

TENACIDAD DE ACEROS INOXIDABLES "DUPLEX" CF8M CON CONTENIDO EN FERRITA VARIABLE

L. Sánchez, F. Gutiérrez-Solana, A. Valiente*, I. Gorrochategui

Departamento de Ciencias e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales.
E. T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria.

* Departamento de Ciencia de Materiales.
E. T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid.

Resumen. En el marco de un estudio sobre "Fragilización por envejecimiento a baja temperatura de aceros inoxidable austenoferríticos", como punto de partida, se ha llevado a cabo la caracterización microestructural y mecánica, determinando principalmente la tenacidad a la fractura, de tres aceros inoxidable de especificación CF8M, de distinta composición química y diferente contenido en ferrita. De los tres aceros, uno de ellos formó parte de una válvula de un circuito de refrigeración de una central energética y estuvo en servicio durante un tiempo neto de 10 años a la temperatura de 280°C, mientras que los otros dos forman parte de dos coladas experimentales de contraste. El método que se utilizó para determinar la tenacidad de estos materiales fue el de probeta única, a partir de la curva R basada en la integral J. Los resultados obtenidos abren un análisis sobre la influencia del contenido en ferrita en la tenacidad de estos aceros y su evolución con el envejecimiento.

Abstract. In this work, microstructural and mechanical characterization, mainly to determine fracture toughness, was carried out on three duplex stainless steels with different chemical composition and ferrite content. One of the steels, taken from a valve in a power station, was in service for 10 years at 280°C, the two others were part of experimental casts. The toughness of these steels was determined by the single specimen method using R-curve based in J-integral. The obtained results initiate an analysis on the influence of ferrite content in the toughness and its evolution with aging of these steels.

1. INTRODUCCION Y OBJETIVOS

En este artículo se presentan los primeros resultados experimentales de un trabajo más amplio sobre "Fragilización por envejecimiento a baja temperatura de los aceros inoxidable austenoferríticos de moldería", partiendo de una serie de estudios teóricos [1, 2] en los cuales se desarrolló una metodología de previsión de la fragilización y la aplicación de la misma en un gran número de coladas [3]. Dicha metodología está basada en el modelo de Trautwein y Gysel [4] en el cual se considera que el fenómeno de envejecimiento es un proceso térmicamente activado y sigue una ley tipo Arrhenius que relaciona pares tiempo-temperatura (t, T) en la forma:

$$t_2 = t_1 \exp [U/R (1/T_2 - 1/T_1)] \quad (1)$$

válida en un rango de temperaturas entre 280 y 400°C, siendo t_i el tiempo de reacción a la temperatura T_i , R la constante universal de los gases perfectos y U la energía de activación que puede obtenerse a partir de la composición química [5].

Introduciendo en la ecuación (1) el parámetro de envejecimiento P, cuyo valor es 1 para un envejecimiento de 10 horas a 400°C, se llega a la expresión

$$10^P = t \exp [U/R (1/673.2 - 1/T)] \quad (2)$$

Diversos estudios [4-6] han puesto de manifiesto el importante papel que juega la ferrita en los mecanismos de este envejecimiento, ya que es en esta fase donde se producen los fenómenos de precipitación que conducen a la fragilidad.

Como medida de la fragilización existen un gran número de datos, para materiales envejecidos en el laboratorio a 400°C, sobre valores de resiliencia, microdureza de la ferrita y límite elástico en función del parámetro de envejecimiento P. Cabe destacar que apenas hay resultados sobre la tenacidad a fractura, por lo cual se considera de gran interés la posibilidad de correlacionar esta magnitud con la resiliencia.

Teniendo como objetivo general la identificación y modelización de los mecanismos de envejecimiento y su efecto sobre la tenacidad, el objetivo concreto del presente artículo es la determinación de la influencia del contenido en ferrita sobre las diferentes propiedades mecánicas, principalmente sobre la tenacidad a fractura, de tres aceros inoxidables de especificación CF8M en el estado de recepción, como punto de partida de un estudio semejante para diferentes estados de envejecimiento.

