

## INTERACCION DE LOS DIFERENTES PARAMETROS MICROESTRUCTURALES EN EL CONTROL DE LOS PROCESOS DE FRACTURA FRAGIL EN LOS ACEROS

A. Echeverría Zubiría, J.M. Rodríguez Ibabe

Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) y  
Escuela Superior de Ingenieros Industriales (Universidad de Navarra)  
Pº Manuel de Lardizabal, 13-15, 20018 San Sebastián

**Resumen.** El presente trabajo profundiza en los parámetros microestructurales que controlan la fractura frágil por clivaje en los aceros. Es conocido el efecto iniciador de la fractura frágil de inclusiones frágiles de gran tamaño, y también el efecto independiente del tamaño de grano en la mejora de propiedades de tenacidad. En este estudio se sugiere que, incluso a bajas temperaturas ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) el efecto dañino de las partículas no es independiente en sí, sino que la activación de la fractura frágil resulta de la interacción entre partículas y tamaño de grano; a pesar de que el evento crítico de fractura sea la formación de una grieta de tamaño de partícula y no del tamaño de grano. Estos resultados tienen por objeto obtener una herramienta para mejorar la tenacidad de los aceros.

**Abstract.** This paper makes a profound study of the microstructural parameters that control brittle cleavage fracture in steels. It is well known the deleterious effect of coarse brittle inclusions on the initiation of brittle fracture, and the independent effect of the grain size upon the improvement of toughness. This study suggests that even at low temperatures ( $-196^{\circ}\text{C}$ ), the harmful effect of inclusions is not independent itself, but the triggering of brittle fracture results from the interaction between both particles and grain size. Even though the critical event of fracture consists in the formation of particle size microcracks and not a grain size microcrack. These results might provide a proper tool to improve fracture toughness of the steels.

### 1. INTRODUCCIÓN

Al analizar la interacción entre la microestructura del acero y las propiedades a fractura frágil, se pueden señalar dos parámetros microestructurales. Por un lado el núcleo de fractura en sí y por otro lado las barreras microestructurales de detención del avance de la fractura.

En cuanto a los núcleos de fractura, éstos pueden ser bien carburos [1,2], inclusiones [2,3] o bien fases duras aisladas (perlita, MA) [2,4]. En este trabajo se tratará principalmente sobre los inicios en nitruros de titanio.

Mayoritariamente se ha considerado que la fractura frágil es un proceso controlado por el evento crítico de propagación de la grieta del núcleo de fractura (partícula) a la matriz circundante, denominada intercara pm [5,6].

Según este micromecanismo, los parámetros críticos de fractura serían el tamaño del núcleo de fractura y en consecuencia el tamaño de partícula, y la capacidad de la matriz para deformarse y enromar la grieta.

Por esta razón, en el estudio de los procesos de fractura frágil se ha centrado el interés en caracterizar tanto el tamaño como la fracción volumétrica de las partículas frágiles presentes en el acero.

Siendo esto así, a bajas temperaturas de ensayo, en las cuales la barrera pm parece ser la crítica, el único parámetro microestructuralmente relevante sería el tipo de partícula y su tamaño, con independencia del tamaño de grano de la matriz. Por lo tanto, la sola presencia de partículas frágiles sería determinante, no pudiéndose hacer nada para retardar o evitar en lo posible la fractura frágil.

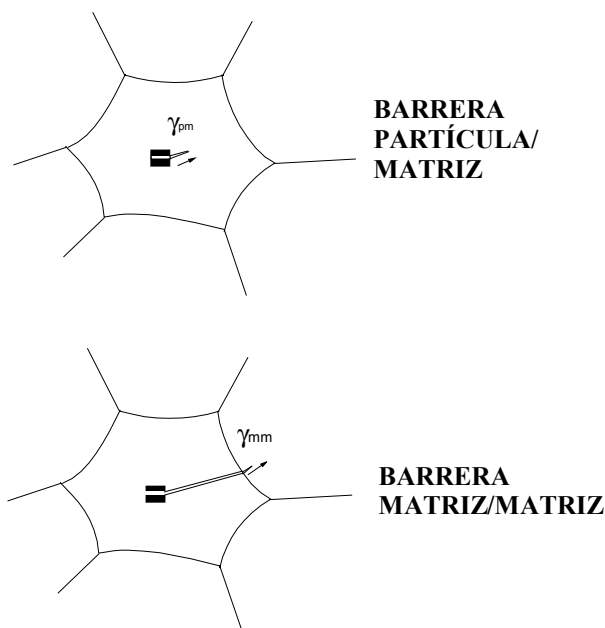
En este trabajo se presentarán resultados experimentales que apuntan a una posible influencia de la matriz (tamaño de grano) en la fractura frágil.

