

INFLUENCIA DEL ENVEJECIMIENTO EN LA VIDA A FATIGA DEL ACERO INOXIDABLE DUPLEX UNS S31803 EN AIRE Y EN VACIO

A. Mateo¹, P. Violan², L. Llanes¹, J. Méndez² y M. Anglada¹

1.- Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S.E.I.B., Universidad Politécnica de Catalunya, 08028 Barcelona, España

2.- Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux (URA N°863/CNRS), ENSMA, 86960 Futuroscope Cedex, Francia

Resumen. Este estudio versa sobre el comportamiento a fatiga de un acero inoxidable duplex. Estos aceros son susceptibles de sufrir un considerable deterioro de sus características mecánicas si son expuestos a temperaturas en el rango de 250°C a 500°C. El presente trabajo de investigación se inscribe en el marco del estudio de esta problemática, siendo su propósito caracterizar la vida a fatiga en función del envejecimiento térmico. Para ello se efectuaron ensayos a amplitud de deformación total incremental con el objetivo de determinar la respuesta cíclica del material tanto recocido como envejecido (200 horas a 475°C). A partir de las curvas cíclicas obtenidas, se seleccionaron dos amplitudes de deformación plástica a las que realizar ensayos a rotura bajo amplitud constante. Para la mayor de estas amplitudes los ensayos fueron efectuados en dos medios ambientes: aire y vacío. Los resultados, en términos de vida a fatiga y para la amplitud escogida, indican que el envejecimiento aumenta la vida a fatiga, y muestran que en atmósfera inerte la duración del ensayo es un orden de magnitud mayor que en aire. La observación mediante microscopía electrónica de barrido de las probetas ensayadas permite discutir los resultados en función del efecto del envejecimiento sobre la actividad plástica de la fase ferrítica.

Abstract. This work concerns the fatigue behavior of a duplex stainless steel. These steels are prone to suffer a considerable degradation of their mechanical characteristics when exposed to temperatures within the range from 250°C to 500°C. The present research deals with this problem, being its aim to characterize the fatigue life as a function of the thermal embrittlement. Incremental-step tests were carried out in order to determine the cyclic response, both for annealed and aged (200 hours at 475°C) materials. From the obtained cyclic stress-strain curves, two plastic strain amplitudes were selected in order to perform constant-amplitude tests to failure. For the highest amplitude tests were carried out in two environments: air and vacuum. The results, in terms of fatigue life and for the chosen amplitude, indicate that ageing increases the fatigue life, and show that tests performed in vacuum last ten times longer than those performed in air. The specimens were examined by scanning electron microscopy in order to discuss the results as a function of the ageing effect on ferrite plastic activity.

1. INTRODUCCIÓN

La estructura bifásica de los aceros inoxidables duplex, compuesta de austenita y ferrita, les confiere propiedades ventajosas con respecto a los inoxidables monofásicos, tanto austeníticos como ferríticos. De su microestructura dual resulta una combinación de elevadas características mecánicas con una óptima resistencia a la corrosión en condiciones críticas (medios clorados, corrosión bajo tensiones) [1,2] que los hace adecuados para las más variadas aplicaciones industriales (intercambiadores de calor, recipientes a presión, manipulación de productos químicos) [2,3].

El mayor inconveniente que limita la vida en servicio de los aceros duplex es la severa fragilización que pueden sufrir si son expuestos a temperaturas comprendidas en el rango intermedio (250-500°C). Este fenómeno, conocido como "fragilización a 475°C" es atribuido principalmente a la descomposición espinodal de la ferrita [4,5], aunque paralelamente también se desarrollan otras transformaciones, *e.g.* la precipitación del compuesto intermetálico G [6], que adquieren relevancia para largos periodos de envejecimiento (del orden de miles de horas).

A pesar que los duplex son candidatos potenciales a ser utilizados industrialmente en componentes sometidos a cargas cíclicas, su comportamiento a fatiga, tanto en estado de recocido como tras envejecimiento térmico, es un tema poco estudiado. Este trabajo trata ese aspecto, al investigar la vida a fatiga de uno de los aceros duplex más extendidos comercialmente y discutir los resultados en función de las condiciones de envejecimiento.