2. MATERIAL

Inicialmente se dispone de un material real envejecido que estuvo trabajando en central durante un tiempo neto de 10 años, y cuyo contenido teórico en ferrita basado en la correlación de Leger [7] es del 14%.

Después de los estudios realizados sobre el fenómeno de fragilización [4-6] y, en particular, tras el análisis de los efectos de la ferrita en dicha fragilización [1, 2] se encargaron dos coladas experimentales de contraste con unos contenidos en ferrita en el rango 20 - 25% , teniendo en cuenta su correlación con la composición química. La selección de composición de estas coladas se hizo siguiendo la de coladas de elementos actualmente en uso en centrales energéticas [3].

3. CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

El primer paso fue la realización del análisis químico de los tres materiales a partir de los cuales se obtuvo el contenido en ferrita teórico utilizando el método de Leger.

A continuación se llevó a cabo un estudio metalográfico por Microscopía Óptica de los tres aceros para observar la distribución de la ferrita (Fig. 1 a 3), y estimar la cantidad de la misma mediante metalografía cuantitativa.

En la Tabla 1 se presentan los resultados del análisis químico y de los contenidos en ferrita tanto teóricos como experimentales. A partir de ahora se identificarán los tres aceros como 12F, 18F y 22F, en función del contenido en ferrita estimado.

Tanto para el acero 12F, envejecido en central, como para el 18F la distribución de ferrita se ha mostrado muy homogénea, sin orientaciones preferenciales. Por el contrario, el acero 22F presenta una distribución de ferrita poco uniforme, con oscilaciones en su porcentaje desde el 12 hasta el 33%. Las micrografías de las Fig. 3a y 3b son dos casos extremos de la irregular distribución de la ferrita en este acero.

Técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido confirman la situación microestructural que aparece en los aceros 12F y 18F, mientras que la observación del acero 22F puso de manifiesto la presencia de partículas precipitadas en la interfase ferrita-austenita (α/γ) con aspecto alargado. Un posterior análisis en Microscopía Electrónica de Transmisión y de Barrido (STEM) puso de manifiesto la riqueza en Cr y Mo de estas partículas, característica propia de las fases σ ó χ , cuya aparición presupone un incorrecto tratamiento de temple de los lingotes moldeados. En la micrografía de la Fig. 4 se aprecia la precipitación en la interfase α/γ .

| ACERO | C | Mn | Si | Cr | Ni | Mo | % F (teór) | %F (exp) |
|-------|-------|------|------|------|------|------|------------|----------|
| 12F | 0.035 | 0.70 | 1.10 | 18.6 | 10.4 | 2.00 | 14.0±2.4 | 12.2 |
| 18F | 0.076 | 0.83 | 1.25 | 19.4 | 9.6 | 2.29 | 17.0±2.7 | 17.8 |
| 22F | 0.045 | 0.82 | 1.23 | 18.4 | 8.9 | 2.36 | 22.2±3.0 | 12-33 |

Tabla 1. Composición química (% en peso) y contenido en ferrita de los aceros CF8M ensayados.

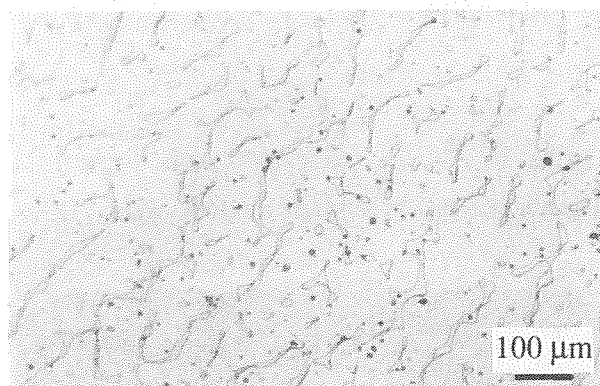


Fig. 1. Distribución de la fase α (x100). Acero 12F.

