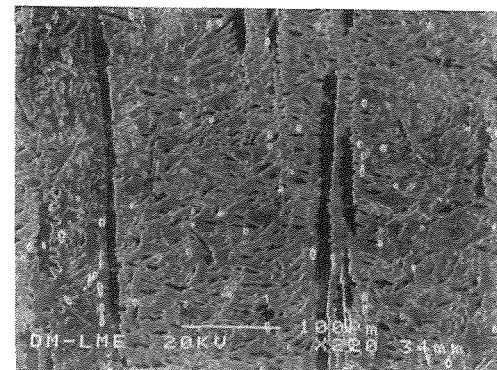
3.-RESULTADOS.

La evolución de las propiedades tensiles de ambos aceros con las temperaturas y tiempos de envejecimiento estudiados puede observarse en la Fig. 2.

En el caso del acero UNS 31803 no fue posible la obtención de curvas-R validas según la norma EGF P1-90, debido a las limitaciones en el espesor de las probetas (fig. 3).



(a)



(b)

Fig. 1. Microestructura de los aceros estudiados: (a) UNS 31803 y (b) AISI 329.

J_i (valor de la integral J para la iniciación) fue estimado a partir de un método basado en la observación de las superficies de fractura mediante MEB. El SZW (Streht Zone Width o Anchura de la Zona Estirada) y el SZH (Streht Zone Heigth o Altura de la Zona Estirada) se midieron a partir de observaciones de la superficie de fractura a 0°, tomada como vista normal a la superficie de fractura, (Fig. 4 (a)) y girando la superficie de fractura a diferentes ángulos que varían entre los 30 y 70° (Fig. 4(b)).

Tabla 1. Composición química de los dos aceros estudiados en % de peso.

Acero	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu
AISI 329	0.036	0.07	24.65	5.4	1.4	1.73	0.21
UNS 31803	0.025	0.13	22	5.5	3.88	2.4	-

Con la observación a 0° se obtiene directamente el valor del SZW, mientras que con la observación a otros ángulos se determina el valor del SZH a partir de la expresión (ver Anexo 1):

$$SZH = \frac{l - SZW \cos \alpha}{\sin \alpha} \quad (1)$$

donde l es la longitud de la zona estirada medida en la factografía de la observación a α°.

Heerens et al [3] demostraron que el CTOD (Crack Tip Opening Displacement) definido como δ₄₅ es igual a 2SZH. Si al valor del SZH medido después de fractura lo tomamos como su valor crítico, a partir de la expresión dada por Shih [4] podemos determinar el valor de J_i:

$$J_i = \frac{\sigma_0 CTOD_c}{d_n} = \frac{\sigma_0 2SZH_c}{d_n} \quad (2)$$

siendo d_n un factor que depende de n (coeficiente de endurecimiento) y σ₀/E (σ₀ es una definición alternativa del límite elástico y E es el modulo elástico). El valor de d_n puede determinarse de forma analítica [5] o bien de forma gráfica [4].

Heerens et al. [3] entre otros autores han deducido tanto experimental como teóricamente, que el cociente SZW/2SZH es constante e igual a 0.4. A partir de este valor propusieron una línea de enromamiento que actualmente es aceptada por la norma EGF P1-90. En nuestro acero (UNS 31803) este cociente no es constante, varía desde 0.15 para el acero recocido hasta 0.4 para el acero envejecido más de 75 horas. Los resultados obtenidos para este material se detallan en la Tabla 2.

En el caso del acero AISI 329 se utilizaron dos métodos para determinar la resistencia a la fractura. Para el acero en estado de recocido y envejecido 1 hora a 475 °C se utilizó el método descrito en la norma EGF P1-90. Las curvas R de ambos casos entraban en los límites especificados en la norma. También se intentó realizar un estudio del valor de la relación SZW/2SZH, pero en

ambos casos no fue posible determinar el tamaño de estas zonas. Por lo tanto se determinó el valor de J_{0.2/BL}. En el resto de envejecimientos se siguió el procedimiento descrito en la norma ASTM E-399 para la determinación de K_{Ic}. Los valores obtenidos entraron dentro de las condiciones especificadas en la norma, excepto en dos casos: envejecido 5 horas a 425 °C y envejecido 100 horas a 375 °C. En estos dos casos la curva carga-COD presentaba plasticidad con anterioridad a la rotura inestable, con lo cual el resultado obtenido no podía adaptarse a la norma ASTM E-399. Por lo tanto se optó por aplicar la norma ASTM E-992 para la determinación del valor de K_{E-E}.