Por otra parte, es bien conocido que en atmósferas inertes la vida a fatiga de un metal puede prolongarse mucho más que en aire ambiental (e.g. [7]). Siguiendo esta línea se ha recurrido a la realización de ensayos en vacío, con la finalidad de poder analizar el comportamiento del material tras acumular un mayor grado de deformación plástica. Además, estos ensayos han suministrado interesantes datos sobre la influencia del medio ambiente en la respuesta cíclica de los aceros duplex.

2. MATERIAL Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El acero estudiado es un acero duplex de segunda generación de tipo UNS S31803 y fue producido por Sandvik (Suecia). Después de un tratamiento de recocido a 1050°C, su microestructura consiste en un 45% de austenita en una matriz ferrítica, y los granos austeníticos adoptan la forma de bandas siguiendo la dirección de laminación. La composición química del acero facilitada por el fabricante y la de cada una de sus fases constituyentes analizada por EDS (espectroscopía por análisis de energía dispersada) se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero y de cada una de las fases (% en peso).

	C	N	Cr	Ni	Mo
UNS S31803	0.025	0.13	22.0	5.5	3.0
Fase α	-	-	27.5	2.9	4.8
Fase γ	-	-	20.4	6.3	1.2

Los ensayos de fatiga oligocíclica siguiendo el método incremental y los correspondientes a la amplitud constante más pequeña de las dos seleccionadas se efectuaron en una máquina servohidráulica, bajo control de la deformación total aplicada y en aire. Los ensayos a la mayor amplitud constante fueron llevados a cabo, tanto en aire como en vacío (a presión inferior a 10⁻³ Pa), en una máquina electromecánica y bajo control de la deformación plástica. En todos los casos se ensayaron muestras en dos condiciones: una en estado de recocido (o sea, no envejecida) y otra después de un tratamiento de envejecimiento a 475°C durante 200 horas. Las probetas eran cilíndricas, de 6 mm de

diámetro, y fueron sometidas a deformación simétrica tracción-compresión.

Previamente a su ensayo, las probetas habían sido electropulidas con una solución de ácido perclórico en etanol, a fin de permitir la posterior observación de su superficie por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB).

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

El comportamiento a fatiga del material, evaluado mediante curvas de esfuerzo-deformación cíclica (CEDC), se muestra en la Fig. 1. Esta gráfica presenta los esfuerzos a saturación (o bien finales, en aquellos casos en que no se alcanzó una auténtica saturación) frente a las amplitudes de deformación plástica (ε_{pl}), en el rango de 10⁻⁵ hasta 5x10⁻³, determinadas a partir de los ensayos a amplitud incremental y para las dos condiciones de tratamiento.

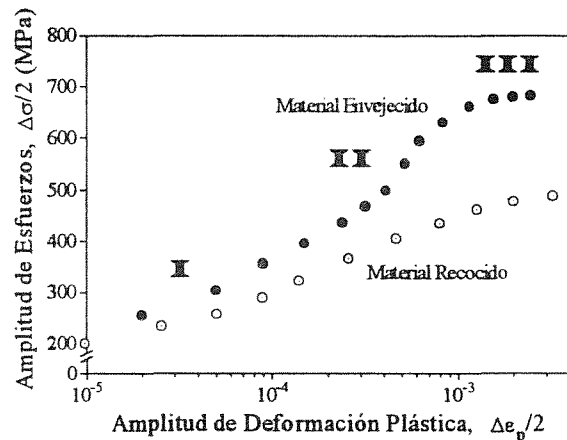


Fig. 1. Curvas cíclicas esfuerzo-deformación del acero duplex estudiado.

La CEDC correspondiente al acero envejecido se sitúa a niveles de esfuerzo superiores a la del material recocido, pero la forma de ambas permite describirlas en términos de tres etapas. En la etapa I, a bajas ε_{pl}, las dos curvas están muy próximas. Sin embargo, para ε_{pl} entre 10⁻⁴ y 2x10⁻⁴, se produce un cambio de pendiente y las CEDC comienzan a separarse. Este cambio resulta más acusado para el duplex envejecido, como consecuencia de su fuerte tasa de endurecimiento por deformación cíclica. A valores de ε_{pl} ≅ 10⁻³ se produce un nuevo cambio de pendiente y el endurecimiento cíclico por deformación vuelve a ser moderado.