Esta controversia no es nueva, por ejemplo N.J. Petch [7] propone una expresión para la tensión de fractura que depende tanto del tamaño de grano como de la partícula, a diferencia de la expresión de Curry y Knott [8] (resultado de la expresión de Smith) en la cual depende únicamente del tamaño de partícula. El tratamiento de Smith [9] asume un equilibrio estático en el conjunto preexistente apilamiento-grieta, mientras que Petch señala que el proceso justamente comienza con el apilamiento en el plano de deslizamiento, sin que haya grieta, por lo que su tratamiento corresponde al de una grieta de no-equilibrio. Petch [7] cita evidencias experimentales de un efecto independiente del tamaño de grano en la resistencia a clivaje.

A continuación se muestran resultados en favor de la influencia del tamaño de grano, basados en resultados experimentales de análisis de fractura frágil en ensayos de flexión en 4 puntos con probetas entalladas.

## 2. EVIDENCIAS DE LA INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE GRANO

El tratamiento habitual del proceso de fractura frágil en aceros supone que la fractura se produce de manera efectiva si, tras la nucleación en la partícula, la grieta supera las barreras partícula/matriz (pm) y matriz/matriz (mm) de manera dinámica. Si el evento crítico es la superación de la barrera pm (figura 1), el tamaño de grieta crítico en la ecuación tipo Griffith-Orowan se limita a la partícula,  $a$  (1) y si es mm (figura 1) al tamaño de grano,  $D$  (2).



**Fig. 1.** Esquema de las etapas de propagación de la grieta en la fractura frágil.

Las expresiones tipo Griffith-Orowan para la tensión de propagación de la grieta son:

$$\sigma_{pm} = \left( \frac{\pi E \gamma_{pm}}{(1 - \nu^2) a} \right)^{1/2} \quad (1)$$

$$\sigma_{mm} = \left( \frac{\pi E \gamma_{mm}}{(1 - \nu^2) D} \right)^{1/2} \quad (2)$$

donde  $\gamma$  representa la energía superficial de fractura.

De aquí se deduce que un tamaño de grano mayor proporcionaría tamaños de grieta mayores para el instante en que la grieta atraviesa la barrera mm, y una reducción del tamaño posibilitaría mejorar las propiedades a fractura en el rango de temperaturas de control de la barrera mm.

Ahora bien, en el rango de temperaturas de control de la intercara pm, no sólo el tamaño de partícula es determinante, como se deduciría de la expresión de la tensión de propagación para la barrera pm (1), sino que también tiene cierta influencia el **tamaño de grano** como se detalla a continuación.

Los aceros a los que se va a hacer referencia en este trabajo son aceros que contienen Ti (ver tabla 1), cuyo comportamiento a fractura frágil ya se ha presentado en trabajos anteriores [10].

**Tabla 1.** Composición química en % en peso de los aceros.

Acero	C	Mn	Si	Ti	V	N ppm
TR3	0.21	1.51	0.27	0.017	0.19	103
Ti-V	0.37	1.40	0.60	0.015	0.11	132

A continuación se describen en diferentes puntos evidencias sobre la influencia de la matriz (a través del tamaño de grano) en la propensión a la fractura frágil por clivaje.