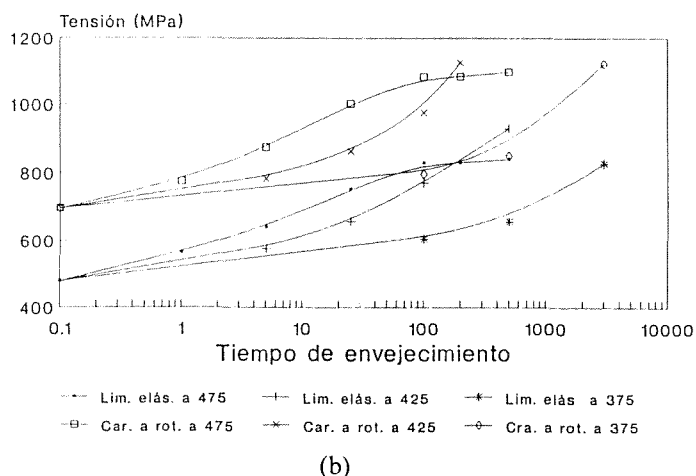
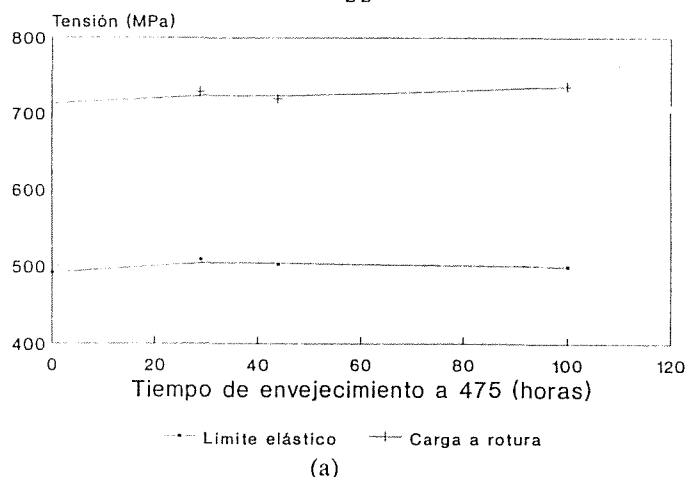


Fig. 2. Evolución de las propiedades tensiles con el tiempo de envejecimiento: (a) Acero UNS 31803 y (b) acero AISI 329.

Tabla 2. Valores de SZW, SZH, SZW/2SZH y J_i^* para el acero UNS 31803 envejecido a 475 °C.

Tiempo (horas)	0	25	46	75	100
SZW (μm)	63	85	68	72	32
SZH (μm)	210	151	108	89	38
SZW/2SZH	0.15	0.28	0.31	0.4	0.42
J_i (KJ/m^2)*	467	337	243	200	85

*Valores obtenidos a partir de la ecuación (2).

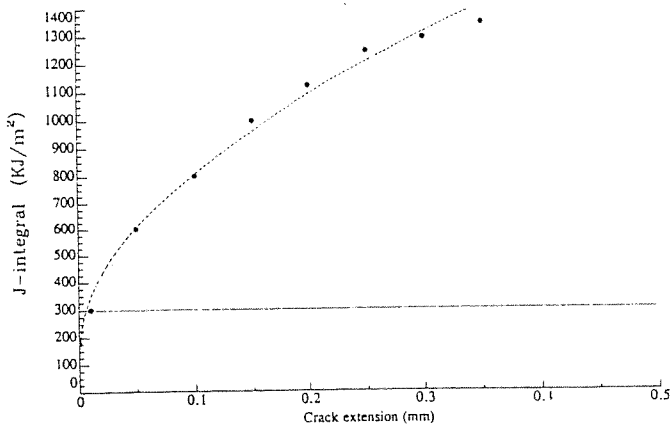
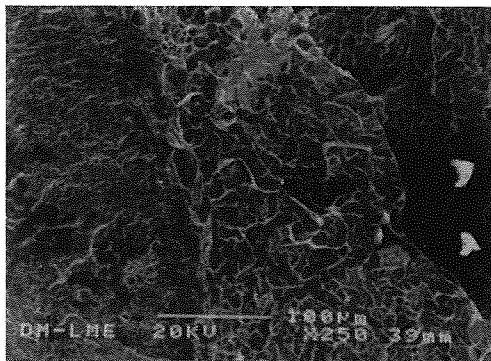
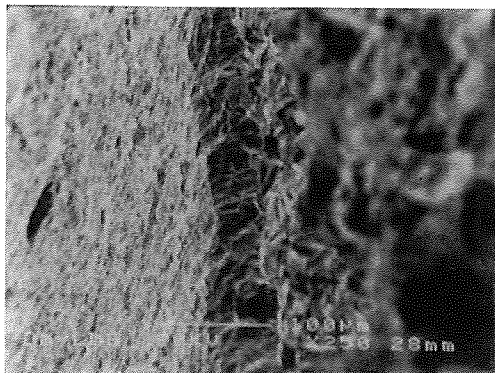