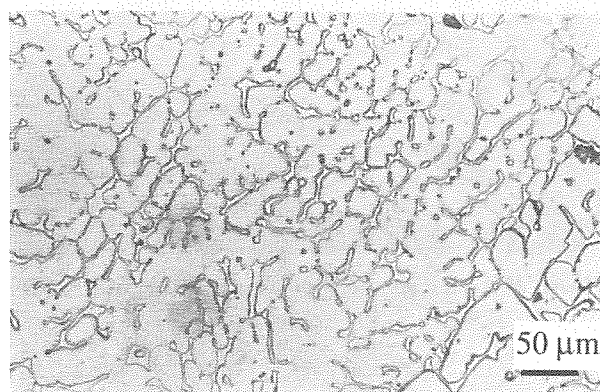


Fig. 2. Distribución de la fase α (x200). Acero 18F.

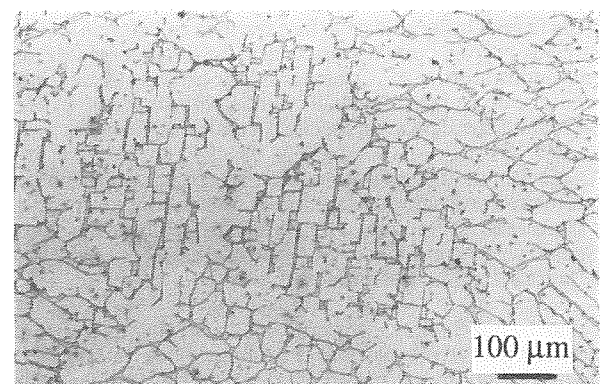


Fig. 3a. Distribución de la fase α (x100). Acero 22F.

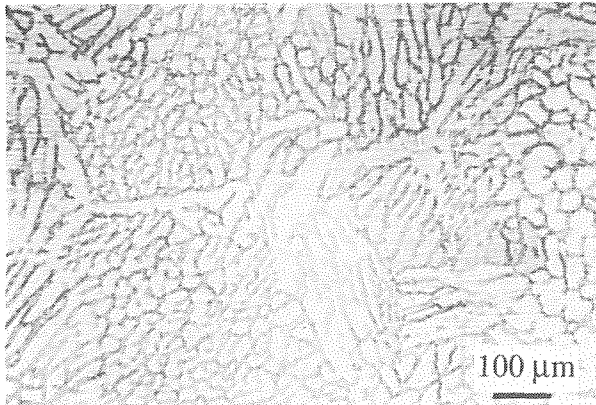


Fig. 3b. Distribución de la fase α (x100). Acero 22F.

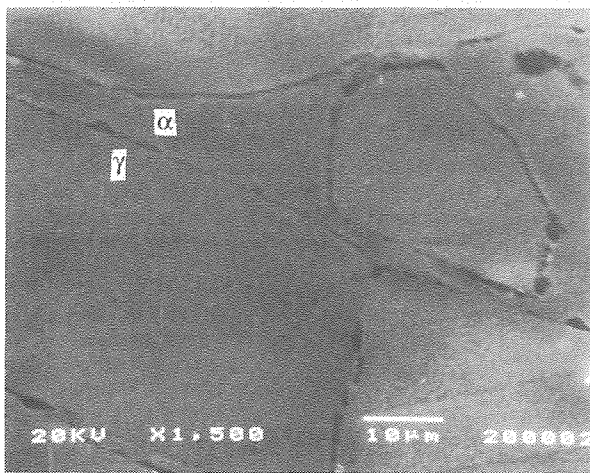


Fig. 4. Precipitación σ ó χ en la interfase α/γ . Acero 22F.

4. CARACTERIZACION MECANICA

Dada la gran influencia de la fase ferrítica en la fragilización de estos aceros, como consecuencia de los procesos de su envejecimiento, se considera importante hacer un seguimiento de la evolución de su microdureza, como índice del nivel de precipitación asociado a dicha fragilización.

