

DEFORMACIÓN CÍCLICA DE ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX A TEMPERATURAS ELEVADAS

S. Hereñú¹, A. Gironès², I. Alvarez – Armas¹, A. Armas¹, A. Mateo² y M. Anglada²

1. Instituto de Física Rosario, CONICET- Universidad Nacional de Rosario, Argentina

Bv. 27 de Febrero 210 bis- Rosario- Argentina

2. Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica,

Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona

Resumen: En el presente trabajo se ha investigado el comportamiento cíclico del acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460 en el rango de temperaturas de 473K a 773K. El pronunciado incremento en la velocidad de endurecimiento cíclico a 573K y 673K, junto con la dependencia inversa del esfuerzo máximo en tracción con la velocidad de deformación exhibida por este acero, son manifestaciones del fenómeno de envejecimiento dinámico por deformación (DSA, *Dynamic Strain Aging*). Las estructuras de dislocaciones observadas sugerirían que la fase ferrítica tiene un papel preponderante en la respuesta cíclica en el rango de temperaturas de DSA. Este hecho sería consistente con un similar comportamiento cíclico exhibido por este acero y un inoxidable ferrítico AISI 430F. Con el fin de evaluar la influencia del contenido de nitrógeno en los aceros dúplex, se realizaron ensayos de deformación cíclica a 673K y 748K en un acero superdúplex SAF 2507.

Abstract: The present work has investigated the cyclic behaviour of a duplex stainless steel type DIN W. Nr 1.4460 in the temperature range of 473K and 773K. The pronounced increase of cyclic hardening rate at 573K and 673K and the inverse dependence of the peak tensile stress with strain rate exhibited by this steel are manifestations of DSA (*Dynamic Strain Aging*). The dislocation structure observed would suggest that the ferritic phase have a preponderant role in the cyclic response in the DSA temperature range. This assumption is consistent with a similar cyclic behaviour displayed by this steel and a ferritic AISI 430F. In order to evaluate the influence of the nitrogen content in duplex stainless steels, cyclic tests were performed at 673K and 748K for a superduplex stainless steel SAF 2507.

1. INTRODUCCIÓN

Las buenas propiedades mecánicas y la excelente resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables dúplex hacen que su utilización en diferentes ramas de la industria se haya incrementado considerablemente durante los últimos años. Generalmente la temperatura de servicio de estos materiales se limita a 573K debido a los problemas de fragilización térmica que aparecen a temperaturas superiores. Sin embargo, en aplicaciones tales como intercambiadores de calor o plantas de incineración de residuos [1], se pueden alcanzar durante cortos periodos de tiempo temperaturas más elevadas. En la literatura se encuentra escasa información sobre el comportamiento en deformación cíclica de los aceros dúplex bajo estas condiciones de servicio. De este modo, uno de los objetivos de este estudio fue el análisis de la respuesta cíclica de un acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460 a temperaturas entre 473K y 773K.

El envejecimiento dinámico por deformación (DSA) consiste básicamente en la interacción de átomos de soluto y dislocaciones durante la deformación. Estos

átomos de soluto pueden moverse con facilidad al aumentar la temperatura y de este modo anclarian a las dislocaciones móviles. El inusual incremento en la velocidad de endurecimiento cíclico con la temperatura, así como una dependencia inversa de la tensión máxima en tracción con la velocidad de deformación son manifestaciones de procesos asociados a DSA. Los efectos de DSA han sido estudiados extensamente en aceros monofásicos ferríticos [2] y austeníticos [3]. Considerando que los aceros dúplex están compuestos por ferrita y austenita, resulta lógico suponer que estos materiales experimenten el fenómeno de DSA. Sin embargo, en la revisión bibliográfica realizada se encuentran pocos autores que confirmen esta suposición.

El principal objetivo de esta investigación es reportar algunas características anómalas observadas durante la deformación cíclica de este acero, las cuales podrían estar asociadas a procesos de DSA. De particular interés es también intentar encontrar el papel de cada fase en la respuesta cíclica dentro del rango de temperaturas mencionado anteriormente. A fin de alcanzar este objetivo, se realizaron estudios por microscopía

electrónica de transmisión (MET) en este acero y se comparó su respuesta cíclica con la de los aceros inoxidables monofásicos ferríticos y austeníticos.

