

## RELACIÓN ENTRE TEXTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS Y DE SUPERFICIE DEL ACERO INOXIDABLE DUPLEX UNS S31803 (45N) NITRURADO A ALTA TEMPERATURA.

### Relationship between mechanical and surface properties of a stainless steels duplex UNS S31803 (45N) nitriding at high temperature

#### RESUMEN

Se estudió la relación entre dureza, resistencia a la cavitación (en sus primeras etapas), y la textura cristalográfica de un acero inoxidable duplex (UNS S31803 llamado de 45N), transformado en inoxidable austenítico por tratamiento térmico de nitruración gaseosa a alta temperatura.

Usando la técnica de difracción de electrones retroproyectados (*Electron Backscattering Diffraction - EBSD*), fue posible generar un patrón de textura del material (mapa EBSD), el cual se utilizó para apoyar el análisis de la evaluación de la dureza y la resistencia a la cavitación en diferentes granos, pertenecientes a familias de planos atómicos de bajo índice. Las medidas de dureza y cavitación fueron realizadas usando las técnicas de microdureza y cavitación ultrasónica.

Estas técnicas permitieron correlacionar la dureza y la resistencia a la cavitación del acero estudiado, con la textura del material.

**PALABRAS CLAVES:** Aceros inoxidables, Textura, difracción de Electrones retroproyectados EBSD, nanodureza, resistencia a la cavitación.

#### ABSTRACT

*The relation between hardness, cavitation resistance and texture in an AISI-SAE S31803 (45N) duplex stainless steel, transformed in austenitic stainless by gas nitriding heat treating at high temperature was studied.*

*EBSD - Electron Backscattering Diffraction Technique was used to characterize the texture of the material. Hardness and cavitation resistance were evaluated in grains with various surface orientations of (111), (101) and (001) by using microhardness and ultrasonic cavitation technicals.*

*With these techniques it was possible to establish a relation between hardness and cavitation resistance as a function of the texture of the material.*

**KEYWORDS:** *Stainless steels, Texture, Electron Backscattering Diffraction – EBSD, nanohardness, cavitation resistance.*

#### 1. INTRODUCCIÓN

Debido a las excelentes propiedades mecánicas y anticorrosivas a diferentes temperaturas, los aceros inoxidables son usados en un vasto campo industrial, cubriendo productos de uso doméstico y componentes mecánicos en las industrias química, petroquímica, alimenticia, farmacéutica, médica, entre otras [CARVALHO et al 2005., Lima, 2002., DAVIS, J.R, 1996].

Cuando el nitrógeno es adicionado a los aceros inoxidables de manera que se forme una solución sólida,

se consigue mejorar simultáneamente la resistencia mecánica y la resistencia a varios tipos de corrosión y desgaste. Esto se debe principalmente a una reconfiguración electrónica de la red cristalina, a la distribución y movilidad de dislocaciones, a la distribución atómica de los elementos de aleación y a la distorsión del reticulado cristalino. [GARZÓN et al, 2004., TSCHIPTSCHIN et al, 2003., MESA, D.H. et al, 2003., GAVRILJUK, et al, 199., SPIDEL, M, 1989 ].

Hoy en día se cuenta con un gran número de técnicas sofisticadas y precisas para evaluar propiedades de materiales de ingeniería a nivel micro y nanométricas,

#### DAIRO HERNÁN MESA GRAJALES.

Profesor Asistente  
Universidad Tecnológica de Pereira - Colombia.  
Estudiante de Ph D en Ing. Metalúrgica y de Materiales, Universidad de São Paulo-Brasil (USP)  
dhmesa@utp.edu.co

#### CARLOS MARIO GARZÓN OSPINA

Ph. D en Ing. Metalúrgica y de Materiales  
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.

entre las que se cuentan microscopía electrónica de barrido (SEM), la microscopía de fuerza atómica (AFM), la nanodureza, la difracción de electrones retroproyectados (EBSD), entre muchas otras.

El objetivo de este trabajo es correlacionar la dureza y la resistencia al desgaste por cavitación, en sus primeras etapas, con la orientación cristalina de los granos, usando técnicas como difracción de electrones retroproyectados (EBSD), nanodureza y ensayo de cavitación ultrasónica.

### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

Se utilizó un acero inoxidable dúplex, transformado en austenítico por nitruración gaseosa a alta temperatura, con la composición química que se muestra en la tabla 1.