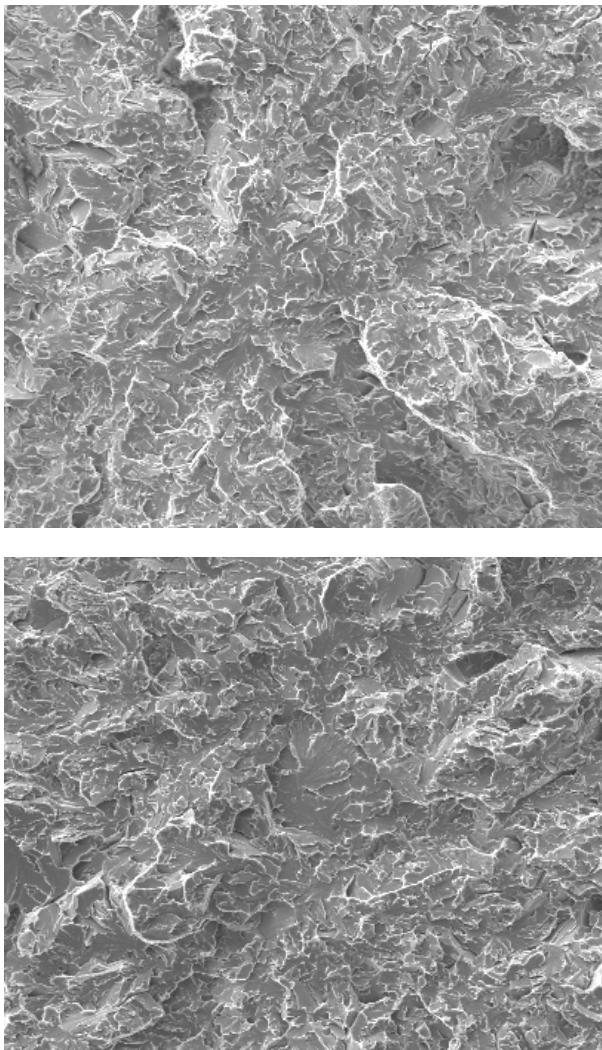
### 2.1 Presencia de facetas groseras en el origen de fractura

En general al realizar ensayos de flexión a rotura a bajas temperaturas con probetas entalladas [11] se observa que en la zona de inicio de la fractura, la superficie de fractura presenta una zona con facetas de tamaño mayor que el tamaño de faceta promedio y, además, la faceta es “plana” (figura 2), es decir, que se encuentra orientada normal a la tensión tractiva máxima. Además, esta característica es una de las claves para detectar fácilmente el origen principal de fractura. Esta reiteración de encontrar facetas grandes hace pensar que realmente no es un hecho casual, sino que responde a que las partículas frágiles más potentes en cuanto a ser

susceptibles de romperse y producir la propagación de la grieta en la matriz están localizadas en lugares de granos grandes de ferrita, o paquetes bainíticos grandes en el caso de bainita.

Tal como también señala Knott [12], la fractura frágil por clivaje iniciada en inclusiones está asociada no sólo a la presencia de una inclusión de tamaño grande sino que también con ferrita grosera.

De esta manera se deduce que es necesaria una combinación de partícula frágil ( $>1\mu\text{m}$ ) y la localización de la misma en un grano de tamaño grande.

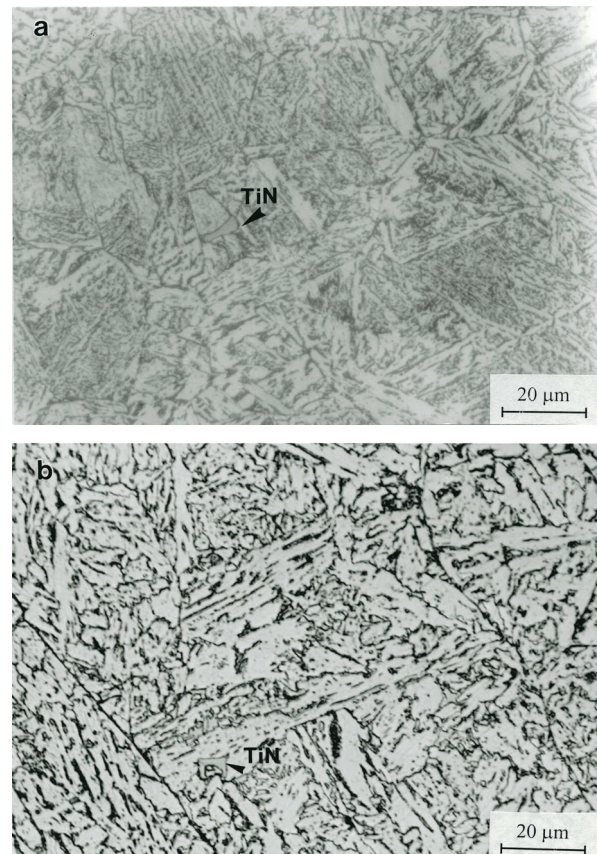


**Fig. 2.** Facetas de gran tamaño en los inicios de fractura del acero TR3\_10B, con microestructura bainítica.

## 2.2 Comparación del comportamiento a fractura frágil de un mismo acero con microestructura de bainita con tamaño de paquete diferente.