Fig. 3. Curva-R para el acero UNS 31803 recocido.



(a)



(b)

Fig. 4. Zona estirada del acero UNS 31803 envejecido 100 horas a 475 °C para (a) 0° y (b) 70°.

En la Fig. 5 puede observarse la curva-R para la determinación de $J_{0.2/BL}$ en el caso del acero recocido. Los resultados obtenidos para este material se pueden observar en la Fig. 6.

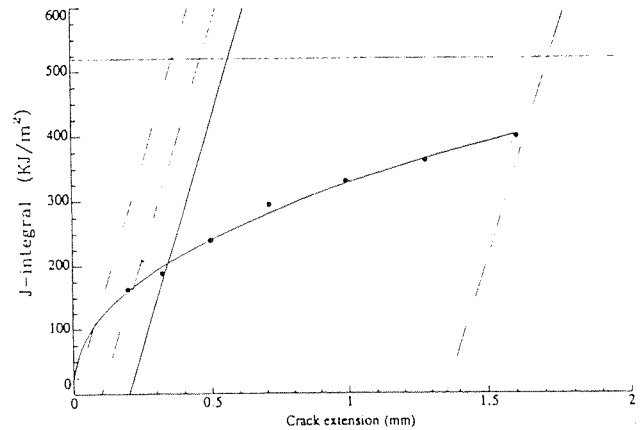


Fig. 5. Curva-R para la determinación de $J_{0.2/BL}$. Acero AISI 329 recocido.

En la Fig. 7. podemos ver el aspecto general de la superficie de fractura para el acero AISI 329 envejecido 100 horas a 475 °C. Este aspecto es el observado en la mayoría de las probetas de este acero, en las cuales se ha determinado el valor de K_{Ic} . Cabe hacer notar las dos zonas de diferente aspecto de clivaje que aparecen en la superficie de fractura. Justo después de la pregrieta por fatiga aparece una primera zona con aspecto irregular en la que el clivaje aparece en pequeñas áreas orientadas de manera diferente, para posteriormente pasar a un clivaje en grandes áreas con orientación similar pero presentando grandes escalones entre áreas. Esta diferenciación de zonas no se puede explicar directamente a través de las curvas carga-COD, ya que estas no presentan, en su mayoría, discontinuidades del tipo "pop-in", que indicaran algún tipo de propagación estable, maclado o formación de microgrietas anteriormente a la fractura inestable de la probeta. Por otro lado durante el proceso de carga y a un nivel medio de la curva carga-COD se producían unos sonidos, que

podrían ser asociados a la formación de microgrieta, maclado o a una propagación estable. Para determinar la causa de estos sonidos y de la diferenciación de zonas de clivaje, se realizó un ensayo y se paró el proceso de carga justo después de producirse los sonidos. Posteriormente la probeta se introdujo en un horno a 475 °C durante 3 horas para que se marcara un posible crecimiento estable de la grieta. Después de realizar el tratamiento de oxidación, la probeta fue sometida a fatiga y la grieta fue propagada una extensión de 5 mm antes de la rotura estática. En el examen de la superficie de fractura mediante MEB se pudo comprobar que con posterioridad a la pregrieta con fatiga, existía una propagación estable de la grieta por clivaje de la ferrita. También se observó que los ligamentos de los granos de austenita pequeños, estaban oxidados. En cambio los ligamentos de granos de austenita grandes estaban fatigados en el centro y oxidados en los bordes.

