# PROPIEDADES MECÁNICAS A ALTA TEMPERATURA DE NUEVOS ACEROS INOXIDABLES ASUTENÍTICOS CON BAJO CONTENIDO DE Ni

*J.A. Jiménez[*1], M. Carsí[1], F. Peñalba[2], G. Frommeyer[3], y O.A. Ruano[1]*

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

*Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* 2009; **S1** (2): 793-798

# PROPIEDADES MECÁNICAS A ALTA TEMPERATURA DE NUEVOS ACEROS INOXIDABLES ASUTENÍTICOS CON BAJO CONTENIDO DE Ni

*J.A. Jiménez[*1], M. Carsí[1], F. Peñalba[2], G. Frommeyer[3], y O.A. Ruano[1]*

1:Dto. Metalurgia Física, CENIM (C.S.I.C.), Av. Gregorio del Amo 8, 28040 Madrid, España
2: Fundación INASMET, Mikeletegi Pasealekua, 2, 20009 San Sebastián, España
3: Max Plack Institut für Eisenforschung GMBH, Max Planck Straβe 1, 40237-Düsseldorf. Alemania

*E-mail: jimenez@cenim.csic.es*

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008

*Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento*

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

**Resumen**

Se han preparado tres aceros, austeníticos según el diagrama Schaeffler, basados en el sistema Fe-18Cr-15Mn-2Ni-2Mo-XN (porcentaje en peso), con X= 0.29, 0.35 y 0.43. Las aleaciones se prepararon por fusión y colada en un horno de inducción bajo atmósfera de argon, y se procesaron termomecánicamente mediante laminación en caliente y frío, y finalmente se recristalizaron a 1050ºC durante 15 minutos. Aunque en las tres aleaciones se encontró una microestructura de grano equiaxial, el espectro de difracción de rayos X mostró que sólo la aleación con 0.43 N es completamente austenítica. Para determinar si esta microestructura confiere a las aleaciones un comportamiento superplástico, se realizaron ensayos de tracción a rotura a velocidades de deformación comprendidas entre 4 x $10^{-4}$ y $10^{-2}$ $s^{-1}$ a 1000 y 1100ºC. De estos ensayos, se obtuvieron valores para el exponente de la tensión de 4.5 y alargamientos máximos a rotura inferiores al 65%, que sugieren que la deformación plástica está controlada por el movimiento de dislocaciones.

***Palabras Claves:*** *Aceros inoxidables austeníticos, Difracción de rayos X, Comportamiento mecánico a alta temperatura.*

**Abstract**

Three new steels, fully austenic according to the Schaeffler, have been studied. The alloys are based on the system (mass %) Fe-18Cr-15Mn-2Ni-2Mo-XN with X= 0.29, 0.35 y 0.43. They were prepared by induction-melting in an argon gas atmosphere, thermochanically processed by hot and cold rolling and then recrystallized at 1050ºC for 15 minutes. The final microstructure was equiaxed for the three steels. However, the X ray diffraction patterns showed that only the steel with 0.43 N is a single-phase austenitic steel. Tensile test to failure were conducted at 1000 and 1100ºC at strain rates ranging from entre 4 x 10-4 y 10-2 s-1 in order to determine the superplastic behavior of the allows. All materials showed stress exponents of about 4.5 and elongation to failure lower than 65%. These values suggest that deformation is controlled by a slip creep mechanism.