En este apartado se compara el comportamiento a fractura del acero TR3 (tabla 1), que contiene Ti, con dos microestructuras de bainita obtenidas a partir de granos de austenita previos de tamaño diferente.

Para caracterizar el comportamiento de fractura frágil se han realizado ensayos de flexión en 4 puntos a  $-196^\circ\text{C}$ . El acero TR3 (tabla 1) se ha estudiado en dos condiciones microestructurales: (1) el estado TR3\_10B corresponde a una microestructura bainítica obtenida tras austenización a  $1050^\circ\text{C}$  y a transformación isoterma a  $375^\circ\text{C}$  y (2) el estado TR3\_12B corresponde a austenización a  $1250^\circ\text{C}$  y transformación isoterma a  $465^\circ\text{C}$ . La dureza HV2 a temperatura ambiente era similar para ambas microestructuras, cercana a 260 HV2. La microestructura bainítica obtenida se muestra en la figura 3.



**Fig. 3.** Microestructura bainítica de a) TR3\_10B y b) TR3\_12B.

Es importante señalar que utilizar un acero con este contenido de Ti y N, produce una precipitación de nitruros de titanio groseros de tamaño  $>1\mu\text{m}$ , debido a la precipitación de los mismos en el estado líquido del acero. Los posteriores tratamientos de austenización y transformación isoterma no alteran el tamaño ni la distribución de estos nitruros debido a la baja solubilidad y estabilidad del TiN. Este hecho permite mantener constante la población de núcleos potenciales de grietas (es decir, la de las partículas de TiN).

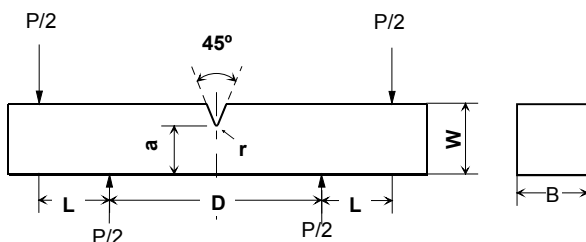
Mediante técnicas fractográficas exhaustivas realizadas en un microscopio electrónico de barrido Philips XL30, se ha localizado el origen principal de fractura en cada una de las superficies de fractura de las probetas

ensayadas. La distancia del inicio a la punta de la entalla se designa con el parámetro  $d_{\text{inicio}}$  (tabla 2).

En la tabla 2 se muestran la carga exterior de rotura,  $\sigma_{\text{nom}}/\sigma_o$  de los ensayos de flexión en 4 puntos junto con los valores locales de tensión ( $\sigma_F$ ) y deformación local,  $\epsilon_{11}$  en los orígenes principales a una distancia  $d_{\text{inicio}}$ , en el momento de la fractura. Estos valores locales de tensión y deformación se han calculado por elementos finitos mediante el código ABAQUS.  $\sigma_{\text{nom}}/\sigma_o$  se define como:

$$\sigma_{\text{nom}}/\sigma_o = \frac{6M/Ba^2}{\sigma_o} \quad (3)$$

donde  $M$  es el momento flector aplicado,  $B$  la anchura, y  $a$  es la altura de la probeta en la sección de la entalla (como se muestra en la figura 4).  $\sigma_o$  es el límite elástico a la temperatura a la cual se realiza el ensayo.



**Fig. 4.** Dimensiones de la probeta entallada de flexión en 4 puntos.

En la figura 5 se muestran dos orígenes principales de fractura correspondientes al acero TR3\_10B (figura 5a) y TR3\_12B (figura 5b). En las dos fractografías se observa claramente una partícula en el origen de fractura. Mediante el análisis por EDS se ha determinado que se trata de nitruros de titanio. La zona plana alrededor de la partícula es lo que constituye la llamada “primera faceta de clivaje”.