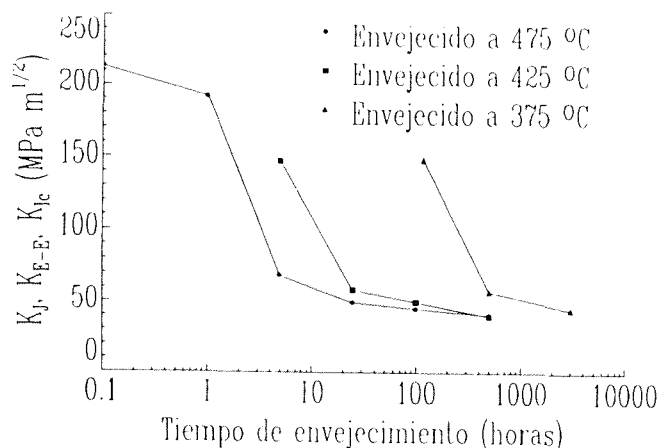


Fig. 6. Evolución de la tenacidad a la fractura del acero AISI 329 con la temperatura y tiempo de envejecimiento.

4.-DISCUSIÓN.

Al realizar los ensayos de integral J con el acero UNS 31803, se produjeron diversos fenómenos anómalos. En primer lugar, las curvas-R determinadas no entraban dentro de los límites de J_{max} y Δa_{max} que marca la norma. Este problema se presentó anteriormente a otros investigadores para el mismo material [6,7]. La punta de la grieta presentó una gran acumulación de deformación plástica que se materializó con un gran enromamiento de la punta de la misma incluso para el material muy fragilizado. Para el material en esta condición, ocurre un crecimiento inestable de la grieta mediante el clivaje generalizado de la fase ferrítica. A partir de la observación este fenómeno se pensó en

desarrollar un método que pudiera estimar un parámetro de fractura de iniciación de propagación, ya que tanto las curvas-R del material sin fragilizar o poco fragilizado como las curvas carga-COD para los materiales más fragilizados no era válidas según las normas EGF P1-90 y ASTM E-399. A partir de los resultados obtenidos al utilizar el método descrito en el Anexo 1 se ha comprobado que el cociente SZW/2SZH, que la norma EGF P1-90 toma constante e igual a 0.4, puede variar según el grado de ductilidad del material. En nuestro caso este cociente varía desde 0.15 para el acero UNS 31803 recocido hasta mantenerse constante e igual a 0.4 a partir de 75 horas de envejecimiento a 475 °C. Este resultado es congruente con el fenómeno visualizado durante el ensayo, aunque de todos modos es necesaria una comprobación con probetas de más espesor.

En ambos materiales se produjo un crecimiento inicial de grieta "negativo". Este fenómeno se produce por el acomodo de rodillos u otros elementos de las mordazas de ensayo. Para paliar este efecto sobre puntos que son válidos pero que caen fuera de las líneas de exclusión debido a este crecimiento negativo, se realizó un pre-análisis de los datos experimentales siguiendo un procedimiento propuesto por Rosenthal et al [8]. El método consiste en ajustar a los puntos obtenidos para la curva-R una ecuación del tipo:

$$\Delta a = K_1 J^{K_2} + K_3 \tag{3}$$

donde K_1 , K_2 y K_3 son constantes a determinar. El problema de la variabilidad se soluciona eliminando los puntos que se alejen 0.2 mm de la curva ajustada. El problema del crecimiento negativo se soluciona utilizando unos valores $\Delta a'$, corregidos según la expresión:

$$\Delta a' = \Delta a - K_3 \tag{4}$$

y son estos puntos corregidos los que se utilizan para ajustar la ley potencial que nos determinará los valores críticos de la integral J. Se ha comprobado que los valores de $J_{0.2/BL}$ no varían apreciablemente si aplicamos el método anterior o simplemente tomamos el valor de K_3 como el valor determinado de Δa más negativo (diferencias del 10%). Hay que decir que en este caso el crecimiento negativo no era muy acusado ya que se utilizaron mordazas con el orificio de base planar, que según muchos autores minimizan este fenómeno de crecimiento negativo.

En el acero AISI 329 no se realizó un estudio del cociente SZW/2SZH, ya que no era posible establecer bien las dimensiones del SZW ni del SZH. Esto es debido a que el acero AISI 329 contiene una mayor proporción de fase ferrítica que el acero UNS 31803, y es bien sabido que en aceros inoxidables ferríticos y superferríticos no es posible distinguir el SZW en las observaciones de la superficie de fractura mediante MEB.