Para efectuar los ensayos a amplitud constante hasta rotura se escogió en primer lugar una amplitud de deformación plástica situada en la transición entre las etapas I y II de las CEDC, concretamente ε_{pl} ≅ 1.5x10⁻⁴. Para esta amplitud no se realizaron ensayos en vacío

puesto que ya en aire la vida a fatiga fue superior a un millón de ciclos.

La selección de la segunda amplitud de deformación plástica para efectuar los ensayos a amplitud constante se basó en el criterio de buscar un valor para el que las diferencias entre las respuestas del material envejecido y el recocido fueran notables. Como se aprecia en la Fig. 1, tanto en la etapa II como en la III se cumple esta condición. Pero, de habernos situado dentro del régimen de altas amplitudes, probablemente habríamos tenido unas vidas a fatiga demasiado cortas para poder apreciar claramente el efecto del medio ambiente. Por ello se tomó $\varepsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$, amplitud perteneciente a la etapa II. Para este valor es de esperar una diferencia pronunciada entre las vidas a fatiga del material en función de la condición de envejecimiento, así como del medio ambiente de ensayo.

Las curvas de endurecimiento-ablandamiento cíclico correspondientes a los ensayos a amplitud de deformación plástica constante de 1.5×10^{-4} evidenciaron, tanto para el material recocido como para el envejecido, un leve endurecimiento en los primeros ciclos seguido por un ablandamiento que desemboca rápidamente a un estado de saturación.

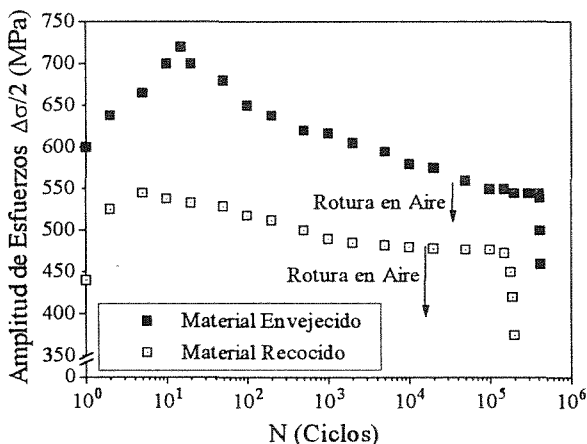


Fig. 2. Curvas endurecimiento-ablandamiento cíclico del acero duplex ensayado a $\varepsilon_{pl} = 6 \times 10^{-4}$ en vacío.

Las curvas de endurecimiento-ablandamiento cíclico obtenidas de los ensayos realizados a $\varepsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$ en vacío se han graficado en la Fig. 2. Los valores de los esfuerzos medidos en aire y en vacío coinciden casi perfectamente, por lo que las curvas en aire no se han representado y únicamente se ha señalado en cada curva el número de ciclos para el que se produjo la rotura en aire. Ambas curvas, la del material recocido y la del envejecido, pueden dividirse en dos etapas: endurecimiento inicial y ablandamiento cíclico. Todos los ensayos evidenciaron un endurecimiento muy rápido, de tal forma que, entre el quinto y el décimo ciclo, ya se alcanza el valor de amplitud de esfuerzo máximo. A continuación se observó un lento y continuo

ablandamiento. En el caso del duplex envejecido la fractura en aire tuvo lugar durante el periodo de ablandamiento, no llegándose a un estado de saturación hasta 10^5 ciclos. Por contra, la curva del material recocido alcanza la saturación aún antes de la rotura en aire.

La Tabla 2 recoge las vidas a fatiga medidas en los cuatro ensayos a $\varepsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$. De estos datos destacan: por un lado que los ensayos en vacío tengan una duración diez veces superior a la de los efectuados en aire, y por otro que el envejecimiento induzca que se duplique la vida a fatiga del material.

Tabla 2. Vidas a fatiga (número de ciclos a rotura) del acero duplex ensayado a $\varepsilon_{pl} = 6 \times 10^{-4}$, en aire y en vacío.

