

ESTUDIO DEL DESGASTE EROSIVO POR CAVITACIÓN A NIVEL DEL TIPO DE LÍMITES Y ORIENTACIÓN CRISTALINA DE LOS GRANOS EN UN ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO DE ALTO NITRÓGENO

Cavitation-erosion wear study as a function of the type of grain boundaries and crystalline orientation in a high nitrogen austenitic stainless steel

RESUMEN

En este trabajo se estudió el efecto que tiene el tipo de límites y la orientación cristalina de los granos, sobre la resistencia al desgaste erosivo por cavitación (E-C), en un acero inoxidable austenítico con 0,9% en peso de nitrógeno. Este acero fue obtenido a partir de la nitruración gaseosa en alta temperatura de un acero inoxidable duplex UNS S31803.

Las muestras fueron ensayadas a cavitación vibratoria en agua destilada durante 64 h. Los ensaios fueron periodicamente interrumpidos para medir la pérdida de masa y hacer el seguimiento del daño superficial de las muestras con ayuda de un microscopio electrónico de barrido (MEB). El tipo de límites de grano fue obtenido por medio de la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD).

Los resultados mostraron que el tipo de límites de grano, conocidos como maclas (CSL Σ -3), tiene el peor comportamiento frente a la E-C, y que el tipo de granos con orientación cristalina (101), presenta el mejor comportamiento frente a este tipo de desgaste.

PALABRAS CLAVES: Tipos de límites de granos, desgaste erosivo por cavitación, difracción de electrones retroproyectados EBSD, Reticulado de coincidencia (CSL).

ABSTRACT

The effect of the type of grain boundaries and crystalline orientation on cavitation erosion wear (E-C) in an austenitic stainless steel with 0.9 % N₂ was studied. A 100% austenitic structure was obtained by high temperature gas nitriding of a UNS S31803 duplex stainless steel.

The samples were submitted to cavitation-erosion tests in a vibratory apparatus using distilled water during 64 h. Tests were periodically interrupted for analyzing the mass loss and surface damage using Scanning Electron Microscopy SEM. The type of grain boundaries were determined by electron back-scattering diffraction (EBSD).

It was observed that grain boundaries, known as Twins (CSL Σ -3), presented the worst behavior on E-C and the grains with (101)//surface orientation presented the best behavior on E-C

KEYWORDS: *Type of grain boundaries, Cavitation erosion wear, Electron backscattering diffraction – EBSD, Coincidence site lattice (CSL).*

DAIRO HERNÁN MESA GRAJALES.

Profesor Asociado
Universidad Tecnológica de
Pereira - Colombia.

Estudiante de Doctorado en Ing.
Metalúrgica y de Materiales,
Universidad de São Paulo-Brasil
(USP)
dhmesa@utp.edu.co

CARLOS MARIO GARZÓN OSPINA

Ph. D, Profesor Asistente del
Departamento de Física de la
Universidad Nacional de
Colombia, sede Bogotá
cmgarzono@unal.edu.co

ANDRÉ PAULO TSCHIPTSCHIN

Profesor Titular del Depto. de
Ingeniería Metalúrgica y de
Materiales. USP-Brasil.
antschip@usp.br.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cristalinos, como los metales, están compuestos por un gran número de granos, donde cada grano está separado de los demás por regiones atómicamente desordenadas llamadas límites de grano, a los cuales se les asocia una cierta energía de superficie. En función de la desorientación (diferencia de orientación cristalina), entre los granos, los límites entre ellos se pueden clasificar como de bajo o alto ángulo. Los límites de bajo ángulo, cuya desorientación es menor de aproximadamente 15° , pueden ser considerados como un arreglo de dislocaciones de borde, mientras que los límites de alto ángulo, con desorientaciones mayores de 15° , son considerados regiones desordenadas y localizadas, con estructuras complejas de dislocaciones que dan origen a escalones (ledges) [1,2]. La diferencia de orientación cristalina entre los granos hace con que esfuerzos aplicados al material actúen de forma diferente en ellos, por tanto, el valor del esfuerzo responsable por el inicio y propagación de la deformación plástica, conocido como esfuerzo cortante resuelto crítico, es diferente dentro de cada grano. La deformación plástica de los granos, provocada por esfuerzos mecánicos aplicados al material, debe ser acompañada por los límites de grano. En el caso de límites de alto ángulo, la deformación es acompañada inicialmente por la formación de escalones. Sólo que después de un tiempo de que el material se ha deformado bastante, ocurre una intensa concentración de esfuerzos que causan la formación de vacíos y micro-grietas en estas regiones deformadas, haciendo con que estos límites de grano sean sitios bastante sensibles al deterioro.