C	Cr	Ni	Mn	N	Cu	Si	Mo
0,019	23,0	5,4	1,9	0,16	0,14	0,50	2,5

Tabla 1. Composición química del acero 45N usado en este trabajo.

#### 3.1. Nitruración gaseosa en alta temperatura

Para este tratamiento fueron usadas muestras rectangulares de aproximadamente 2 cm<sup>2</sup> de área y 1.5 mm de espesor. Las condiciones del tratamiento fueron 1200°C, por 8 horas a una presión de 0.9 atmósferas. Estas condiciones garantizan que el material quede con aproximadamente 0.9 % de nitrógeno en solución sólida, de acuerdo con el diagrama de fases de este acero, además de que su estructura pasa a ser 100% austenita. A través del proceso de nitruración del material se pasó por una variación del tamaño de grano, el cual consistía de un grano refinado y alargado por el proceso de laminado en el estado recibido, y luego debido a la nitruración el tamaño de grano creció a 160µm aproximadamente y se redujo para aproximadamente 70µm después que las muestras fueron laminadas un 25% y luego recocidas a 1200°C por una hora, con el fin de recrystalizar su microestructura.

#### 3.2. Obtención del área de estudio y realización del barrido EBDS

Sobre la superficie de una de las probetas nitruradas y recrystalizadas, se demarcó una área de 1,5 mm<sup>2</sup>, con un microdurómetro ZWICH & CO KG (3202), usando una carga de 1kg. Después de que la muestra fue pulida cuidadosamente, como lo exige la técnica EBSD, y obtener un acabado final con sílice coloidal con tamaño medio de 0.4µm, fue realizado en esa área un barrido, con un paso de 5µm, usando la técnica EBSD, con un equipamiento de la TexSEM, acoplado a un microscopio electrónico de barrido Philips XL30. Con la técnica EBSD se obtuvieron mapas de microscopía de orientación de imagen (OIM), de los granos del área barrida usando el software del sistema TSL®, además de

obtener la orientación cristalina de algunos granos de interés.

#### 3.3. Medición da la nanodureza

Una vez obtenido el mapa EBSD del área marcada en la superficie de la muestra, esta fue atacada químicamente, de forma electrolítica, para revelar los granos austeníticos. A continuación, fueron seleccionados, con ayuda del software TSL®, los granos que tuvieran una orientación cristalina próxima a los planos (001), (110) y (111). Se seleccionaron tres granos de cada una de estas familias de planos y dentro de cada uno fueron realizadas 4 medidas de nanodureza, usando una carga de 50mN, en un microdurómetro instrumentado FISHERSCOPE H100. Se tomó como valor de dureza el promedio de los datos obtenidos en todos los tres granos de cada familia. Los valores de dureza fueron obtenidos directamente del software del equipamiento, el cual usa como principio de cálculo el método propuesto por Oliver y Pharr [OLIVER Y PHARR, 19991]

#### 3.4. Medición da la resistencia al desgaste

Usando otra muestra del acero 45N, se le realizó un barrido EBSD, con las mismas condiciones de la muestra usada para nanodureza. La muestra fue entonces cavitada por cuatro horas, justo para ver como se da el inicio del daño causado por el proceso de cavitación. Este ensayo se realizó en un cavitómetro TELESONIC ULTRASONIC MODELO SG22 1000/2000G. Al final del ensayo, la muestra fue llevada al microscopio electrónico de barrido para identificar el área con la barradura EBSD y de esta forma analizar como es el daño causado por la cavitación en su fase inicial y principalmente en aquellos granos con orientación cristalina próxima a los planos (001), (101) y (111), identificados previamente en el mapa EBSD.

### 4. RESULTADOS E ANALISIS DE RESULTADOS

#### 4.1. Obtención de muestras y nitruración gaseosa a alta temperatura

La figura 1 muestra micrografías del acero 45N en los estados de entrega (a), después de la nitruración gaseosa (b) y después del laminado 25% y recocido (c).

Como puede ser observado de estas micrografías, el tratamiento de nitruración permitió que el acero 45N, con estructura duplex (figura 1a), fuera transformado en un acero de estructura 100% austenítica, de grano grueso (figura 1b), y mediante los procesos de laminado y recocido realizados a este material, el grano pudo ser reducido (figura 1c), lográndose mayor tenacidad del material.

Con respecto a la dureza del acero para los tres estados presentados en la figura 1 (medida en un microdurómetro

ZWICH & CO KG (3202), con una carga de 100gr), el acero pasó de tener un valor de 260 HV100 en estado de entrega, para 340HV100 en estado nitrurado y terminado con 280HV100 para el estado laminado y recocido.