En todos los casos se ha encontrado un TiN en el origen de fractura excepto en las probetas que se señalan con un asterisco en la tabla 2. Consecuentemente, el micromecanismo que da lugar al origen de fractura es análogo en ambos casos. Sin embargo, el acero TR3\_12B presenta unos valores de carga aplicada de rotura ( $\sigma_{\text{nom}}/\sigma_o$ ) menores y tensiones locales de fractura,  $\sigma_F$  también menores. Se analizarán a continuación las causas de esta diferencia.

En la tabla 3 se muestra el tamaño de los parámetros microestructurales (tamaño de partícula y tamaño de la primera faceta) asociados a los orígenes principales de fractura. Como se observa en la tabla 3, el tamaño de las partículas de TiN que son origen de fractura es parecido, por lo que la tensión menor de fractura de

TR3\_12B no se puede atribuir a un mayor tamaño de los TiN, es decir, de las microgrietas proporcionadas por la rotura de estas partículas. Este resultado es lógico ya que el tamaño y la distribución de los nitruros de titanio se mantiene inalterada en los tratamientos térmicos realizados como se ha señalado anteriormente.

**Tabla 2.** Resultados de flexión en cuatro puntos y valores locales de la tensión y deformación en los orígenes de fractura en el instante de producirse la fractura total.

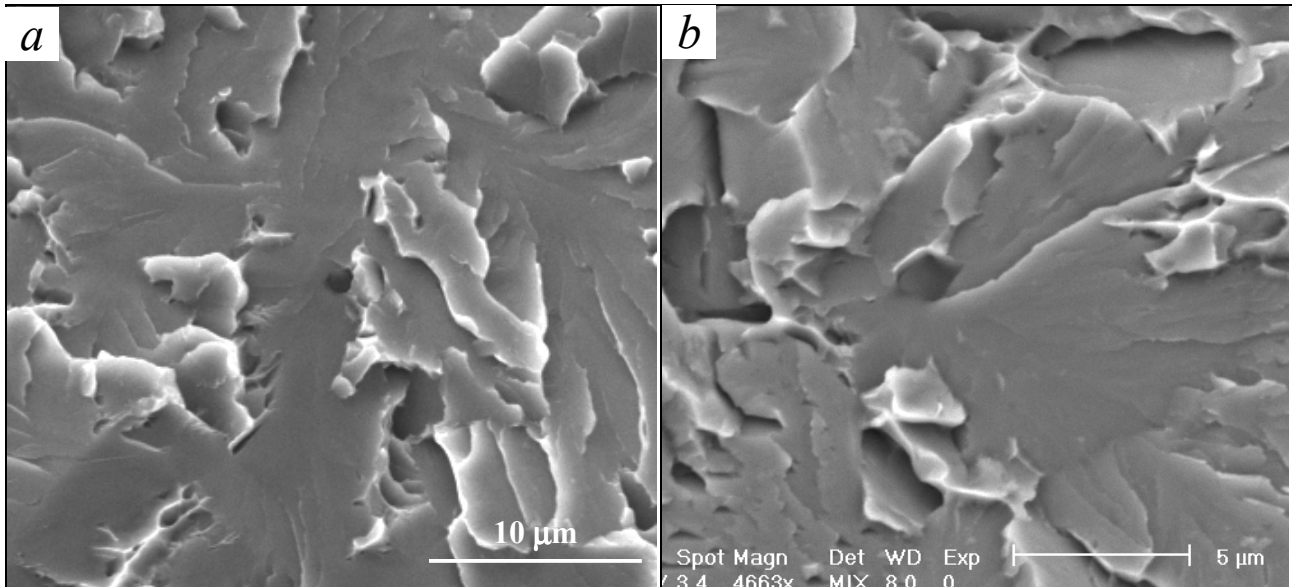
Acero	$\sigma_{\text{nom}}/\sigma_o$	$\sigma_F$	$\epsilon_{11}$	$d_{\text{inicio}}$
TR3_10B	0.94*	1943	$1.7 \times 10^{-2}$	125
	1.03	1845	$6.3 \times 10^{-3}$	374
	1.02	2118	$1.2 \times 10^{-2}$	207
media	1.00			
TR3_12B	0.92	1807	0.0115	183
	0.89*	Inicio en borde de entalla		
	0.93	1826	0.0110	195
	0.90	1813	0.0103	196
media	0.91			