Con respecto a límites de grano de alto ángulo, existen desorientaciones particulares que presentan un bajo valor de energía de superficie. Estos límites son conocidos como límites especiales, los cuales se clasifican en dos tipos: límites de coincidencia o reticulados de coincidencia (CSL: coincidence site lattice), denotados por Σ y límites coherentes de macla, los cuales además de presentar el más bajo valor de energía de superficie entre los límites especiales, presentan baja movilidad por el hecho de ser límites coherentes [1]. En este caso coincidencia significa que al superponer los reticulados cristalinos de dos granos con orientaciones diferentes, algunos de los átomos en los dos reticulados coinciden en la misma posición. En el caso de límites coherentes de macla, uno de cada tres átomos coincide, por lo que esos límites son conocidos como Σ -3. Otros límites especiales tienen valores de coincidencia que van desde Σ -5, Σ -7, Σ -9... hasta Σ -47, es decir, uno de cada 5 o uno de cada 47 átomos en los reticulados superpuestos coincide [3-5].

Una de las técnicas para determinar el tipo de límite de grano, la desorientación asociada entre los límites y la orientación cristalina de los granos, es por medio del programa OIM (*Orientation Image Microscopy*). Este programa puede ser usado también para determinar aspectos cristalográficos de los materiales ensayados por

EBSD tales como: textura (orientación cristalina preferencial), tamaño de grano, tipo y cantidad de fases (incluyendo partículas de precipitados), con resolución espacial de entre $0,05 \mu\text{m}$ y $0,5 \mu\text{m}$, [5].

Con respecto al desgaste por cavitación, este es un fenómeno que afecta principalmente partes y equipamientos encargados de manipular o transportar fluidos en los más diversos sectores industriales, donde las piezas son deterioradas por un proceso conocido como erosión por cavitación (E-C) [6]. Para controlar el daño generado por este tipo de desgaste, los investigadores han propuesto varios tipos de materiales y tratamientos térmicos, termomecánicos y termoquímicos. Para el caso de tratamientos termoquímicos, la nitruración gaseosa a alta temperatura, aplicada en diferentes tipos de aceros inoxidables, se ha mostrado como una opción favorable para sustituir aleaciones convencionales usadas para este propósito, con la ventaja de ser materiales más económicos. [7]

Varios investigadores han reportado [8-11], que el elevado nivel de resistencia a la E-C de los aceros inoxidables de alto nitrógeno, se debe principalmente al efecto que este elemento tiene sobre aspectos como la disminución de la energía de defecto de apilamiento, a la redistribución y aumento en la cantidad de dislocaciones, a las transformaciones de fase inducidas por la E-C y al aumento de la plasticidad y del endurecimiento por deformación en estos materiales.

El objetivo de este trabajo es analizar la evolución del desgaste por cavitación, en función del tipo de límites de grano y de la orientación cristalina, en un acero inoxidable austenítico de alto nitrógeno, con ayuda de las técnicas EBSD y MEB

3. MATERIALES Y MÉTODOS

La composición química del acero usado en este estudio se presenta en la tabla 1.

Elemento→ Acero↓	C	Cr	Ni	Mn	N	Cu	Si	Mo
UNS S31803	0,019	23,0	5,4	1,9	0,16	0,14	0,50	2,5

Tabla 1. Composición química del acero UNS S31803.

3.1. Obtención de muestras austeníticas

La obtención de una muestra con estructura 100% austenítica, a partir de un acero inoxidable de estructura duplex (Austenita + Ferrita), fue posible por medio de un tratamiento termo-químico de nitruración gaseosa en alta temperatura. Este tratamiento fue realizado a la temperatura de 1.200°C , por un tiempo de 8 horas y usando una presión de 0,9 atmósferas, con enfriamiento final en agua. Para ello se usaron muestras cuadradas de aproximadamente 2 cm^2 de área y 1,5 mm de espesor

Con estas condiciones se garantizó que el nitrógeno quedara dentro del material en forma de solución sólida, obteniéndose aproximadamente un contenido homogéneo de nitrógeno de 0.9 % en peso de N₂. Las condiciones de tratamiento termoquímico usadas fueron obtenidas a partir del diagrama de fases para este acero, diagrama que fue obtenido a través del programa Thermocalc ©, y que es mostrado en la figura 1. La composición química fue confirmada con ayuda de la técnica de espectrometría de rayos X por energía dispersiva (EDX).