**4.2. Mapas EBSD**

En la figura 2, se presenta el mapa EBSD obtenido dentro del área de 1mm<sup>2</sup>, demarcada en la superficie de las probetas del acero 45N, dentro de la cual se realizó la

medición de la dureza en escala nano. La imagen 2b) muestra la figura de polo inversa IPF, la cual es un indicativo, en función de su código de colores, de cuales granos, dentro del mapa EBSD pertenecen o se aproximan a las familias de planos atómicos (111), (101) y (001).

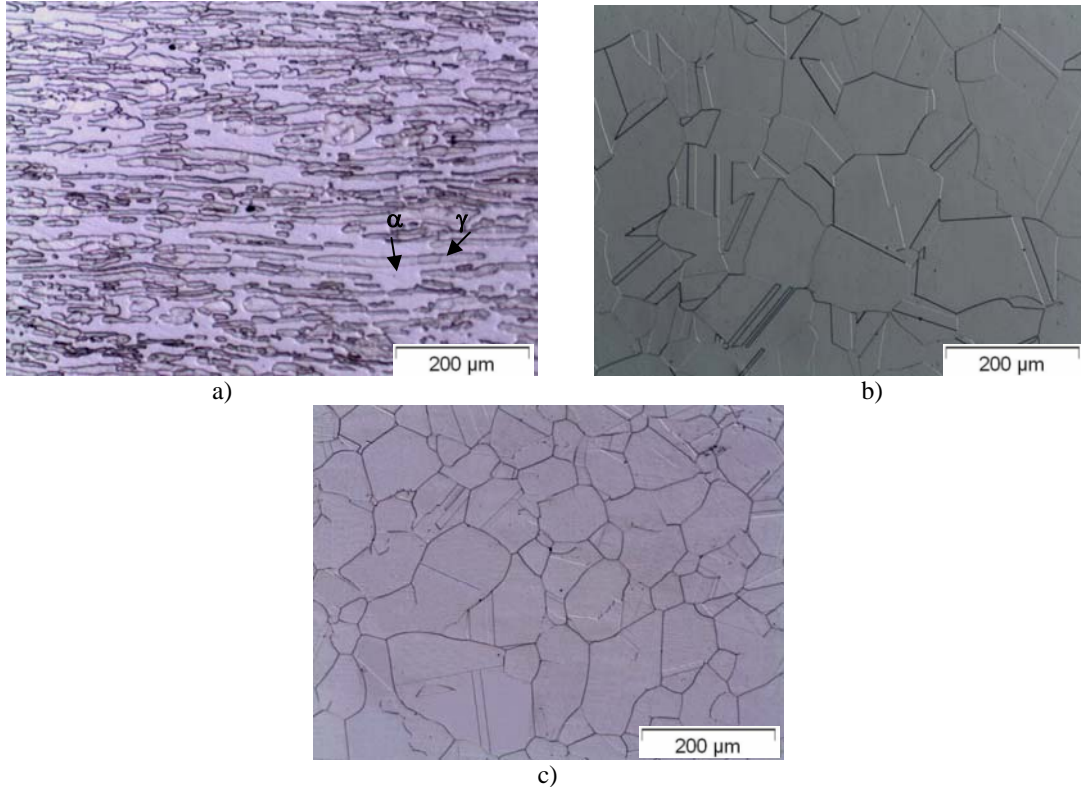


Figura 1. Cambio en la microestructura, forma y tamaño de los granos. a) estado inicial laminado, estructura de ferrita y austenita , b) nitrurada a alta temperatura, estructura austenítica con grano grueso y c) laminada 25% y recocida, estructura austenítica con grano recrystalizados.