Por otra parte, la principal evolución en la composición química de los aceros inoxidables dúplex ha sido el progresivo incremento en el contenido en nitrógeno. Es sabido que mayores contenidos de nitrógeno promueven una mayor proporción de la fase austenítica, así como una mayor tendencia al deslizamiento planar en esta fase. De esta manera, este trabajo analiza estos efectos mediante la comparación de la respuesta a 673K y 748K de los aceros inoxidables dúplex DIN W. Nr 1.4460 (de bajo contenido en nitrógeno) y SAF 2507 (con un contenido en nitrógeno elevado).

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El acero inoxidable dúplex tipo DIN W. Nr 1.4460 (equivalente al AISI 329) seleccionado para el estudio fue suministrado por la empresa Metales Villares de Brasil. Su composición química se detalla en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero dúplex DIN W. Nr 1.4460 y del acero superdúplex SAF 2507 (% en peso).

	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	N
DIN W. Nr. 1.4460	24.1	4.8	1.49	1.29	0.43	0.03	0.04
SAF 2507	25.0	7.0	3.79	0.4	0.34	0.01	0.26

El material fue recibido en forma de barras cilíndricas trabajadas en caliente de 20 mm de diámetro. A partir de estas barras se mecanizaron probetas de 18.4 mm de longitud de ensayo y 5 mm de diámetro. Posteriormente, estas probetas fueron sometidas a un recocido a 1323K durante una hora seguido por un temple en agua. Los porcentajes de austenita y ferrita resultantes fueron de 28% de austenita en una matriz ferrítica, tal y como se muestra en la Figura 1.

El acero inoxidable superdúplex utilizado para analizar la influencia del contenido en nitrógeno en la respuesta cíclica a altas temperaturas es el designado comercialmente como SAF 2507, cuya composición química se detalla en la Tabla 1.

Este acero, con una microestructura constituida por un 56% de fase austenítica en una matriz ferrítica, fue suministrado por Sandvik AB (Suecia) en forma de barras cilíndricas de 20 mm de diámetro. Las probetas utilizadas para los ensayos de fatiga fueron mecanizadas con las mismas dimensiones que las del acero DIN W. Nr 1.4460.

En primer lugar se realizaron ensayos de deformación cíclica bajo control de la deformación total, a una velocidad de $d\epsilon/dt = 1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Se consideró una única amplitud de deformación de $\Delta\epsilon_t = 0.57\%$. Los ensayos se efectuaron en aire, en una máquina servohidráulica INSTRON 1362 y en el rango de temperaturas de 473K a 773K.

A fin de realizar la comparación de la respuesta cíclica del acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460 con la de los inoxidables monofásicos, se utilizaron los resultados previamente obtenidos para un acero austenítico AISI 316 y un acero ferrítico AISI 430F.

También se ha examinado el efecto de la velocidad de deformación en el comportamiento cíclico a diferentes temperaturas entre 293K y 773K. Para ello se llevaron a cabo ensayos a tres velocidades de deformación diferentes ($2.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $2.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y $2.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$), todos ellos a una amplitud de deformación total de $\Delta\epsilon_t = 1.14\%$.

Por último, la comparación de la respuesta cíclica del acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460 con la del superdúplex SAF 2507, fue realizada utilizando una amplitud de deformación total de 0.85%, y a dos temperaturas: 673K y 748K.