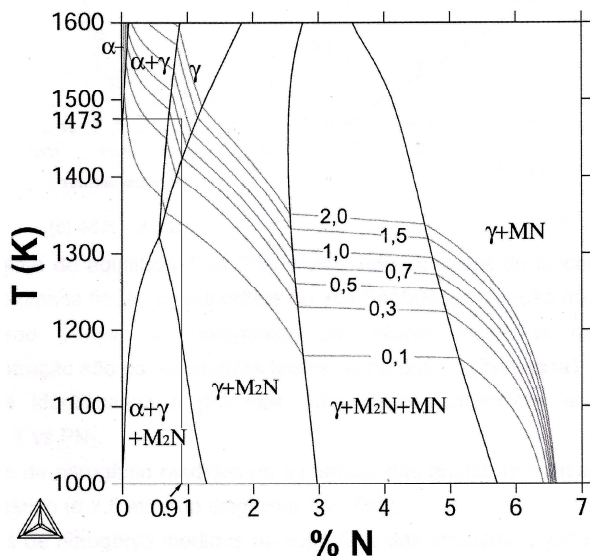


Figura 1. Diagrama de fases del acero UNS S31803. Obtenido por Thermocalc ©.

Con la nitruración se obtuvo un material de estructura 100 % austenítica, con tamaño de grano de aproximadamente 160 μm y una estructura con alto grado de textura preferencial, según la familia de planos (101), paralelos a la superficie, como se muestra en la figura 2.

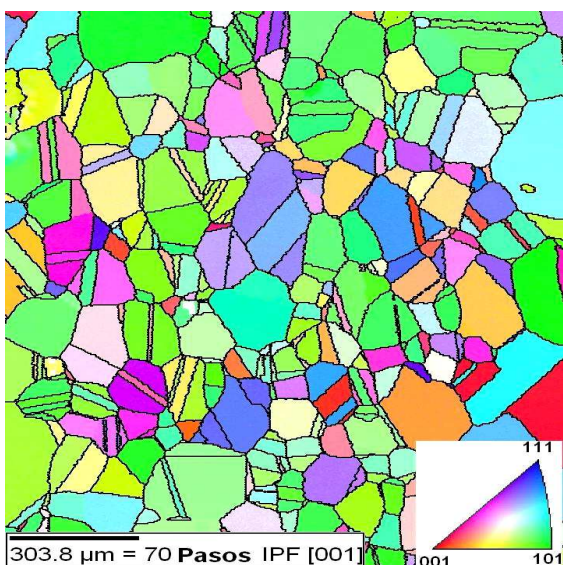


Figura 2. Mapa EBSD de orientación cristalina mostrando granos con textura preferencial (101)

Después del tratamiento termoquímico de nitruración, las muestras fueron laminadas 30 % con el fin de disminuir el tamaño de grano y obtener un material con textura aleatoria (ver figura 3 a). Seguidamente las muestras fueron recocidas a 1.200 °C por una hora, con el fin de aliviar tensiones provenientes del laminado. Las muestras fueron finalmente enfriadas en agua.

3.2. Aplicación de la técnica EBSD.

Con el fin de obtener información sobre los diferentes tipos de límites de grano presentes en el material, al igual que la orientación cristalina de los mismos, se utilizó el programa computacional OIM, desarrollado por la TSL y asociado a la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD). Como resultados se obtuvieron mapas de los granos con su respectiva orientación cristalina y mapas de los tipos de límites de grano. El barrido EBSD se realizó en un área de 1,5 x 1,5mm, con una lectura de puntos a una distancia de 4μm de paso, usando un equipo de la TexSEM, acoplado a un microscopio electrónico de barrido Philips XL30.