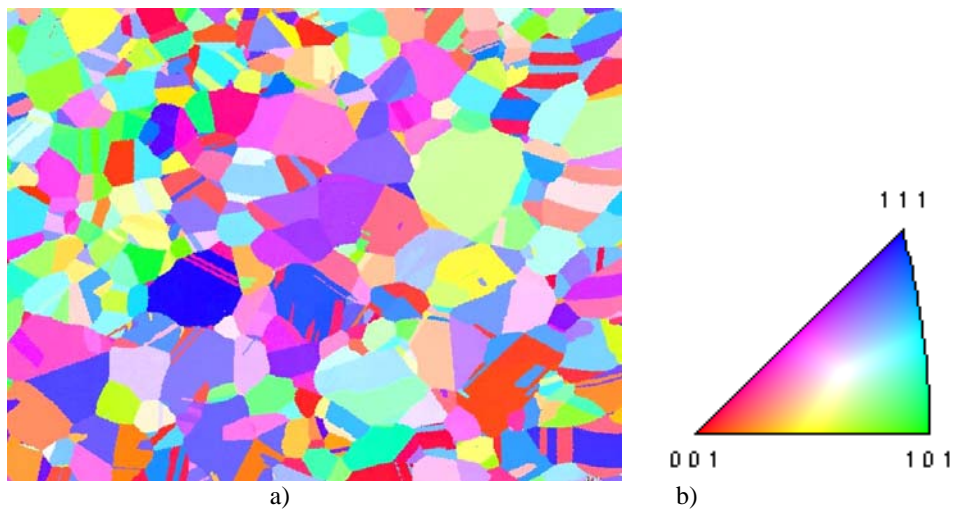


Figura 2. a) Mapa obtenido a través de la técnica EBSD usado en el ensayo de nanodureza, b) figura de polo inversa

**4.3. Dureza en escala nano**

La figura 3 muestra los grupos de granos seleccionados dentro del área barrida, figura 2a) y donde fueron realizadas las medidas de dureza. Esos tres grupos de granos fueron seleccionados por pertenecer a familias de planos atómicos que tienen gran influencia en la deformación de cristales cúbicos de cara centrada CFC, como en el caso de estructuras austeníticas. Los granos indentados de cada familia están demarcados en la figura 3 e identificados con las letras A (azul), V (verde) y R (rojo), en función del color en el que aparece el mapa EBSD. Con respecto a los planos que representan cada color, las letras R, V y A indican también la familia de planos a la que pertenecen los granos demarcados, siendo estos los planos R= (001), V=(101), y A= (111).



Figura 3. Granos usados para medir la dureza.

La tabla 2 presenta los valores de dureza obtenidos en cada uno de los granos de las tres familias de planos y el promedio general de los valores de dureza para cada familia de granos según el plano atómico al que pertenecen. La figura 4 muestra un gráfico del comportamiento de la dureza en cada una de las tres familias analizadas con su respectiva desviación estándar.

Dureza, GPa								
Familia (111)			Familia (110)			Familia (001)		
G.1	G.2	G.3	G.1	G.2	G.3	G.1	G.2	G.3
4,1	3,9	4,1	4,4	4,1	4,2	3,9	4,1	4,2
3,9	3,6	4,1	4,3	4,1	4,2	3,8	4,1	3,8
4,1	3,6	4,0	4,2	4,1	4,3	3,8	4,3	4,4
3,7	3,6	4,1	4,3	4,1	4,3	3,8	4,0	4,3
Promedio general: 3.9			Promedio general: 4.2			Promedio general: 4.0		

G: grano

Tabla 2. Valores de dureza

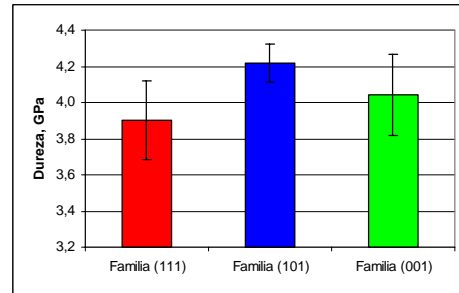


Figura 4. Comportamiento de la dureza en las familias de granos evaluados.

Como se observa de los datos de la tabla 2 y el gráfico de la figura 4, no es posible hacer una diferenciación entre la dureza medida de las diferentes familias de planos, debido a que los valores son prácticamente iguales, además de la gran dispersión de los datos.

**4.3. Resistencia a la cavitación**

La micrografía de la figura 5a) muestra la región de referencia marcada en la superficie del acero, en la cual fue analizado el proceso por cavitación en sus primeras etapas, para el acero 45N, nitrurado, laminado y finalmente recocido. La figura 5b) muestra el mapa de EBSD barrido, correspondiente al área de la figura 5 a). Ya la figura 5c) muestra una selección de granos pertenecientes a las familias de planos atómicos (001), (101), (111), en los cuales se hizo el análisis de la cavitación.

Observando las figuras 5a) a 5c), es posible realizar un análisis cualitativo de la evolución de la cavitación en el material, a partir de la apariencia del daño dentro de los granos y específicamente entre granos de las familias de planos (111), (001) y (101), que son planos que por tener una orientación cristalina bastante diferente, presentan igualmente diferentes comportamientos en cuanto a la deformación generada por la cavitación.