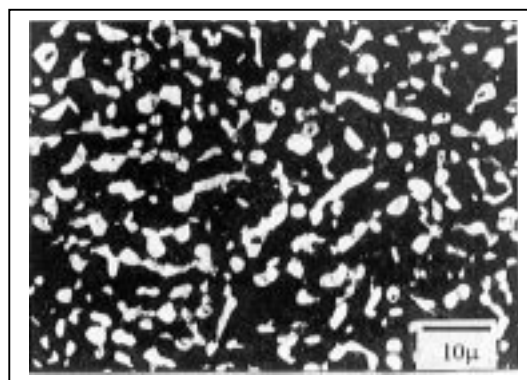


Fig. 1. Microestructura del dúplex DIN W. Nr 1.4460

Se prepararon láminas delgadas del acero dúplex DIN W. Nr 1.4460 usando una unidad Tenupol. Como electrolito se empleó una solución de 90% etanol y 10% perclórico a 273K. Dichas láminas fueron observadas con un microscopio electrónico de transmisión operando a 100 KV. El objetivo del estudio por MET es determinar cuál es la contribución de cada fase a la respuesta cíclica del acero dúplex en todas las temperaturas utilizadas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Fig. 2 muestra las curvas de endurecimiento-ablandamiento cíclico del acero dúplex DIN W. Nr 1.4460 en el rango de temperaturas de 473K – 773K. A 473K, un corto endurecimiento cíclico es seguido por una etapa de saturación que continua durante gran parte de la vida en fatiga. A 573K, 623K y 673K la respuesta cíclica se caracteriza por un pronunciado endurecimiento durante la primera parte de la vida en fatiga, seguido por un leve endurecimiento secundario. A 773K un leve endurecimiento cíclico inicial da paso a una etapa de pronunciado y continuo ablandamiento.

Grandes velocidades de endurecimiento cíclico han sido observadas en aceros monofásicos ferríticos [2] y austeníticos [3], considerándose que resultan de la operación de procesos de DSA. A fin de clarificar este fenómeno la velocidad de endurecimiento cíclico, $\Delta\sigma$, fue calculada como la diferencia entre las tensiones máximas en tracción en los ciclos $N = 20$ ($\sigma_{N=20}$) y $N = 2$ ($\sigma_{N=2}$). La elección de estos extremos se basa en el hecho que entre los mismos el material muestra la mayor velocidad de endurecimiento cíclico para todas las temperaturas empleadas. Es importante destacar que $\sigma_{N=2}$ corresponde al primer máximo de tracción precedido por un ciclo de reversión. La velocidad de endurecimiento cíclico así definida se representa en función de la temperatura en la Fig. 3.

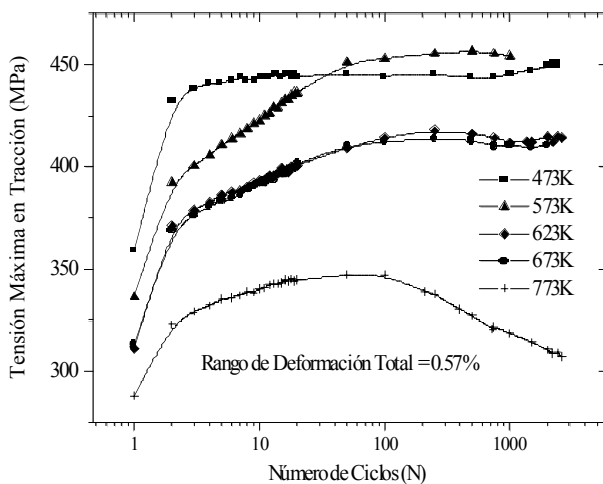


Fig. 2 Efecto de la temperatura en la respuesta cíclica del acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460.

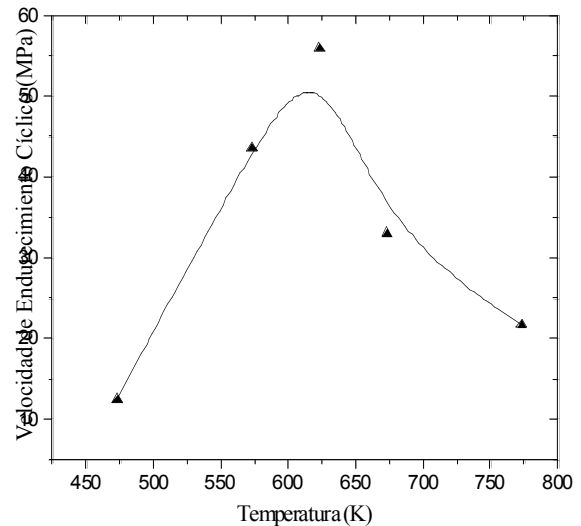


Fig. 3. Velocidad de endurecimiento cíclico en función de la temperatura.