***Keywords****: Austenitic stainless steel, X-ray diffraction, High temperature mechanical behavior*

## 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables austeníticos de la serie 300 son materiales estructurales indispensables en numerosos sectores de la industria debido a que conjugan unas buenas características mecánicas con una gran resistencia a la corrosión y a la oxidación [1,2]. Como estos materiales son caros, siempre ha ha existido un enorme interés en obtener aceros con similares prestaciones pero de menor coste, por ejemplo mediante la sustitución parcial elementos aleantes de elevado precio, como el níquel. Además este elemento presenta una disponibilidad limitada, y a veces impredecible, al estar la mayor parte de las reservas mundiales de los mismos localizadas en zonas de conflicto. En la búsqueda de nuevos aceros inoxidables austeníticos con un bajo contenido en níquel, el manganeso se presenta como el elemento alternativo más indicado. Algunos de los aceros alternativos con un elevado contenido en Mn presentan elevada dureza, excelente conformabilidad y buena resistencia a la corrosión [3-5]. Sin embargo, como la capacidad del manganeso de estabilizar una estructura austenítica es bastante inferior a la del níquel, la

sustitución de níquel por manganeso tendrá que venir acompañada de la adición de elementos intersticiales como el carbono o el nitrógeno. Es decir, la combinación C-Mn ó N—Mn será quien extienda y estabilice el "bucle gamma" de manera que se pueda retener la estructura austenítica esencial para que el material obtenga las propiedades óptimas. En la mayoría de los aceros austeníticos se suele usar el nitrógeno ya que este elemento tiene un efecto endurecedor a baja temperatura muy superior, es mucho más soluble y mejora la resistencia a la corrosión por picaduras [3,6]. Los aceros inoxidables en los que se ha sustituido de forma total o parcial el Ni por manganeso y nitrógeno aparecen incluido en la serie 200 [7]

En el presente trabajo, se han preparado tres aceros, austeníticos según el diagrama Schaeffler [8], basados en el sistema Fe-18Cr-15Mn-2Ni-2Mo-XN (porcentaje en peso), con X= 0.29, 0.35 y 0.43. Tras realizarse un procesado termomecánico similar al que se aplica habitualmente a los aceros inoxidables de la serie 300, se ha analizado la microestructura y el comportamiento mecánico a alta temperatura. Se desea comprobar el comportamiento superplástico de las aleaciones.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se preparation tres de composición Fe-18Cr-15Mn-2Ni-2Mo-XN (porcentaje en peso), con X= 0.29, 0.35 y 0.43 por fusión en un horno de inducción bajo atmósfera de argón, y colada sobre un molde de cobre de 30 x 60 x 200 mm. A continuación se procedió a un procesado termomecánico de los lingotes resultantes, consistente en laminación a 1100ºC para producir chapas de 3 mm de espesor, seguido de laminación a temperatura ambiente hasta alcanzar 1.5 mm de espesor. Finalmente, se realizó un tratamiento de recristalización a 1050ºC durante 15 minutos. La caracterización de la microestructura presente se realizó mediante microscopía óptica y difracción de rayos X. El examen de la microestructura se realizó en el plano de laminación siguiendo un procedimiento convencional de preparación metalográfica. Tras embutir la probeta en baquelita, se sometió a un proceso de desbaste y pulido con pasta de diamante de granulometría decreciente, desde 9 hasta 1 μm. La secuencia de pulido se terminó usando sílice coloidal para conseguir una superficie libre de deformación. Para la observación de la estructura de granos se procedió al ataque de esta superficie con una solución de 100 ml HCl, 100 ml $H_2O$ y 10 ml $HNO_3$.

El espectro de difracción de rayos X se utilizó para identificar y cuantificar las fases presentes. Se utilizó un difractómetro Bruker AXS D8 Advance equipado con tubo de cobalto y espejo Goebel, que permite obtener simultáneamente un haz de rayos X paralelo y eliminar la radiación Kβ. Por otro lado, está ampliamente reconocido que el método Rietveld es una herramienta muy potente para el cálculo de fracciones de volumen de fases a partir de espectros de difracción medidos con un difractómetro con configuración Bragg-Brentano.