	Aire	Vacío
Recocido	18000	198000
Envejecido (200 horas a 475°C)	32000	415000

La observación por MEB de la superficie de las muestras ensayadas permitió determinar, en cada caso, que fase localizaba preferentemente la deformación y como se producía la nucleación de fisuras. En la Fig. 3 se muestra el aspecto típico de las probetas ensayadas a $\varepsilon_{pl} \cong 1.5 \times 10^{-4}$. Tanto en el material recocido (Fig. 3a), como en el envejecido (Fig. 3b), la deformación aparece totalmente localizada en los granos de austenita. En el primero se aprecian, en granos favorablemente orientados, bandas características del deslizamiento planar propio de la fase austenítica; mientras que en la imagen correspondiente al duplex envejecido se observa como, igualmente en función de su orientación cristalográfica, en algunos granos de γ no hay evidencia de deformación plástica, cuando otros muestran uno e incluso dos sistemas de deslizamiento activos.

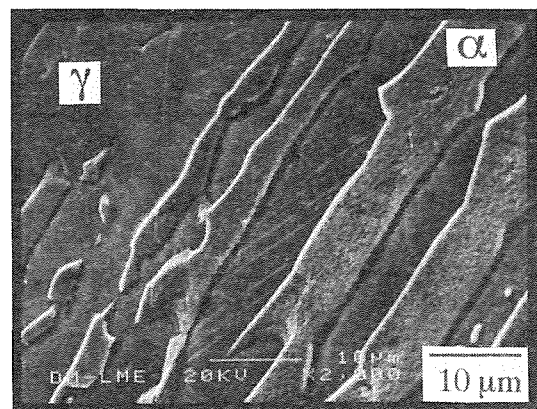


Fig. 3a. Aspecto superficial del material recocido ensayado a $\varepsilon_{pl} \cong 1.5 \times 10^{-4}$.

4. DISCUSIÓN

El comportamiento endurecimiento-ablandamiento observado a $\epsilon_{pl} \cong 1.5 \times 10^{-4}$ es característico de los aceros austeníticos aleados con nitrógeno, atribuyéndose el endurecimiento a la generación de dislocaciones y su anclaje por los elementos intersticiales, y el ablandamiento a la destrucción del orden a corto alcance (Cr-N) causada por la deformación cíclica [8]. La misma explicación es válida para el comportamiento del acero no envejecido a $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$, en tanto que el más marcado y prolongado ablandamiento observado en el caso del material envejecido podría deberse a la demodulación de la descomposición espinodal producida por el movimiento irreversible de dislocaciones en la ferrita [9].

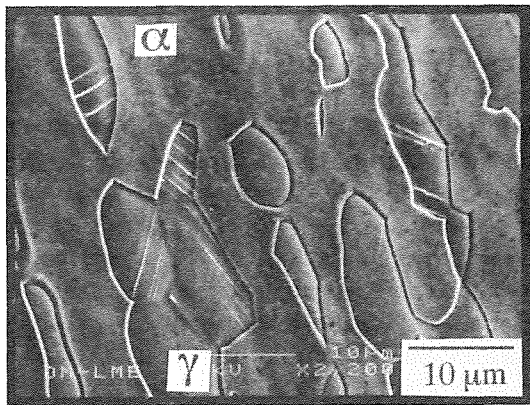


Fig. 3b. Aspecto superficial del material envejecido ensayado a $\epsilon_{pl} \cong 1.5 \times 10^{-4}$.

La Fig. 4a es una micrografía del material recocido ensayado a $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$. Aunque al igual que en las imágenes correspondientes a la amplitud inferior la deformación está localizada esencialmente en la austenita, en este caso se aprecia que en varias zonas las microgrietas penetran en la matriz ferrítica.