Asimismo, es indispensable la caracterización directa de parámetros asociados a la tenacidad del material, resiliencia y tenacidad a fractura, cuyo análisis en los diferentes estados de envejecimiento permitirá establecer la evolución de la fragilización de estos aceros.

Tanto la microdureza como la resiliencia resultaron ser índices cualitativos de fácil determinación y ya han sido analizados por diferentes autores en estudios previos [4-6]. La tenacidad a fractura se ha caracterizado por la integral J, base de análisis deterministas. Como complemento de la caracterización mecánica y apoyo a los ensayos de tenacidad se realizó, inicialmente, una caracterización mecánica convencional mediante ensayos de tracción.

4.1. Ensayos de tracción. Resultados

Sobre probetas cilíndricas, de diámetro 10 mm, se han llevado a cabo ensayos de tracción en las diferentes direcciones, que mostraron el comportamiento isotrópico de estos materiales. Los valores medios del límite elástico (σ_y), carga de rotura (σ_u), alargamiento bajo carga máxima (ϵ_u) y reducción de área (RA) se resumen en la Tabla 2.

| ACERO | σ_{ys} (MPa) | σ_u (MPa) | ϵ_u (%) | RA (%) |
|-------|---------------------|------------------|------------------|--------|
| 12F | 235±13 | 505±26 | 36±8 | 73±6 |
| 18F | 312±6 | 488±12 | 29±3 | 68±2 |
| 22F | 264±15 | 596±12 | 23±7 | 26±3 |

Tabla 2. Resultados de los ensayos de Tracción.

4.2. Ensayos de Microdureza. Resultados

Los ensayos de microdureza se han realizado sobre los tres aceros en estado de recepción y sobre el acero 12F tras un tratamiento de regeneración. Este tratamiento se hizo situando el material a la temperatura de 1093°C, manteniéndolo allí durante 4 horas y templándolo en agua posteriormente.

Los ensayos de microdureza se llevaron a cabo sobre cada una de las fases, aplicando cargas de 50 g en la austenita y 25 g en la ferrita, en ambos casos durante un tiempo de 20 segundos.

En la Tabla 3.1 se presentan los valores medios de 20 medidas de microdureza para la fase γ , mientras que en la Tabla 3.2 aparecen los valores medios, sobre 25 indentaciones, para la fase α , así como sus valores máximos. Se considera que estos valores máximos pueden ser los más realistas debido a que la ferrita, fase minoritaria, presenta un espesor variable y, en todos los casos, pequeño, en torno a 20 μ m, de forma que la proximidad del sustrato de austenita puede afectar al resultado de la medición de su dureza.

| ACERO | HV (Media) |
|--------------|------------|
| 12F (Recep.) | 209±15 |
| 18F | 223±17 |
| 22F | 223±26 |
| 12F (Reg.) | 189±13 |

Tabla 3a. Resultados de los ensayos de Microdureza sobre la austenita.

| ACERO | HV (Media) | HV (Máx.) |
|--------------|------------|-----------|
| 12F (Recep.) | 277±25 | 312 |
| 18F | 268±15 | 297 |
| 22F | 304±21 | 339 |
| 12F (Reg.) | 253±31 | 294 |

Tabla 3b. Resultados de los ensayos de Microdureza sobre la ferrita.

4.3. Ensayos de Resiliencia. Resultados

Se llevaron a cabo ensayos de impacto, tanto a temperatura ambiente como a -196°C, sobre probetas de flexión, de 55 mm de longitud y base cuadrada de lado 10 mm, con un 20% de entalla.