Una primera aproximación al análisis de la evolución del desgaste, hace pensar que los granos que pertenecen a la familia de planos (101) es la más resistente, pues en general se observan menos rastros de deformación, caso contrario a lo observado en los granos pertenecientes a la familia de planos (111), los cuales en general se observan más deformados. Por otro lado los granos de la familia de planos (001) presentan un comportamiento intermedio.

La calidad de la deformación puede ser verificada observando la micrografía de al menos dos granos perteneciente a cada una de las familias de planos analizadas, tomada en el recuadro de la figura 5a) y presentada en la figura 6, donde se confirma lo dicho en el párrafo anterior con respecto a la deformación.

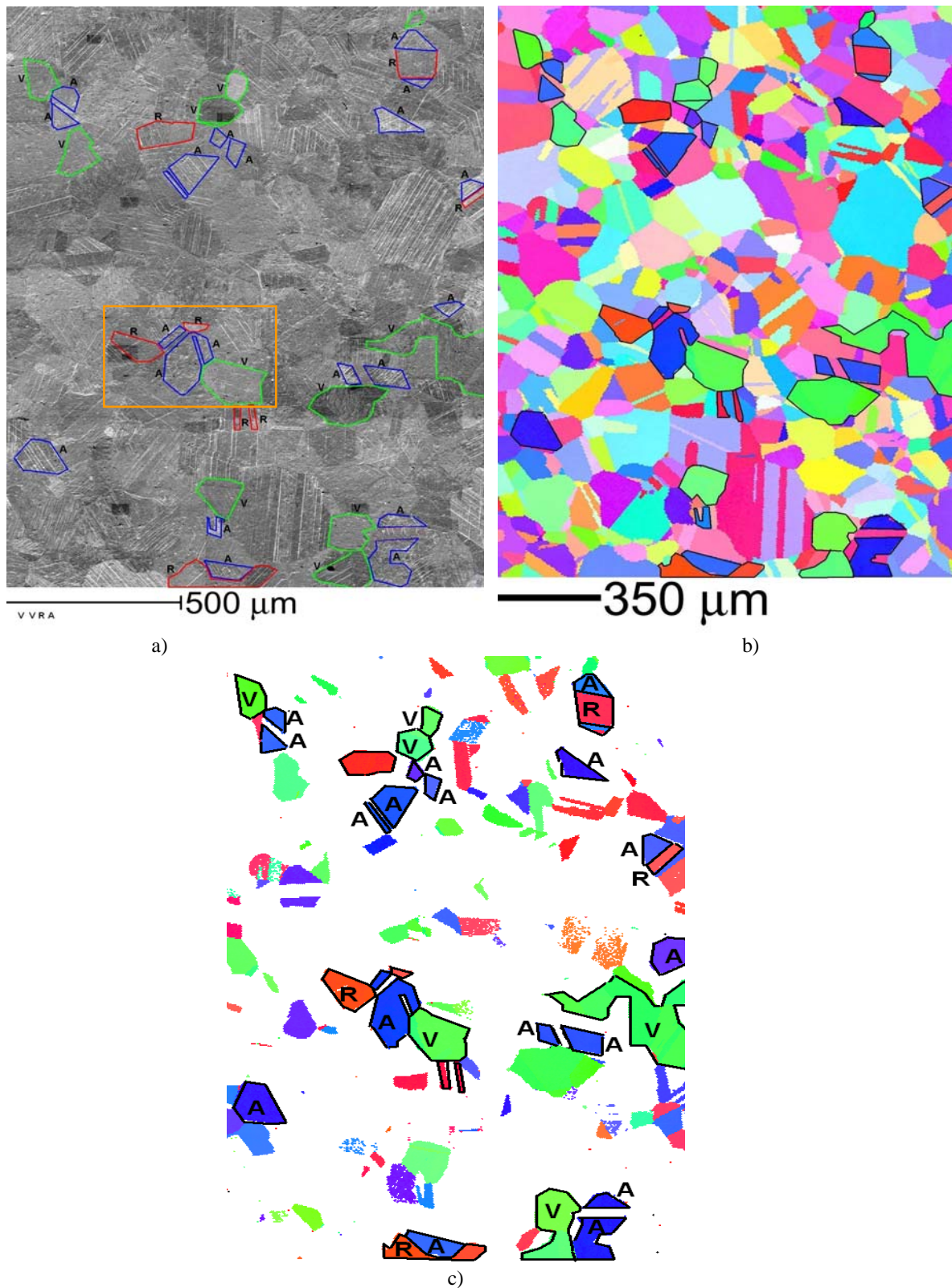


Figura 5 Ensayo de cavitación. a) Micrografía obtenida por microscopía electrónica de barrido de la región de referencia, b) mapa EBSD correspondiente a la micrografía en a) y c) granos escogidos para analizar la evolución del desgaste, donde A representa la familia de planos (111), V la familia (101) y R la familia (001), según la figura de polo inversa mostrada en la figura 2b).