Si el DSA fuera el proceso predominante que opera a ciertas temperaturas, se esperaría obtener una sensibilidad a la velocidad de la deformación negativa. Este hecho se revela por un incremento en la tensión máxima en tracción al disminuir la velocidad de deformación [4,5]. Por lo tanto, la influencia de la velocidad de deformación en la tensión máxima fue examinada en el rango de temperaturas de 293K a 773K con un rango de deformación total de 1.14%. El proceso experimental fue el siguiente: a cada temperatura, empezando por temperatura ambiente, se cicló la probeta hasta 300 ciclos con una velocidad de deformación total $2.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Este número de ciclos corresponde a una estabilización de la tensión máxima (σ_1) en la mayoría de los ensayos realizados. Luego, sin interrumpir el ensayo, la velocidad de deformación se disminuye un orden de magnitud y se obtiene una nueva estabilización en la tensión máxima (σ_2). Finalmente, se vuelve a disminuir la velocidad de deformación otro orden de magnitud, situándola en $2.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, y obteniendo el correspondiente valor de estabilización de tensión (σ_3). Este proceso se repite a las diferentes temperaturas analizadas. Se pueden definir las diferencias: $\Delta\sigma_2 = \sigma_2 - \sigma_1$ y $\Delta\sigma_3 = \sigma_3 - \sigma_1$. En la Fig. 4 se grafican estas diferencias en función de la temperatura.

A las temperaturas más bajas (temperatura ambiente y 418K), la tensión de estabilización muestra un comportamiento normal, es decir, menores tensiones para menores velocidades de deformación. Entre 473K y 723K, mayores tensiones corresponden a menores velocidades de deformación. De esta manera, es importante destacar que el inusual incremento en la velocidad de endurecimiento cíclico y la sensibilidad inversa con la velocidad de deformación, ocurren aproximadamente en el mismo rango de temperaturas. Ambos factores son manifestaciones de DSA en este acero dúplex.

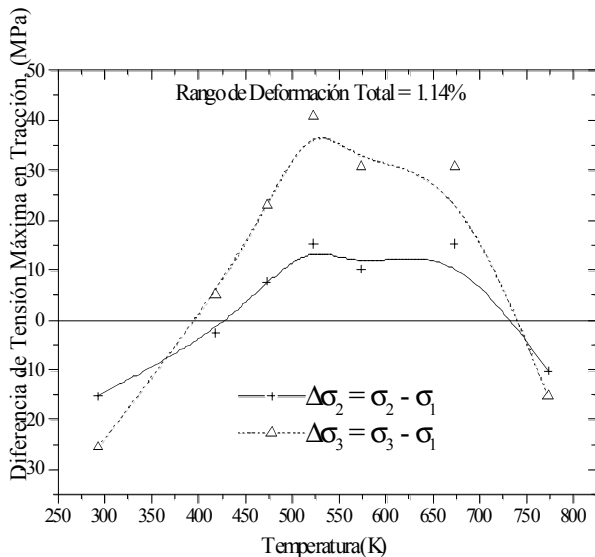


Fig. 4. Diferencia de tensión máxima *versus* la temperatura.