En la Tabla 4 se muestran los valores de la resiliencia, C_v , y de la expansión lateral, E.L., obtenidos a partir de 3 probetas de cada material a cada temperatura. Cabe reseñar que los ensayos a -196°C se hicieron con el objeto de determinar el límite inferior de la curva de transición dúctil-frágil.

| ACERO | $C_v(20^\circ\text{C}) (J/\text{cm}^2)$ | E.L. (mm) | $C_v(-196^\circ\text{C}) (J/\text{cm}^2)$ | E.L. (mm) |
|-------|---|-----------|---|-----------|
| 12F | 256±30 | 2.64±0.27 | 187±10 | 1.33±0.40 |
| 18F | 262±20 | 2.40±0.21 | 60±5 | 0.70±0.15 |
| 22F | 51±7 | 0.84±0.18 | 9±1 | 0.05±0.01 |

Tabla 4. Resultados de los ensayos de Resiliencia.

4.4. Ensayos de Tenacidad. Resultados

Se realizaron ensayos de tenacidad utilizando el método de la probeta única sobre probetas tipo CT de espesor 20 mm, mecanizadas con ranuras laterales de 2 mm de profundidad tras la fisuración previa al ensayo. La utilización de ranuras laterales se decidió después de hacer ensayos sobre probetas sin ranurar, que no condujeron a resultados válidos.

Se siguió la metodología de análisis bajo diferentes normativas [8, 9] eligiéndose finalmente la norma europea EGF P1-90. En la Tabla 5 se presentan los valores de los parámetros con que se ajustaron las curvas R, utilizando una función del tipo:

$$J = A (C + \Delta a)^D \tag{3}$$

junto con el valor de $J_{0.2/BL}$ para cada ensayo. Por otra parte, en las Figuras 5 a 7 se muestra, a modo de ejemplo, el tratamiento de resultados realizado sobre una probeta de cada material; en dichas figuras se señala la zona de validez que exige la norma y se destacan los puntos utilizados para el ajuste de las curvas.

| ACERO | A | C | D | $J_{0.2/BL} (kJ/m^2)$ |
|-----------|-----|------|------|-----------------------|
| 12F (CT4) | 819 | 0 | 0.54 | 620.6 |
| 18F (CT1) | 680 | 0.58 | 0.78 | 783.4 |
| 22F (CT1) | 209 | 0 | 0.61 | 91.1 |
| 22F (CT2) | 187 | 0 | 0.46 | 101.5 |

Tabla 5. Resultados de los ensayos de Tenacidad.

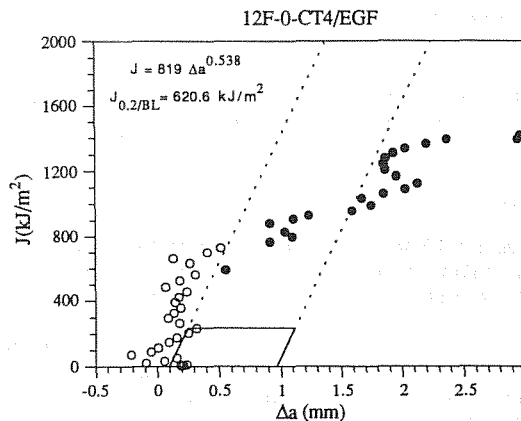


Fig. 5. Curva R para el acero 12F.

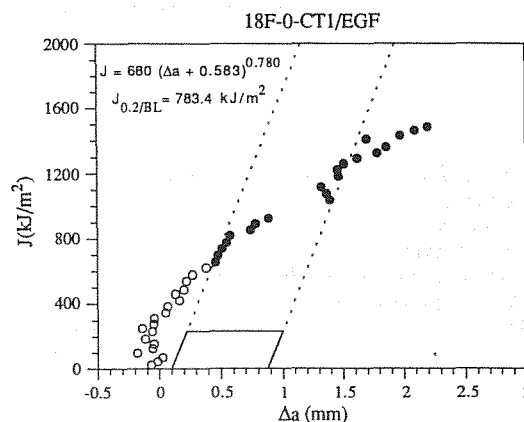


Fig. 6. Curva R para el acero 18F.