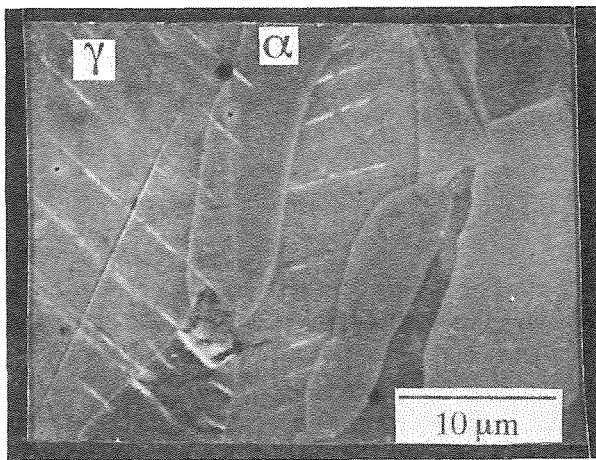


Fig. 4a. Aspecto superficial del material recocido ensayado a $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$.

En el material envejecido ensayado a $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$ la austenita muestra intensas bandas de deslizamiento con marcadas extrusiones (Fig. 4b). La nucleación de las grietas tiene lugar en esas bandas, conduciendo a la formación de numerosas microgrietas superficiales. La imagen refleja la dificultad de tales grietas para propagarse a través de los granos de ferrita.

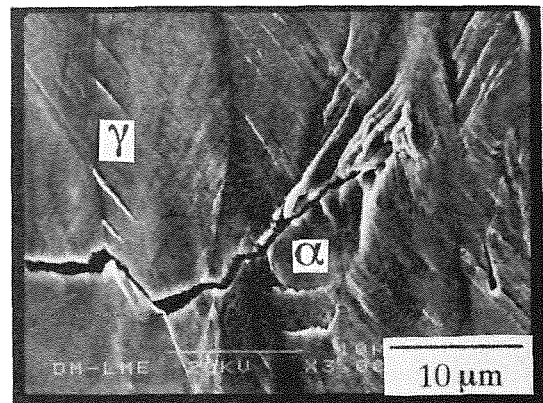


Fig. 4b. Aspecto superficial del material envejecido ensayado a $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$.

Por lo que respecta a las diferencias entre las dos CEDC (Fig. 1), el hecho de que la curva correspondiente al material envejecido se sitúa a niveles de esfuerzo superiores a la del acero recocido se asocia con el incremento en resistencia mecánica producido por la descomposición de la ferrita (e.g. para el duplex estudiado el límite elástico pasa de 468 MPa a 626 MPa tras 200 horas a 475°C [10]). La existencia de tres etapas con diferentes tasas de endurecimiento cíclico es atribuible a los cambios en los mecanismos de deformación cíclica activos para cada condición del material y para cada nivel de ϵ_{pl} , como ha sido discutido por los autores en trabajos previos [11,13].

Para deformaciones plásticas pequeñas (etapa I e inicio de la II) las dos curvas cíclicas se sitúan muy próximas. La razón de ello está en que la austenita, por ser la fase más blanda y además por estar sometida a tensiones residuales de tracción provocadas por el enfriamiento desde la temperatura de recocido [14], es la que comienza primero a deformarse plásticamente, y en este intervalo todavía es capaz de acomodar la deformación global del material, mientras la ferrita se mantiene en

el régimen elástico. De esta forma el efecto de la fragilización de la ferrita es mínimo, limitándose a un estreñimiento de los granos austeníticos que es el causante de la leve separación entre ambas curvas. En consecuencia la localización del daño superficial, tanto en el caso del duplex recocido como en el del envejecido, se concentra totalmente en la fase γ , como se refleja en la Fig. 3. Las fisuras que se nuclean en las bandas de deslizamiento no conseguirán continuar su propagación a través de la ferrita, lo que explica que la vida a fatiga sea relativamente infinita.

Se ha constatado que los valores de vida a fatiga a $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$ son mayores para el material en estado de envejecimiento. Como se aprecia en la Fig. 4, en el material sin envejecer las fisuras pueden nuclearse en ambas fases, aunque parece que el fenómeno más extendido es la nucleación en la austenita, para luego introducirse en la matriz ferrítica y continuar su propagación si encuentran un estado de tensiones favorable. En cambio, en el material envejecido, para este nivel intermedio de ϵ_{pl} , la matriz ferrítica fragilizada no es capaz de asumir deformación plástica, oponiéndose mucho más que en el caso anterior a la propagación de las fisuras, y explicando así el incremento de vida a fatiga observado.