3.3. Ensayos de desgaste

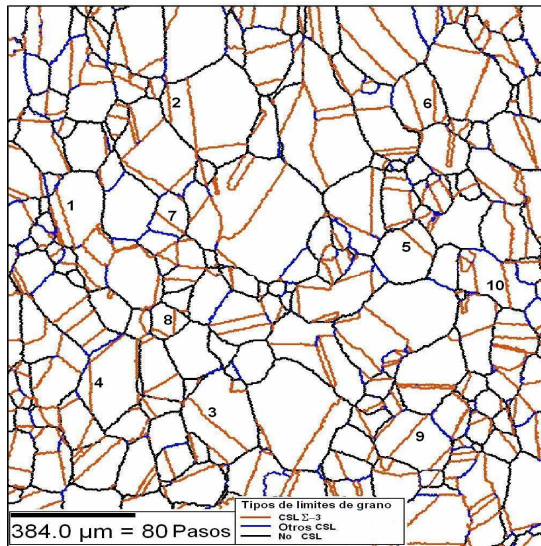
Se usó el método de cavitación ultrasónica en un cavitómetro TELESONIC ULTRASONIC MODELO SG22 1000/2000G. Las muestras fueron cavitadas por un tiempo total de 64 horas. Los ensayos fueron periódicamente interrumpidos a diferentes tiempos con el fin de hacer el seguimiento de la respectiva pérdida de masa y con esto evaluar el desgaste del material. A cada interrupción del ensayo, la muestra era llevada al microscopio electrónico de barrido para fotografiar siempre la misma área, coincidente con el área barrida por EBSD. De esta forma fue posible acompañar la evolución del daño causado por la cavitación e identificar en que tipo de límites el desgaste era más o menos severo y cual era la orientación cristalina más o menos afectada por la E-C.

4. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

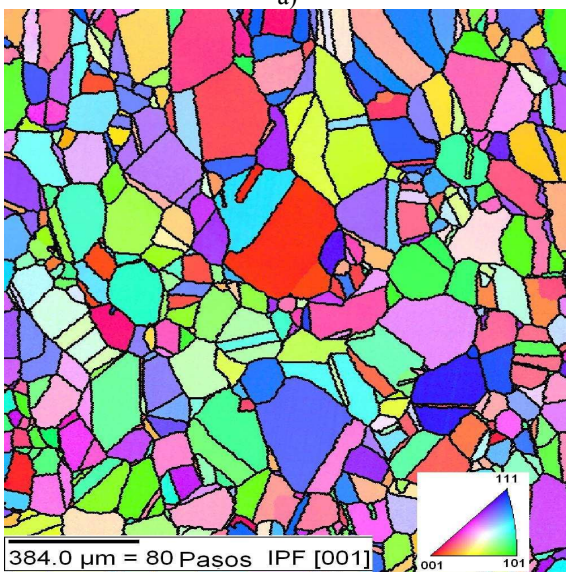
La figura 3 a) muestra el mapa EBSD de la región en la superficie del material que fue cavitada, donde cada color indica la orientación cristalina de cada grano, según el código de colores representado por el triángulo de orientaciones visto sobre este mismo mapa. La figura 3 b) muestra, para la misma región de la figura 3 a), el mapa con los diferentes tipos de límites de grano, donde los límites de color naranja corresponden a límites especiales de macla o límites CSL Σ-3. Los límites de color azul corresponden a otro tipo de límites especiales de grano, aquí definidos como otros límites de tipo CSL y los límites de color negro corresponden a límites de grano no especiales, definidos como límites no CSL.

En la figura 3 c) se muestra la micrografía correspondiente a la región representada en las figuras 3 a) y b), obtenida por MEB, donde se evidencia el inicio del proceso de cavitación (para 9 horas de ensayo), y su efecto en los diferentes tipos de grano y de límites de grano. En la figura 3 d) se presenta otra micrografía de la misma región mostrada de la figura 3 c), sólo que para un tiempo de cavitación de 25h, en la que se puede observar