La microestructura de TR3\_12B, al provenir de un tamaño de austenita de partida mayor, resulta más grosera, lo cual se refleja en el mayor tamaño de las primeras facetas en los orígenes de fractura de TR3\_12B respecto al de TR3\_10B (Figura 6). En esta figura se ha representado la función de distribución de  $D_{ef}$ , que se calcula a partir de la longitud mayor y menor ( $D_{\text{min}}$  y  $D_{\text{max}}$ ) de la primera faceta, mediante la expresión (4).

$$D_{ef} = \frac{D_{\text{min}}}{\phi^2} \frac{\pi^2}{4}, \quad \phi = \frac{3\pi}{8} + \frac{\pi}{8} \left( \frac{a_{\text{min}}}{a_{\text{max}}} \right)^2 \quad (4)$$

**Tabla 3.** Tamaño de los parámetros microestructurales asociados al origen de fractura.

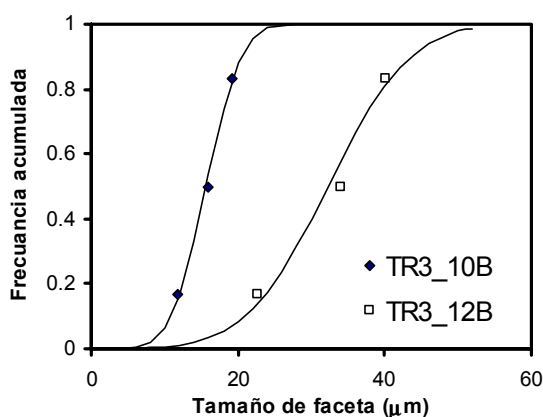
	$a$ part.( $\mu\text{m}$ )	$D$ faceta.( $\mu\text{m}$ )
TR3_10B	5x3	24x7
	1.4x1.1	24.3x12.9
	1.4x1.4	36x9.4
TR3_12B	2.6x3.2	27x51
	-	-
	1.2x1.3	14x38
	3x3.5	20x75



**Fig. 5.** Inicios de fractura, en los que se observa la presencia de una partícula de nitruro de titanio (TiN). a) TR3\_12B y b) TR3\_10B

El mayor tamaño de la faceta circundante a los TiN y, por tanto, el mayor tamaño de paquete bainítico alrededor de las partículas, es el que explicaría la carga y tensión de rotura inferior de la microestructura más grosera (TR3\_12B)

En conclusión, según este punto y el punto 2.1, el **tamaño de grano** (en el caso de la bainita, el tamaño de paquete) influye en la susceptibilidad a la fractura frágil si bien el evento crítico de fractura (nucleación o propagación a través de pm) queda localizado en el interior sin haber alcanzado ni siquiera las juntas de grano.



**Fig. 6.** Función de distribución del tamaño de la primera faceta en el origen de fractura, para TR3\_10B y TR3\_12B.

Por lo tanto, la susceptibilidad a la fractura por clivaje de los aceros parece no depender solamente de la tensión en la punta de la grieta y en el tamaño del

iniciador sino también del tamaño de la ferrita local; posiblemente debido a que un tamaño de grano produce un apilamiento de dislocaciones mayor y, por tanto, de mayor tensión en sus extremos.

En la bibliografía se encuentran evidencias que apoyan esta teoría, Fairchild y col. [3] reportan un desplazamiento de la DBTT de +30°C para el metal base de grano fino como consecuencia de la presencia de inclusiones de TiN. Esta microestructura fina ( $D_{\text{ferrita}}=5 \mu\text{m}$ ) se ha obtenido gracias a:

- el anclaje de las juntas de grano por medio de precipitados de elementos de microaleación.
- la secuencia de laminación durante el procesamiento termomecánico controlado TMCP.
- el enfriamiento acelerado al final de TMCP.