El efecto del medio ambiente se muestra muy relevante a partir de la comparación de las vidas a fatiga en aire y en vacío. Que en aire la vida se vea reducida a menos de 10% de la alcanzada en vacío es sorprendente si se compara con lo reportado para aceros inoxidable austeníticos, e.g. para un inoxidable 316L el aire provocó la disminución de la vida solamente a un tercio [7]. Por otra parte, es asimismo de destacar que el efecto relativo del medio ambiente sea el mismo para el duplex recocido que para el envejecido, lo que implicaría su independencia respecto al comportamiento plástico de la ferrita. La explicación de esta pronunciada influencia medioambiental debería estar asociada, fundamentalmente, a dos factores:

- por un lado, al comportamiento intrínseco de la ferrita;
- y por otro, a que la iniciación de fisuras en un acero duplex sea sensible al acoplamiento, tanto mecánico como electroquímico, entre sus dos fases [15].

Respecto al primer punto, a nuestro conocimiento, no existe bibliografía relativa al tema, y por consiguiente se requiere una investigación más profunda del mismo.

En cuanto al acoplamiento α/γ , se sabe que la ferrita es anódica respecto a la austenita. Por ello, a bajos niveles de esfuerzos, la ferrita, que no es deformada plásticamente, protege catódicamente a la austenita, que es la fase que soporta la deformación. Esto explica la elevada resistencia de los aceros duplex en

condiciones de corrosión bajo tensiones. Si nos situamos a niveles de esfuerzo superiores el escenario cambia totalmente. Para esfuerzos dentro de la etapa II la ferrita del material no envejecido comenzará a deformarse plásticamente. A diferencia de las bandas de deslizamiento de la austenita, que provocan un daño superficial mínimo, en la ferrita se producen marcadas extrusiones-intrusiones fruto del carácter más irreversible del deslizamiento en los metales de estructura BCC (cúbica centrada en el cuerpo), y si se alcanza la tensión crítica para producir maclado el daño superficial será aún mayor. Extrusiones y maclas son lugares favorables para la oxidación, cuya localización en estos puntos acelerará la nucleación de fisuras en la fase ferrítica.

Por lo que respecta al acero envejecido, para un mismo nivel de ϵ_{pl} aplicada la ferrita fragilizada se deformará globalmente mucho menos que la del material sin envejecer. Sin embargo, puesto que el nivel de esfuerzos es más elevado que en el caso del material recocido, localmente pueden aparecer maclas, que tienen una elevada probabilidad de provocar fisuras. Si el medio ambiente es inerte la fisuración de la ferrita por oxidación localizada no tendrá lugar, pudiendo ser éste el motivo de que en vacío las vidas a fatiga sean tan prolongadas. En la actualidad se están desarrollando nuevos estudios para tratar de validar estas especulaciones desde el punto de vista experimental.

5. CONCLUSIONES

Del presente trabajo de investigación se pueden extraer las siguientes conclusiones respecto al comportamiento a fatiga de los aceros inoxidable austeno-ferríticos:

- La respuesta cíclica esfuerzo-deformación muestra tres etapas, en función de la ϵ_{pl} , tanto para el material en estado de recocido como tras someterlo a fragilización térmica a 475°C. Aunque en este último caso la CEDC se sitúa a niveles de esfuerzo más elevados. Estas etapas se relacionan con cambios en los mecanismos de deformación plástica activos dentro de cada intervalo.
- A amplitudes de deformación plástica bajas ($< 2 \times 10^{-4}$), la deformación plástica se concentra en la austenita. Las fisuras que aparecen en esta fase son incapaces de propagarse a través de la ferrita, lo que explica que la vida a fatiga sea infinita.
- Para $\epsilon_{pl} \cong 6 \times 10^{-4}$ la vida a fatiga es mayor en el material envejecido pues las fisuras, que siguen nucleándose mayoritariamente en la austenita, experimentan más dificultades para propagarse por

la matriz ferrítica fragilizada que por la ferrita del duplex no envejecido, la cual es capaz de acomodar deformación plástica.

- El medio ambiente tiene una notable influencia sobre la vida a fatiga de los aceros duplex, al menos dentro de los niveles de deformación estudiados. La explicación física de este efecto, y su posible independencia respecto al comportamiento plástico de la ferrita, no están bien definidas, siendo el tema de estudios en desarrollo.