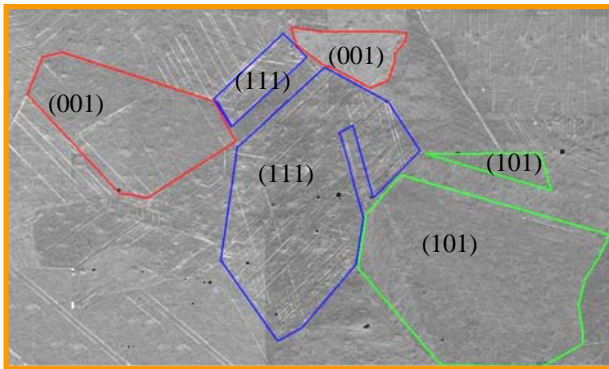


Figura 6. Evolución del daño por cavitación en al menos dos granos de las familias de planos analizadas.

## 5. CONCLUSIONES

La nitruración gaseosa en alta temperatura es un tratamiento termoquímico que permite obtener materiales austeníticos con nitrógeno en solución sólida, donde se mejoran varias propiedades mecánicas (como la dureza) y de superficie.

Los valores de nanodureza obtenidos en las diferentes familias de planos no permitieron una correlación con la orientación cristalina de los granos debido a su amplia dispersión y semejanza de valores.

Con respecto a la cavitación, fue posible hacer una correlación cualitativa del daño generado en función de la familia de planos analizadas.

## 6. AGRADECIMIENTOS

A la estudiante de Doctorado del laboratorio de fenómenos de superficie de la USP - São Paulo, Sara Aida por facilitar las mediciones de nanodureza.

A la Universidad Tecnológica de Pereira-Colombia y a su grupo de investigación en Materiales de Ingeniería (GIMI-UTP) por apoyar mis estudios de doctorado en la USP.

Al grupo de investigación en Materiales para aplicaciones avanzadas de la USP -São Paulo.

A la CAPES por el apoyo económico para adelantar estudios de Doctorado en la USP -São Paulo.

## 7. BIBLIOGRAFÍA.

YANG, F., SAXENA, A., RIESTER, L., Use of the nanoindentation technique for studying microstructure/crack interactions in the fatigue of 4340 steel, *Metall. Mater Trans. A*, 1998, 29A: 3029—3036.

CARVALHO, R., BEZERRA G., LOPES, D., SOMBRA, F., LIMA, L., BRUNO, A. Avaliação da sensitização do aço inoxidável aisi 304l através de

imagens micrográficas. *Anales del 3° Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás*. Realizado no período de 2 a 5 de outubro de 2005, em Salvador-Bahía-Brasil.

LIMA, A. S. Análise da suscetibilidade à corrosão intergranular nos aços inoxidáveis austeníticos usados em refinarias: AISI 304L, AISI 316L, AISI 321 e AISI 347, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Mecânica e Produção, 2002.

SEDRICKS, A. J., *Corrosion of Stainless Steel*, John Wiley & Sons Inc, New York, EUA, 1996.

DAVIS, J.R. *Stainless Steel – ASM Specialty Handbook*. (2.ed.) *ASM International*. EUA. p. iii, 1996.

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 congresso da ABM*, São Paulo, 2004.

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.

MESA, D.H., TORO, A., TSCHIPTSCHIN, A.P. The effect of testing temperature on corrosion-erosion resistance of martensitic stainless steels. *Wear*, v.255, N. 1-6, p.139-145, 2003.

GAVRILJUK, V.G., BERNS, H. *High Nitrogen Steels*. Berlin: Springer-Verlag, 1999. 378P.

SPEIDEL, M. *Properties and Applications of High Nitrogen Steels*. HNS88, High Nitrogen Steels, Institute of Metals, London, p. 92-96, 1989.

OLIVER, W.C., PHARR, G.M., *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564