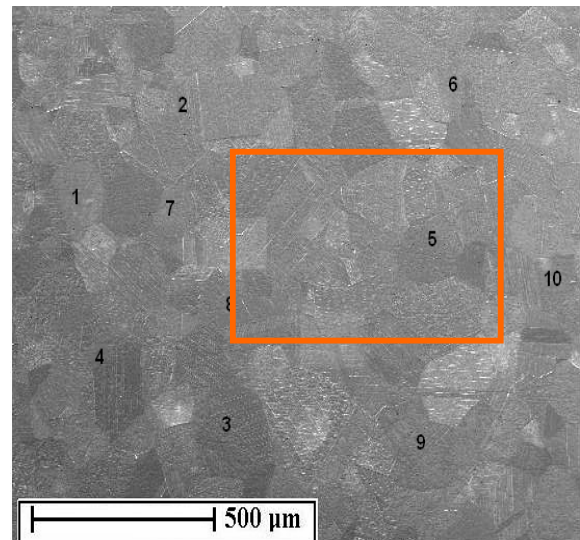
el avance del proceso de cavitación en los diferentes tipos de granos y límites de grano.



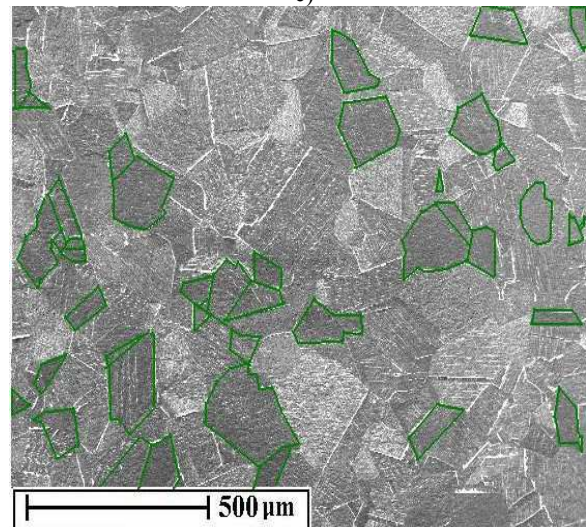
a)



b)



c)



d)

Figura 3. a) Mapa de orientación cristalina, b) mapa de tipos de límites de grano, c) y d) micrografías donde se muestra la evolución del desgaste por cavitación para 9 y 25 horas de ensayo, respectivamente.

Observando la figura 3 a) es posible notar que el área seleccionada para realizar el seguimiento del desgaste por E-C, consiste de una estructura de granos con orientación cristalina (textura preferencial), completamente aleatoria. Por otro lado, en la figura 3 b) se observa que la gran mayoría de límites de grano está conformada por maclas,

seguidos por límites considerados no especiales (No CSL) y en menor proporción los límites del tipo otros

CSL. En la micrografía de la figura 3 c), se nota que el daño causado por el desgaste E-C, se presenta principalmente en los límites de macla, sin embargo existe un número reducido de este tipo de límites que

presentan una alta resistencia al daño, hecho que será discutido un poco más adelante. Algunos de estos límites de macla más resistentes son indicados con los números del 1 al 10 en las figuras 3 b) y 3 c)

Observando la figura 3 d), es posible notar que, en general, aquellos límites de macla que presentaban evidencias de daño para 9 horas de E-C, continúan deteriorándose y aquellos límites que no mostraban evidencia de daño continúan conservados.

Otro hecho importante que puede ser observado en la figura 3 d), es que algunos granos se mantienen más conservados frente al desgaste que otros. Este tipo de granos pertenece a la familia de planos (101), paralela a la superficie (granos de color verde en el mapa EBSD mostrado en la figura 3 a) y destacados en las figuras 3 d) y 4. Tal orientación cristalina es confirmada del triángulo de colores, anexo a la misma figura, que sirve como referencia de las diferentes orientaciones cristalinas.