Sin embargo, en el caso de microestructuras de ZAC simuladas, que representan una microestructura mucho más grosera, ( $D_{\text{austenita}}=90 \mu\text{m}$ ) la sensibilidad a la presencia de TiN como iniciadores de clivaje es mucho mayor, produciéndose un desplazamiento de la DBTT de +40-70°C, demostrándose la influencia del tamaño de grano.

### 2.3 Ferrita acicular en aceros con Ti

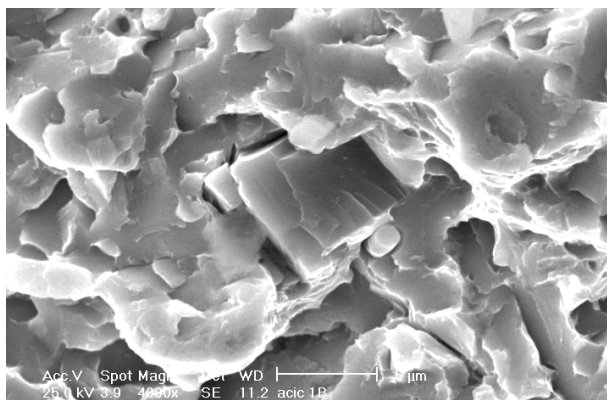
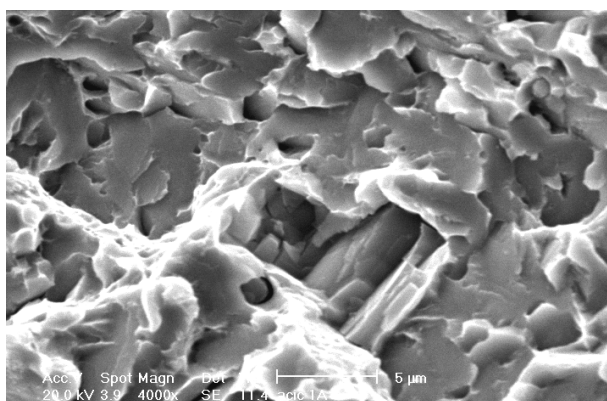
Se ha constatado en los dos puntos anteriores la importancia del tamaño de grano en la susceptibilidad a la fractura frágil; si bien la fractura en sí se iniciaba en los nitruros de titanio. De alguna manera, se atenúa o acentúa el efecto nocivo de los nitruros de titanio con el tamaño de grano o paquete bainítico en este caso. ¿Se puede llegar a desactivar por completo estos nitruros de titanio de manera que el inicio no se produzca en éstos?



Existe el caso de fractura frágil de un acero Ti-V (ver composición en tabla 1) con una microestructura mixta/bifásica de ferrita acicular+MA [13], en la que la fractura frágil no se inicia en los TiN al igual que lo que ocurría en el caso del acero con microestructura bainítica anterior (Figura 5), a pesar de la presencia de nitruros de titanio groseros. Los valores de carga de rotura correspondientes a este ensayo se encuentran en la referencia 13.

En la figura 7 se muestran las dos mitades de una partícula de TiN rota, localizada en la superficie de fractura de las probetas de flexión en 4 puntos. Este nitruro de titanio está roto pero no es el origen de fractura ni tampoco origen de un estallido secundario ya que las facetas de alrededor no emanan de esta partícula. La partícula se ha podido romper previamente a la fractura macroscópica.

No está clara la razón por la cual los TiN en presencia de este tipo de microestructura no actúan como iniciadores de la fractura. Podría estar relacionada con el fino tamaño de grano de esta microestructura o con el carácter bifásico de la microestructura. Es necesario trabajar más para aclarar este punto, pero este resultado en sí ya abre una puerta al posible control de la fractura por medio de la microestructura de la matriz, a pesar de la presencia de partículas frágiles de tamaño grande, como es el caso de los nitruros de titanio.



**Fig. 7.** TiN roto que no ha iniciado clivaje en microestructura de ferrita acicular.

### 3. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha constatado la influencia que tiene la matriz o microestructura del acero en la fractura frágil, en aceros conteniendo partículas frágiles, nucleadoras de microgrietas. Se observa que existe una interacción entre las partículas frágiles y la microestructura de manera que es necesaria una combinación de partícula frágil y tamaño de grano grosero para que se produzca la fractura frágil. No sólo la presencia de partículas frágiles en sí determina el comportamiento frágil y es posible, variando el tamaño de grano, modular su efecto perjudicial en la tenacidad. Las evidencias halladas en aceros con Ti que apoyan esta teoría son:

- La presencia de facetas mayores que el tamaño medio en el origen principal de fractura.
- El peor comportamiento a fractura conforme aumenta el tamaño de grano.
- La posibilidad de variar el mecanismo de iniciación de fractura variando la microestructura; caso de la ferrita acicular.