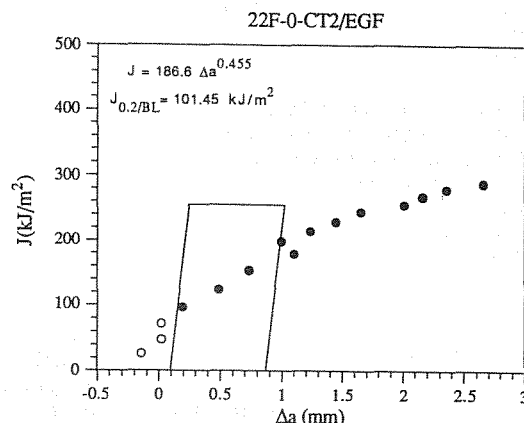


Fig. 7. Curva R para el acero 22F.

5. FRACTOGRAFIA

En todos los ensayos destructivos realizados se ha llevado a cabo un estudio fractográfico que aporta las siguientes consideraciones:

5.1. Tracción

En el acero 12F se observan mayoritariamente microhuecos, con un diámetro máximo de unos 100 μm , con algunas roturas en pequeñas zonas con falta de fusión.

La rotura del acero 18F muestra una apariencia menos dúctil, siendo mayoritariamente por formación de huecos, con diámetro máximo de 20 μm . Aparecen zonas aisladas de 100 μm de anchura, con poca deformación.

El acero 22F muestra una rotura topográficamente más abrupta pero sin formación de huecos, con fisuras secundarias o decohesiones alargadas abundantes de hasta 500 μm . Aparecen zonas locales planas con cuasiclivajes a pequeña escala, asociados a las zonas ferríticas, como se ha confirmado por microanálisis, de unos 10 μm de anchura. Se puede afirmar que la rotura ha ido buscando las zonas ferríticas, las cuales son muy abundantes en regiones determinadas.

5.2. Impacto

La fractografía del acero 12F a temperatura ambiente presenta zonas de rotura plana con poca deformación junto con zonas de microhuecos siendo el diámetro máximo de éstos del orden de 50 μm . Por otra parte a -196°C , la rotura, pese a ser también 100% dúctil, presenta un aspecto microscópico mucho más frágil, mixto con cuasiclivaje y huecos con poca deformación. Es en estos cuasiclivajes donde aparecen más claras las huellas del paso de la fractura a través de la ferrita. Las facetas de rotura tienen una anchura de unos 100 μm .

La fractura del acero 18F a temperatura ambiente presenta una morfología similar al 12F pero con microhuecos de diámetro más pequeño, 20 μm . Globalmente la fractura muestra una tipología ondulada alternando zonas de microhuecos con zonas planas. En los ensayos a -196°C , se observa una morfología de rotura parecida al 12F pero más frágil con facetas de rotura de diámetro entre 25 y 100 μm . También se observan zonas de microhuecos muy finos, inferiores a 5 μm .

Con respecto a la fractografía del acero 22F cabe decir que a temperatura ambiente presenta una superficie de rotura frágil, sin microhuecos, con facetas de cuasiclivaje junto con una deformación importante entre ellas, observándose que la rotura ha evolucionado a través de la ferrita, como se pudo confirmar por microanálisis. En los ensayos a -196°C la fractura es aún más frágil y también a través de la ferrita.

5.3 Tenacidad

El acero 12F presenta una fractura totalmente dúctil con microhuecos de un diámetro aproximado de 100 μm . Se observa que tras la zona altamente deformada, stretch-zone, sigue el inicio de la propagación donde muestra su presencia la ferrita.

La superficie de fractura del acero 18F es parecida a la del 12F con microhuecos de menor tamaño, 25 μm . En este caso no se observa ferrita tras la zona altamente deformada. Esta diferencia de comportamiento puede ser debida al envejecimiento sufrido por el acero 12F en servicio.