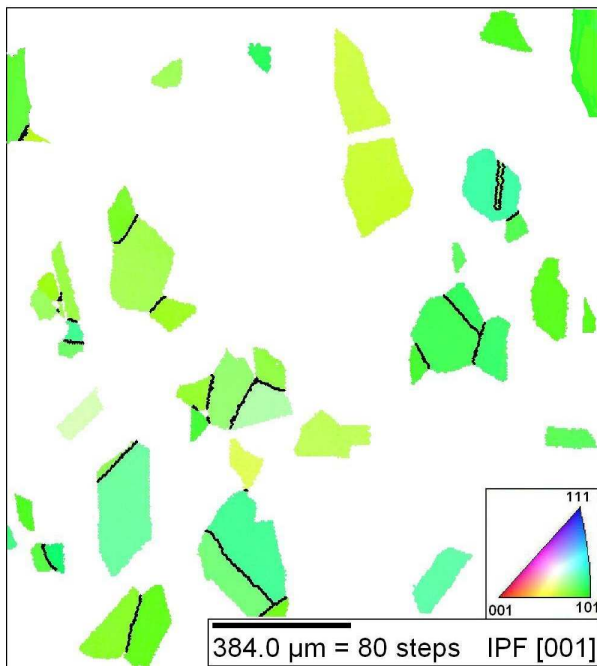


Figura 4. Familia de granos (101) destacados del mapa EBSD mostrado en la figura 3 a)

La alta resistencia al desgaste de los granos (101), puede ser atribuida a la forma como los esfuerzos provenientes de las ondas de choque, durante la implosión de burbujas de cavitación, alcanzan estos granos. Para tal orientación cristalina, el esfuerzo cortante resuelto crítico para provocar la deformación plástica, es alcanzado tiempo después que para granos con otras orientaciones cristalinas. Esto debido al hecho de que posiblemente la orientación (101), no es favorable para que los esfuerzos provoquen la activación de esta familia de planos y de esta manera comenzar a deslizar (deformar plásticamente), y por tanto presenten mayor resistencia al desgaste.

El proceso de daño por E-C en el acero UNS S31803, en función del tipo de límites de grano, puede ser mejor visualizado en la figura 5 a). La región en esta figura corresponde al área dentro del recuadro de la figura 3 c). En la figura 5 b) se muestra un mapa EBSD con los diferentes tipos de límites de grano de esta misma región.

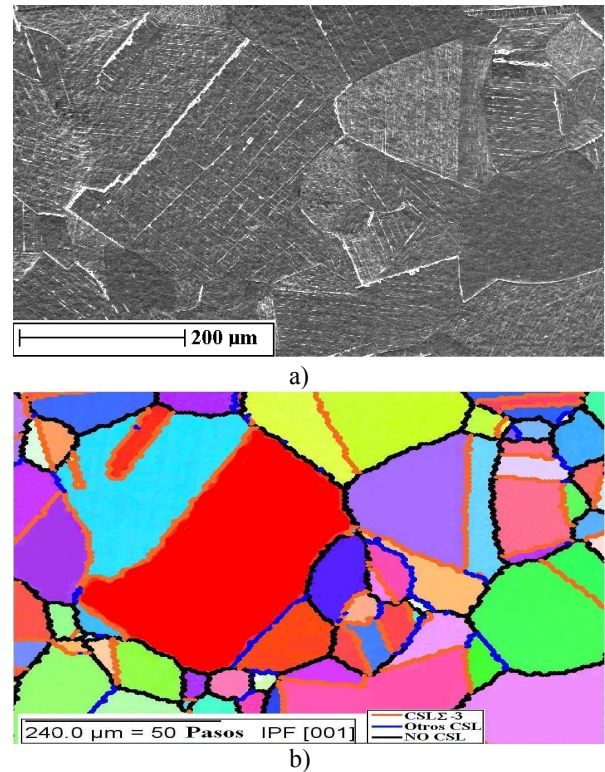


Figura 5. a) micrografía detallando el daño por E-C en límites de grano y b) mapa EBSD mostrando el tipo de límites de grano y la orientación cristalina de la misma región mostrada en a).

De la figura 5 a) se confirma que el daño por E-C es particularmente más severo en los límites de grano del tipo maclas de que en otro tipo de límites. El hecho de que estos límites de grano sean más susceptibles al daño por E-C, es indicio de un comportamiento anisotrópico de la deformación plástica tanto en granos como en los límites (meso-escala) [5].

Una posible explicación para el hecho de que los límites de macla sean los primeros en ser afectados por la E-C, se apoya en la teoría, de que al ser límites más rígidos, no puedan acomodar la deformación inicial debida a la presencia de esfuerzos (bastante complejos y aún poco entendidos), provocados por la E-C. De esta forma, en lugar de sufrir deslizamiento múltiple, causando la formación de escalones en los límites, forme vacíos y grietas que los deterioran. Por otro lado, el hecho de que haya maclas bastante resistentes a la E-C, es un problema que aún no está bien entendido, pues no se cuenta con teorías capaces de explicar este fenómeno, sin embargo se está trabajando bastante en esta línea de investigación.