Un resultado importante extraído de los datos obtenidos del acero AISI 329 es la saturación que sufre la fragilización en el rango intermedio de temperaturas y que queda reflejada en la tendencia que muestran los valores de tenacidad a la fractura (K_{Ic}) a mantenerse constantes alrededor de 40-45 MPa m^{1/2} para las tres temperaturas estudiadas (Fig. 6). Por lo tanto se obtiene un parámetro que puede utilizarse en el diseño de piezas de este material y que estén expuestas en este rango de temperaturas. Estos valores son válidos según la norma ASTM E-399, pero en realidad ha habido un crecimiento estable de la grieta que no ha quedado reflejado en la curva carga-COD. En la observación de la superficie de fractura mediante MEB, como ya se ha dicho, se observó que los ligamentos de granos grandes de austenita que estaban dentro de la zona de propagación estable presentaban fatiga en su centro. De este hecho podemos deducir que son los granos grandes de austenita los responsables de que el crecimiento estable de la grieta no quede reflejado en la curva carga-COD. Debido a que la interfase ferrita-austenita es muy fuerte, no existe desgarro de ésta, y la grieta no sufre una abertura lo suficientemente grande como para quedar reflejada en la curva. El comportamiento de freno de propagación que tienen los granos grandes de austenita se ha observado también en ensayos de propagación de grietas. En la Fig. 8 puede verse la superficie de fractura de una probeta con las mismas características que la estudiada anteriormente y que fue sometida a fatiga. Puede observarse el comportamiento de freno de un grano grande de austenita después de una zona de clivaje, donde los granos pequeños de austenita están totalmente estriccionados. Por lo tanto sería necesario desarrollar un método alternativo que nos permita determinar un valor de K_i (valor de K para la iniciación) que será menor al valor de K_{Ic} determinado según el procedimiento descrito en la norma ASTM E-399.

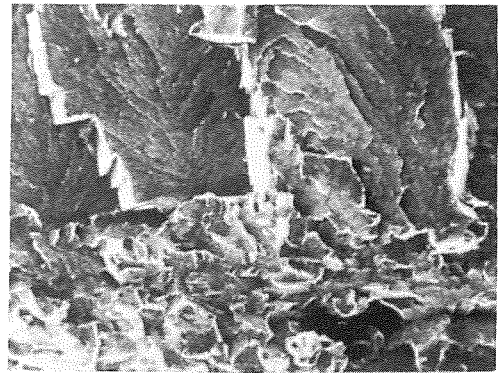


Fig. 7. Superficie de fractura para el acero AISI 329 envejecido 100 horas. Ensayo K_{Ic} .

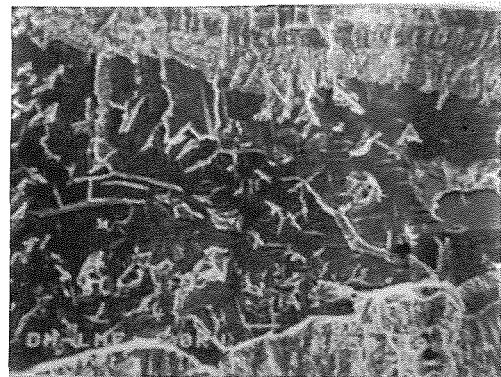


Fig. 8. Superficie de fractura del acero AISI 329 envejecido 100 horas a 475 °C, fatigado a $R=0.1$ (Zona de velocidades altas).

5.-AGRADECIMIENTOS.

Agradecer a la Comisión Europea del Carbón y del Acero (CECA) el soporte económico a través del proyecto n° 7210-MA/940 (F302/91), a la empresa ACENOR por la donación del acero AISI 329 y a Montserrat Marsal, técnico del servicio de microscopía electrónica del Departamento, por su ayuda en el desarrollo del método fractográfico aquí descrito.

6.-BIBLIOGRAFÍA.

- [1] P.H. Pumphrey, G.D.W. Smith y M. Prager, Mater. Sci. Technol., 6, 209 (1990).
- [2] A. Saxena y S.J. Hudak, "Review and extension of compliance information for common crack growth specimens", Int. Journ. of Fract., 14, 453 (1978).