Las sugerencias para mejorar la tenacidad de los aceros se centran, por lo tanto, en dos líneas de actuación. Evitar la presencia de partículas frágiles actuando sobre la limpieza del acero, o si no es posible evitar estas inclusiones, obtener una microestructura fina que atenúe en lo posible el efecto perjudicial de las partículas frágiles (caso del TiN).

### 4. AGRADECIMIENTOS

Uno de los autores, A.Echeverría agradece al Gobierno Vasco la concesión de una beca doctoral dentro del programa "Formación de Investigadores".

### 5. REFERENCIAS

- [1] GIBSON G.P., CAPEL M. Y DRUCE S.G., "Effect of Heat Treatment on the fracture toughness Transition Properties of an A508 Class 3 Steel". *Defect Assessment in components-Fundamentals and Applications*, ESIS/EGF9 (Edited by J.G. Blauel and K.-H. Schwalbe), Mechanical Engineering Publications, London, 587-611, (1991).
- [2] ECHEVERRÍA A., J.M. RODRIGUEZ IBABE, "Influence of microstructure on cleavage fracture initiation micromechanisms in steels", ECF13 The 13<sup>th</sup> European Congress of Fracture, Fracture Mechanics: Applications and Challenges, San Sebastián, España (2000).
- [3] FAIRCHILD, D.P., HOWDEN, D.G. Y CLARK, W.A.T., "The Mechanism of Brittle fracture in a microalloyed steel: Part II. Mechanistic Modeling", *Metall. Mat. Trans. A* **31**, 653-667 (2000).

- [4] WANG, G.Z. AND CHEN, J.H., "Cleavage fracture criterion of low alloy steel and weld metal in notched specimens", *Int. Journal of Fracture* **89**, 269-284 (1998).
- [5] LINAZA, M.A., ROMERO J.L., RODRIGUEZ-IBABE, J.M. AND URCOLA, J.J. "Improvement of toughness by stopping brittle processes nucleated in ceramic particles through thermomechanically optimised microstructures in engineering steels", En: *Microalloyed Bar and Forging Steels*, Ed. Van Tyne, Krauss and Matlock, TMS, Warrendale, PA, 311-325, (1996).
- [6] LINAZA M.A., RODRIGUEZ-IBABE J. M. Y URCOLA J.J., "Determination of the energetic parameters controlling cleavage fracture initiation in steels" *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* **20**, 619-32, (1997).
- [7] PETCH N.J., "The influence of grain boundary carbide and grain size on the cleavage strength and impact transition temperature of steel", *Acta Metall.* **34**, 1387-1393 (1986).
- [8] CURRY D.A. Y KNOTT J.F., "Effects of microstructure on cleavage fracture stress in steel", *Met. Sci.* **12**, 511-514 (1978).
- [9] SMITH, E., *Acta Metall.* **14**, 986-989, 991-996 (1966).
- [10] ECHEVERRÍA A., LINAZA M.A. Y RODRIGUEZ-IBABE J.M., "Micromecanismos de fractura frágil en aceros microaleados bainíticos", *Anales de Mecánica de la Fractura*, vol. **15**, 186-191 (1998).
- [11] LINAZA, M.A., ROMERO, J.L., RODRIGUEZ-IBABE, J. M. Y URCOLA, J.J., "Cleavage fracture of microalloyed forging steels" *Scripta Metall. Mater.* **32**, 395-400 (1995).
- [12] KNOTT, J.F., "Micromechanisms of fracture—The role of microstructure" *ECF9*, 1375-1400 (1992).
- [13] LINAZA M.A., ROMERO J.L., RODRIGUEZ IBABE J.M. Y URCOLA J.J., "Micromecanismos de fractura frágil en estructuras de ferrita acicular", *Anales de Mecánica de la Fractura* **12**, (1995).