Por último, el acero 22F muestra un aspecto mucho más frágil con una evidente presencia de ferrita a lo largo de todo el camino de rotura que aparece incluso microfracturada. Se observan también decohesiones de gran tamaño, hasta 50 μm .

6. ANALISIS DE RESULTADOS

El análisis global de los resultados permite centrarse en dos efectos de gran interés: la influencia de los precipitados en la fase ferrítica del acero 22F y el efecto de los diferentes contenidos en ferrita.

6.1. Efecto de la presencia de precipitados en la fase ferrítica

La presencia de la fase σ ó χ , tras un tratamiento de temple anómalo, pone en evidencia una clara diferencia en el comportamiento mecánico del material, siempre tendente a disminuir su tenacidad.

En los ensayos de tracción se pone de manifiesto una menor ductilidad y un mayor endurecimiento del acero 22F frente a los otros dos, lo que se corresponde con el aspecto de su rotura.

En los resultados de máxima microdureza sobre la fase α se observan valores más altos en el acero 22F, 339 HV, en comparación con el 12F y el 18F que tienen valores de 294 HV y 297 HV, respectivamente.

Los valores de resiliencia muestran una elevada fragilidad del acero 22F, comparado con los otros dos, tanto a temperatura ambiente, 51 J/cm² frente a 260 J/cm², como a -196°C , 9 J/cm² para el 22F frente a 187 J/cm² y 60 J/cm² para los aceros 12F y 18F, respectivamente. Es importante señalar que el valor de 51 J/cm² es muy preocupante por ser inferior a los valores de referencia mínimos usados convencionalmente en la selección de estos materiales, que suelen ser del orden de 70 J/cm². También aquí los resultados mecánicos tienen una buena correlación con el aspecto de la rotura.

Sobre los resultados de los ensayos J, hay que decir que el valor de $J_{0.2/BL}$ para el acero 22F es mucho menor, 96 kJ/m², que los correspondientes a los aceros 12F y 18F de 621 kJ/m² y 584 kJ/m², respectivamente. Por otra parte el exponente D, de la función que ajustó la curva R, tiene un valor medio de 0.55 para el acero 22F mientras que es 0.54 para el 12F envejecido y 0.78 para el 18F, marcando la dificultad en la progresión de la fisura una vez iniciada.

6.2- Efecto del contenido en ferrita

Dado que el acero 22F presenta problemas adicionales, los efectos del contenido en ferrita deben tenerse en cuenta considerando únicamente los aceros 12F y 18F, teniendo presente que el primero ha sufrido un envejecimiento de 10 años en central. Sin embargo, la comparación entre la dureza del acero 12F con la del 12F regenerado muestra un índice de envejecimiento en su recepción poco importante; así la dureza máxima de la ferrita para el material regenerado es 294 HV mientras que para el envejecido es 312 HV. Cabe destacar, por el contrario, que el acero 12F tras sufrir un sobre-envejecimiento de 21 días a 400°C aumenta su microdureza hasta 413 HV, lo que corrobora el escaso efecto del envejecimiento en servicio del acero analizado.

Por otra parte la dureza de la ferrita es prácticamente igual para ambos materiales en su estado de partida, 12F regenerado y 18F, a pesar de haberse observado pequeñas variaciones en su composición mediante técnicas de Microanálisis.

Respecto a los resultados de los ensayos de tracción podemos afirmar que el límite elástico es creciente a medida que aumenta el nivel de ferrita, mientras que la carga de rotura y el alargamiento bajo carga máxima presentan valores equivalentes para los dos materiales.