El examen por MET de las láminas correspondientes a los ensayos anteriores mostró que la subestructura de la austenita se caracteriza por enmarañamientos de dislocaciones (Fig. 5), no observándose cambios subestructurales discernibles a las diferentes temperaturas observadas. Por otro lado, se observó un sorprendente desarrollo subestructural en la fase ferrítica a 573K y 673K. La densidad de dislocaciones es relativamente alta, como muestra la Fig. 6, y asume una configuración de paredes en desarrollo, todavía poco definidas. Este intervalo de temperaturas en el que se produce el incremento en la densidad de dislocaciones, es precisamente aquél en el que las manifestaciones mecánicas de DSA son más notables. Este hecho está de acuerdo con resultados reportados en otros materiales [5,6]. Cuando operan procesos de DSA, los átomos de soluto impedirían el movimiento de las dislocaciones. Por lo tanto, a fin de mantener la deformación impuesta, se generan más dislocaciones. La baja actividad de dislocaciones en la fase austenítica, en comparación con la densa y desarrollada subestructura observada en la ferrita, tiende a sugerir un papel preponderante de esta última fase en los procesos de DSA. Con el fin de clarificar el papel desempeñado por cada fase en el rango donde se encontraron manifestaciones de DSA, se realizó la comparación del comportamiento cíclico del acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460 con los comportamientos de los inoxidables monofásicos, ferrítico AISI 430F y austenítico AISI 316 para un rango de deformación total de 0.57%. La Fig. 7 muestra el comportamiento cíclico de los tres aceros inoxidables considerados a 623K y 673K. De acuerdo con los presentes resultados se puede inferir que la tendencia cíclica del acero dúplex es más próxima a la del inoxidable ferrítico que a la correspondiente al austenítico. Tanto el acero dúplex como el ferrítico experimentan un pronunciado

endurecimiento cíclico en la primera parte de la vida a fatiga, el cual posteriormente cambia a un endurecimiento menos intenso hasta ruptura. Por otro lado, el acero inoxidable austenítico endurece cíclicamente hasta aproximadamente 100 ciclos y luego ablanda hasta la ruptura. Estos resultados ratificarían el protagonismo de la fase ferrítica en el rango de temperaturas en que el acero dúplex presenta el fenómeno de DSA.

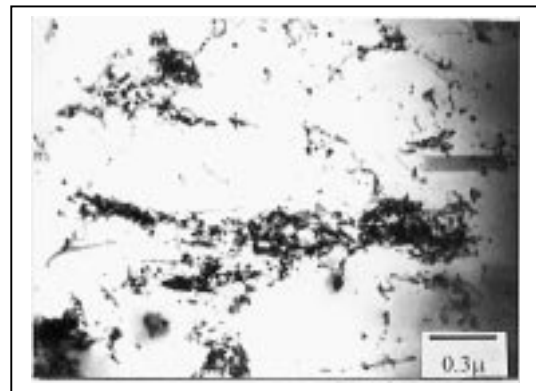


Fig. 5. Enmarañamiento de dislocaciones aislada en grano austenítico de la probeta ensayada a 673K

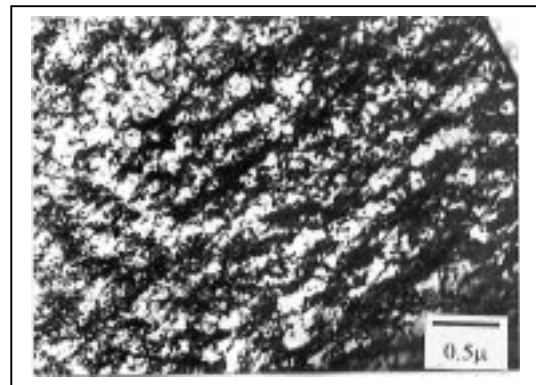


Fig. 6. Estructura de dislocaciones característica en un grano ferrítico de la probeta ensayada a 573K.

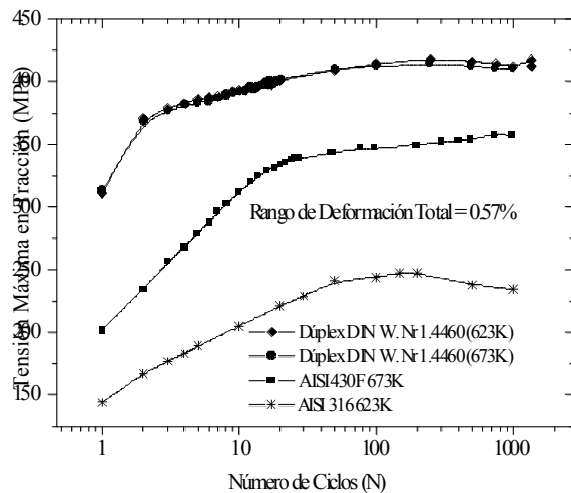


Fig. 7. Comparación del comportamiento cíclico de aceros inoxidables AISI 316, AISI 430F y DIN W. Nr 1.4460 a 623K y 673K.