6. AGRADECIMIENTOS

El trabajo reportado en este artículo fue subvencionado por la ECSC (Comisión Europea para el Carbón y el Acero) a través del proyecto 7210-MA/940 y por la CICYT (Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología) bajo contrato MT-1497. La cooperación entre los grupos de investigación español y francés ha sido posible gracias al Ministerio de Educación y Ciencia Español y al *Ministère Française des Affaires Étrangères* mediante el Programa Picasso (acciones integradas 95102 y HF94-245, respectivamente). Deseamos agradecer a M. Marsal, del Servicio de Microscopía Electrónica del Dept. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica (U.P.C.), su valiosa asistencia técnica.

7. REFERENCIAS

- [1] Solomon, H.D. y Devine Jr., T.D., "Duplex Stainless Steels - A tale of two phases". En: *Proc. Int. Conf. on Duplex Stainless Steels*, (R.A. Lula, ed.), ASM, Ohio, pp. 693-756 (1983).
- [2] Charles, J., "Super duplex stainless steels: structure and properties". En: *Proc. Int. Conf. on Duplex Stainless Steels '91*, (J. Charles y S. Bernhardsson, eds.) Editions de Physique, Les Ulis, 1, pp. 3-48 (1991).
- [3] Davison, R.M. y Redmond, J.D., "Practical guide to using duplex stainless steels". *Materials Performance* 29, 1, 57-62 (1990).
- [4] Chandra, D. y Schwartz, L.H., "Mössbauer effect study on the 475°C decomposition of Fe-Cr". *Metall. Trans.*, 2, 511-519 (1971).
- [5] Chopra, O.K. y Chung, H.M., "Ageing degradation of cast stainless steels: effects on mechanical properties". En: *Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System-Water Reactors*, (G.J. Theus y J.R. Weeks, eds.), TMS, Warrendale, pp. 737-748 (1988).
- [6] Mateo, A., Redjaimia, A., Llanes, L., Metauer, G. y Anglada, M., "Identification and characterization of the intermetallic G-phase in a duplex stainless steel". *Ultramicroscopy*, enviado para publicación (1996).
- [7] Méndez, J., Villechaise, P., Violan, P. y Delafond, J., "Environment and deformation interactions on the fatigue resistance of a 316L Stainless Steel treated by dynamical ion mixing". En: *Corrosion-Deformation Interactions, CDI'92*, (T. Magnin y J.M. Gras, eds.), Editions de Physique, Les Ulis, pp. 741-754 (1993).
- [8] Nyström, M., Tesis Doctoral, Chalmers University of Tech., Göteborg (1995).
- [9] Park, K., LaSalle, J.C. y Schwartz L.H., "The low cycle fatigue behavior of spinodally decomposed Fe-26Cr-1Mo alloys". *Acta Metall.* 33, 2, 205-211 (1985).
- [10] Iturgoyen, L., Tesis Doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona (1994).
- [11] Mateo, A., Llanes, L., Iturgoyen, L. y Anglada, M., "Cyclic stress-strain response and dislocation substructure evolution of a ferrite-austenite stainless steel". *Acta Mater.*, en prensa (1996).
- [12] Llanes, L., Mateo, A., Iturgoyen, L. y Anglada, M., "Aging effects on the cyclic deformation mechanisms of a duplex stainless steel". *Acta Mater.*, enviado para publicación (1996).
- [13] Mateo A., Llanes L., Iturgoyen L. y Anglada M., "Respuesta cíclica y evolución subestructural de un acero duplex AISI-329 sometido a fatiga: Influencia de la fragilización térmica". *Anales de Mecánica de la Fractura*, 11, 405-412 (1994).
- [14] Siegmund, T., Werner, E. y Fischer F.D., "The irreversible deformation of a duplex stainless steel under thermal cycling". *Mat. Sci. and Eng.* A169, 125-134 (1993).
- [15] Magnin T., Le Coze J. y Desestret, A., "Twinning and stress corrosion cracking of ferrite phases of duplex stainless steels". En: *ASM Metals Congress*, ASM, Ohio, pp. 1-17 (1982).