Es en la tenacidad donde se nota un mayor efecto del contenido en ferrita, bajo la hipótesis de que el envejecimiento del acero 12F en recepción no es muy grande:

- A temperatura ambiente no hay grandes diferencias en la resiliencia 256 J/cm² para el 12F frente a 262 J/cm² para el 18F con expansiones laterales parecidas. En cambio en la tenacidad, $J_{0.2/BL} = 621$ kJ/m² y $D = 0.54$ para el 12F frente a $J_{0.2/BL} = 784$ kJ/m² y $D = 0.78$ para el 18F, las diferencias son mayores, pudiéndose asociar al pequeño índice de envejecimiento, lo que conduce a las siguientes consideraciones:
 - El efecto del contenido en ferrita en estado no envejecido no es grande como se deduce de los ensayos de resiliencia.
 - El efecto de envejecimiento, por pequeño que sea, se aprecia de forma rápida en la tenacidad, lo que es preocupante, aunque en este caso por tratarse de un material muy tenaz aún conserva una tenacidad importante.
- A la temperatura de -196°C se tienen unos valores de resiliencia de 187 y 60 J/cm² para los aceros 12F y 18F respectivamente. Esto indica que una mayor presencia de ferrita ofrece una mayor susceptibilidad a procesos de fragilización, lo que hace preocupante su comportamiento ante fenómenos de envejecimiento.

7. CONCLUSIONES

Como resultado de este trabajo pueden establecerse las siguientes conclusiones:

- Existe un efecto muy importante (y no deseable) de la presencia de precipitados frágiles como son los de tipo σ ó χ , lo que justifica la necesidad un control cuidadoso del tratamiento térmico.
- La tenacidad a temperatura ambiente no se ve influenciada por efecto del contenido en ferrita para materiales sin envejecer.
- Hay una susceptibilidad a la fragilización creciente con el contenido en ferrita, observada de forma clara en los ensayos a baja temperatura y previsible con mecanismos de precipitación por envejecimiento.
- El comportamiento mecánico observado se puede justificar razonablemente desde el análisis fractográfico efectuado.
- El envejecimiento en central a 280°C, durante 10 años, del acero 12F no tiene consecuencias preocupantes a la vista de los resultados.
- El análisis comparativo global ofrece una adecuada metodología para este tipo de estudio que puede hacerse extensiva a los diferentes grados de envejecimiento.

8. REFERENCIAS

- [1] Mazorra, L., Gutiérrez-Solana, F., González, J.J. y Varona, J.M., "Fragilización por Envejecimiento de Aceros Inoxidables Moldeados", Rev. Metal., 25(5), 344-361 (1989).
- [2] Mazorra, L., Gutiérrez-Solana, F., González, J.J. y Varona, J.M., "Análisis de la Fragilización por Envejecimiento a Baja Temperatura de los Aceros CF8M", Rev. Metal., 25(6), 411-419 (1989).
- [3] Sánchez, L., Gutiérrez-Solana, F., González, J.J. y Alvarez, J.A., "Previsión de la Fragilización por Envejecimiento a Baja Temperatura de los Aceros Inoxidables Austenoferríticos de Moldearía" Actas de la Asamblea General del CENIM, III, 135-144 (1990).
- [4] Trautwein, A. y Gysel, W., "Influence of Long-Time Aging of CF8 and CF8M Cast-Steel at Temperatures Between 300°C and 500°C on Impact Toughness and Structural Properties" Stainless Steel Casting, ASTM STP 756, 165-189 (1982).
- [5] Slama, G., Petrequin, P. y Mager, T., "Effect of Aging on Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels Castings and Welds", SMIRT Post-Conference Seminar, Monterey, Ca, 1983.
- [6] Chopra, O.K. y Chung, H.M., "Long-Term Embrittlement of Cast Duplex Stainless Steels in LWR Systems" Nureg/CR-4503, 1986.
- [7] Leger, M.T., "Predicting and Evaluating Ferrite Content in Austenitic Stainless Steels", Stainless Steels Castings, ASTM STP 756, 105-125 (1982).
- [8] EGF P1-90, "EGF Recommendations for Determining the Fracture Resistance of Ductile Materials", European Group of Fracture, December 1989.
- [9] ASTM E813, "A Measure of Fracture Toughness", Annual Book of ASTM Standards, ASTM, Philadelphia, Section 3, vol. 03.01, pp. 700-714 (1989).