Existe una gran variedad de parámetros que influyen las propiedades mecánicas de los aceros dúplex, dentro de los cuales la composición química es uno de los más relevantes. Se sabe que la composición química afecta a la fracción de volumen final de las fases constitutivas. En este sentido, la caracterización microestructural muestra que cuanto mayor es el contenido en nitrógeno mayor es la fracción de volumen de austenita. Más aún, la adición de nitrógeno induce un remarcable endurecimiento de la fase austenítica, mientras que el aumento en los contenidos en cromo y molibdeno producen endurecimiento en la fase ferrítica.

La Fig. 8 muestra la comparación del comportamiento cíclico entre dos aceros inoxidables dúplex con diferentes contenidos de nitrógeno a 673K y 748K para un rango de deformación total de 0.85%. A 673K ambos aceros muestran una tendencia a un fuerte endurecimiento cíclico, siendo más pronunciado en el acero con menor contenido en nitrógeno. A 748K, el acero inoxidable DIN W. Nr 1.4460 presenta un período de endurecimiento inicial y posteriormente éste ablanda hasta la fractura. En cambio el acero inoxidable superdúplex después de una etapa de endurecimiento cíclico corto, similar al del DIN W. Nr 1.4460, presenta un corto y leve período de ablandamiento que continúa con un endurecimiento secundario hasta la fractura.

Es importante destacar la similar tendencia cíclica entre ambos aceros a 673K, temperatura donde fueron reportadas manifestaciones de DSA en el acero inoxidable DIN W. Nr 1.4460. En este último acero la fase ferrítica parecía tomar un papel fundamental en el pronunciado endurecimiento cíclico. Es de prever que en el acero inoxidable superdúplex también esta fase sea la principal responsable del pronunciado endurecimiento cíclico. El menor porcentaje de la fase ferrítica en este último acero coincidiría con una menor

velocidad de endurecimiento cíclico si se compara con el acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460.

Por otra parte, es sabido que un mayor contenido en nitrógeno aumenta la dureza de la fase austenítica y promueve un deslizamiento de carácter más planar. De esta manera, la diferencia en las tendencias cíclicas, exhibidas después de una etapa de endurecimiento cíclico similar a 748K, podría deberse a la posibilidad que tiene la fase austenítica de soportar más deformación en el acero inoxidable dúplex DIN W. Nr 1.4460 que en el SAF 2507. Este hecho se basaría en que el 44% de fracción de volumen de fase ferrítica en el SAF 2507, aunque ya estaría fuera de la zona de DSA, no puede ablandar como el acero DIN W. Nr 1.4460 ya que debe soportar gran parte de la deformación plástica impuesta. Esta propuesta podría explicar el endurecimiento secundario encontrado en el acero inoxidable SAF 2507.

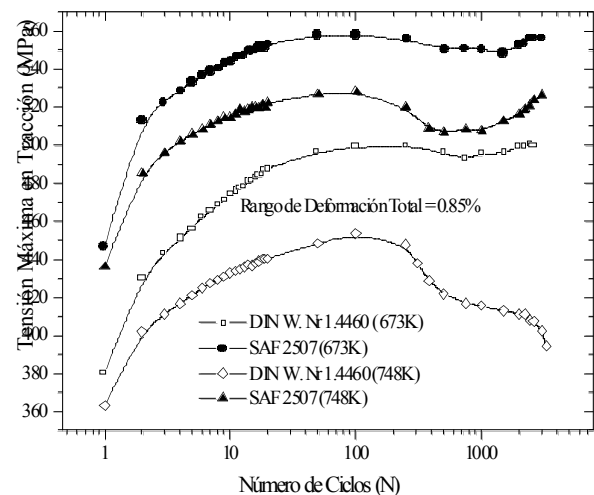


Fig. 8. Comparación del comportamiento cíclico de los aceros inoxidables dúplex DIN W. Nr 1.4460 y superdúplex SAF 2507 a 673K y 748K