[3] J. Heerens, K.H. Schwalve y A. Cornec, "Modifications of ASTM E 813-81 standard test method for an improved definition of J_{Ic} using new bluting line", Fracture Mechanics: Eighteenth Symposium, 374 (1985).

[4] C.F. Shih, "Relationship between the J-Integral and Crack Opening Displacement for stationary and extending cracks", Report n° 79CR0075, General Electric Co. (1979).

[5] K.H. Schwalbe, "Crack Tip Opening Displacement for work-hardening materials", Int. Journ. of Fract., 25, 49 (1984).

[6] R. Roberti, W. Nicodemi, G.M. La Vecchia y Sh. Basha, "Relationship between microstructure and fracture toughness in austenitic ferritic stainless steels", Proceedings de Stainless Steels'91, ISIJ, 1, 700 (1991).

[7] L. Iturgoyen, J. Alcalá y M. Anglada, "The influence of ageing at 475 °C on the fracture resistance of a duplex stainless steel", Duplex Stainless Steels'91, 2, 757 (1992).

[8] Y.A. Rosenthal, R.L. Tabler y P.T. Purtscher, " J_{Ic} data analysis methods with a "negative crack growth". Correction procedure, Journal of Testing and Evaluation, JTEVA, 18, 229 (1990).

[9] EGF Recomendations for Determining the Fracture Resistance of Ductile Materials, EGF P1-90, European Group on Fracture, Diciembre 1989.

ANEXO 1

Determinación del SZH a partir de la observación de las superficies de fractura.

Este método se basa en determinar el SZW mediante la técnica habitual descrita en la norma [9]. La probeta a continuación se rota hasta un ángulo de α° , al cual se puede observar bien la zona estirada. Este ángulo suele variar entre los 30 y 70°. En la Fig. 1.1 podemos ver las dos proyecciones que se producen a 0 y α° , junto con un detalle de la proyección a α° . De la medida efectuada sobre la proyección a 0° se obtiene el valor del SZW. En la proyección a α° se puede medir un valor de la zona estirada, l , que es suma de la proyección del SZW y de la proyección del SZH, l_1 y l_2 respectivamente.

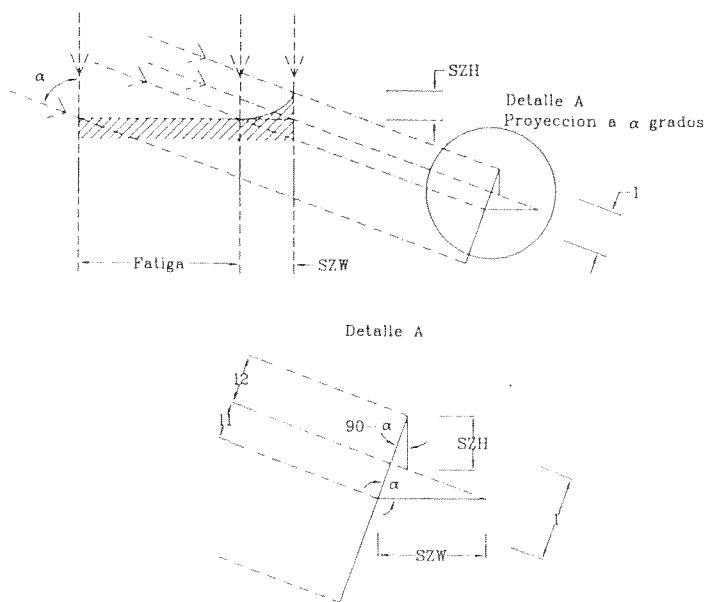


Fig. 1.1. Descripción de la geometría de las proyecciones.

Como conocemos el valor del SZW, podemos decir:

$$l_1 = SZW \cos \alpha \quad (1.1)$$

Por lo tanto l_2 , proyección del SZH, será la diferencia entre la proyección total l y la proyección del SZW l_1 :

$$l_2 = l - l_1 \quad (1.2)$$

El SZH se puede obtener de:

$$SZH = \frac{l_2}{\cos(90 - \alpha)} = \frac{l_2}{\text{sen} \alpha} \quad (1.3)$$

si sustituimos (1.1) y (1.2) en (1.3) obtenemos que:

$$SZH = \frac{l - SZW \cos \alpha}{\text{sen} \alpha} \quad (1.4)$$

Podemos ver como con el valor de la zona estirada a 0° y a otro ángulo cualquiera conocido, podemos determinar el valor del SZH.