5. CONCLUSIONES

La nitruración del acero duplex UNS S31803 permitió la obtención de un material con estructura 100% austenítica con un alto grado de textura en la familia de planos (101) paralela a la superficie.

El tratamiento termomecánico de laminación a frío consiguió deshacer la orientación preferencial del tipo (101), obtenida después de nitrurar el acero UNS S31803 y adquirir una orientación aleatoria (no preferencial).

El proceso de E-C causa un tipo de daño que afecta preferencialmente los límites de grano conocidos como macla, CSL Σ -3, y en menor proporción los otros tipos de límites de granos analizados. (CSL y No CSL).

La rigidez de los límites de macla que hace que este tipo de límites sea incapaz de acompañar la deformación debida a los esfuerzos generados por la E-C, fue una de las teorías propuestas para explicar la baja resistencia al desgaste de este tipo de límites.

Observando la evolución del daño por cavitación, al nivel de granos y límites de grano (meso-textura), se pudo observar que el deterioro fue heterogéneo (meso-anisotropía), y que aquellos granos con planos de la familia (101) (color verde), orientados paralelos a la superficie del material, fueron los que presentaron mejor desempeño frente a este tipo de desgaste.

El alcance tardío del esfuerzo cortante resuelto crítico, capaz de activar las diferentes familias de planos para que se inicie el proceso de deformación plástica, es una de las explicaciones de la alta resistencia a la E-C de los granos pertenecientes a la familia (101).

6. AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Tecnológica de Pereira-Colombia y su grupo de investigación en Materiales de Ingeniería (GIMI-UTP), a COLCIENCIAS, LASPAU y a la CAPES, por el apoyo para realizar estudios de doctorado en la USP-Brasil.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] MEYERS, A. Marc., CHAWLA, K.Krishan. Principios de Metalurgia Mecánica. Ed Edgar Blucher Ltda. São paulo, 1982, 505p.
- [2]. GLEITER. H., CHALMERS. B. High Angle Grain Boundaries, Prog. Mater. Sci., Vol 16, B. Pergamon Press, Oxford, 1972.
- [3]. 10. [EDAX/AMETEK, Inc.](http://www.stanford.edu/group/snl/SEM/OIMIntro.htm) "Introduction to Orientation Imaging Microscopy". Disponible en <http://www.stanford.edu/group/snl/SEM/OIMIntro.htm>
- [4]. RAMDOM.V., Engler, O. "Introduction to texture analysis. Macrotexture, microtexture and orientation

mapping". Amsterdam, Gordon and Breach Science Publishes, 2000, p.388).

[5] MESA, G. D. H. Mesoscale plasticity anisotropy at the earliest stages of cavitation-erosion damage of a high nitrogen austenitic stainless steel. Trabajo presentado en el décimo-séptimo congreso de la WEAR. Abril 19-23 de 2009 en Las Vegas-USA.

[6]. MESA, G. D. H. Principios de Tribología con énfasis en desgaste. Ed. UTP-Colombia-Pereira. 2007. 305p.

[7]. GARZÓN, C.M. Transformações de fase e mudanças de textura cristalográfica durante a nitretação gasosa em alta temperatura de aços inoxidáveis. Tese de doutorado, Escola Politécnica da USP, 2004.

[8]. GARZÓN, C.M., SANTOS, J.F., TSCHIPTSCHIN, A.P. Melhora por meio de adição de nitrogênio da resistência a erosão por cavitação de aços inoxidáveis. Anais do 59 congreso da ABM, São Paulo, 2004.

[9]. TSCHIPTSCHIN, A.P., TORO, A.O. Surface properties of high nitrogen steels. In Speidel M., Kowanda C., Diener, M., eds. HNS 2003, High Nitrogen Steel. Switzerland, vsg Hochschulverlag AG, 2003, p. 229-240.

[10]. GAVRILJUK, V.G., BERNIS,H. High Nitrogen Steels. Berlin: Springer-Verlag, 1999. 378P.

[11]. BERNIS H, SIEBERT S. High nitrogen austenitic cases in stainless steels. *ISIJ Int.*, v. 36, n. 7, 1996, p. 927-931.