4. CONCLUSIONES

De este estudio se pueden extraer las siguientes conclusiones respecto al comportamiento cíclico de los aceros inoxidables dúplex a temperaturas elevadas:

- El comportamiento cíclico del acero inoxidable dúplex DIN 1.4460 entre 473K y 773K muestra una gran dependencia con la temperatura.
- El pronunciado incremento en la velocidad de endurecimiento cíclico y la sensibilidad inversa con la velocidad de deformación observados en el acero dúplex aproximadamente en el mismo rango de temperaturas (423K – 723K) son considerados como típicas manifestaciones de envejecimiento dinámico por deformación (DSA).

- Las estructuras de dislocaciones observadas en la ferrita (paredes poco desarrolladas) en las probetas ensayadas a 573K y 673K son consistentes con la existencia de DSA en este rango de temperaturas.
- La fase ferrítica tiene un papel preponderante en la respuesta cíclica para el rango de temperaturas donde se reportan procesos de DSA. Este hecho se apoya también en un similar comportamiento cíclico entre el acero inoxidable DIN W. Nr 1.4460 y un acero monofásico ferrítico.
- La influencia del contenido en nitrógeno en los aceros dúplex no parece afectar significativamente al comportamiento cíclico en la zona donde se reportan manifestaciones de DSA.

5. AGRADECIMIENTOS

La colaboración entre el grupo argentino y el español autores de este trabajo ha sido posible gracias a la Acción Integrada ACI-2000-26.

El grupo español agradece la subvención del proyecto CICYT bajo contrato MAT99-0781. Agradecemos a J.M. Manero, del Servicio de Microscopía Electrónica del Dept. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica (U.P.C.) su asistencia técnica, y a la empresa Sandvik (Suecia) la donación del acero superdúplex estudiado.

El grupo argentino agradece la subvención del proyecto al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas CONICET- PIP N° 197/98 y a la Agencia Nacional de Promoción Científica Y Tecnológica – ANPCYT – PICT N° 12 – 03287.

6. REFERENCIAS

- [1] G. Sorell, "The role of chlorine in high temperature corrosion in waste-to-energy plants", *Materials at High Temperatures*, Vol 14, No 3, pp 137-150, (1997).
- [2] A. F. Armas, I. Alvarez- Armas, M Avalos, C. Petersen and R. Schmitt, "High Temperature Cyclic Stress – Strain Response of Structural Stainless Steels for Thermonuclear Fusion Reactors", *Fusion Technology 1996*, C. Varandas and F. Serra (Ed) Elsevier Science B.V., pp 1359–1362, (1997).
- [3] V. S. Srinivasan, R. Sandhya, M. Valsan, K. Bhanu Sankara Rao, S. Mannan and D. H. Sastry, "The influence of dynamic strain ageing on the stress response and strain-life relationship in low cycle fatigue of 316 (N) stainless steel", *Scripta Materialia*, Vol 37, No 10, pp 1593-1598, (1997).
- [4] A. F. Armas, O. R. Bettin, I. Alvarez- Armas and G. H. Rubiolo, "Strain aging effects on the cyclic behavior of austenitic stainless steels", *Journal of Nuclear Materials*, Vol 155- 157, pp 644-649, Elsevier Science Publishers, (1988).
- [5] A. F. Armas, M Avalos, J. Malarría, I. Alvarez –Armas and C. Petersen, "Anomalous cyclic behaviour of ferritic stainless steels" *Symp Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials*, Eds K-T Rie and P.D. Portella. Elsevier Science Ltd. (1998).
- [6] K. Bhanu Sankara Rao, M. G. Castelli and J. R.Ellis, "On the low cycle fatigue deformation of Hayness 188 superalloy in the dynamic strain aging regime", *Scripta Metallurgica and Materialia*, Vol 33, No 6, pp 1005-1012, (1995).