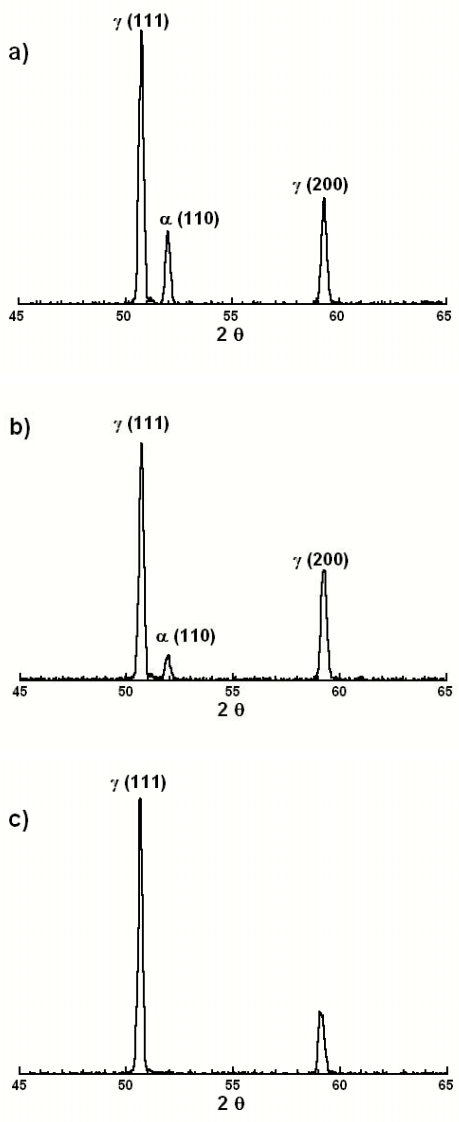



**Figura 1.** Espectros de difracción correspondientes a los aceros con a) 0.29, b) 0.35 y c) 0.43 N

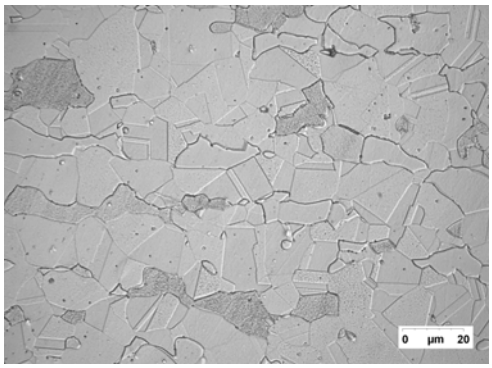
En este trabajo, se utilizó la versión 4.0 del programa TOPAS (Bruker AXS) para el ajuste de los perfiles de difracción. Como los espectros de difracción se obtuvieron con difractómetro que trabajan con haz paralelo es necesario tener en cuenta las particularidades que introduce esta configuración a la hora de aplicar el método Rietveld. Para ello se realizó una parametrización empírica de las funciones que dan cuenta de la contribución del equipo, a partir del análisis de la forma de los picos de difracción de una muestra patrón de corindón medida bajo las mismas condiciones.

Las propiedades mecánicas a alta temperatura se determinaron mediante ensayos de tracción a rotura a velocidades de deformación comprendidas entre 4 x $10^{-4}$ y $10^{-2}$ $s^{-1}$ a 1000 y 1100ºC. Se emplearon probetas planas con 5 mm de ancho y una longitud útil de 20 mm mecanizadas de modo que la dirección de tracción fuese paralela a la dirección de laminación. El cálculo de la deformación verdadera, tensión y velocidad de deformación se realizó considerando que, durante el ensayo, la deformación es uniforme.

## 3. RESULTADOS

### 3.1 Difracción de Rayos X

El espectro de difracción de rayos X muestra la presencia de ferrita y austenita en los aceros con 0.29 y 0.35%N, como se muestra en las Figs 1a y b. La fracción de volumen de ferrita que se obtuvo ajustando dichos espectros con el método Rietveld fue 23 y 12%, respectivamente. Por otro lado, la Fig 1c muestra la presencia sólo de los picos de difracción de la austenita.



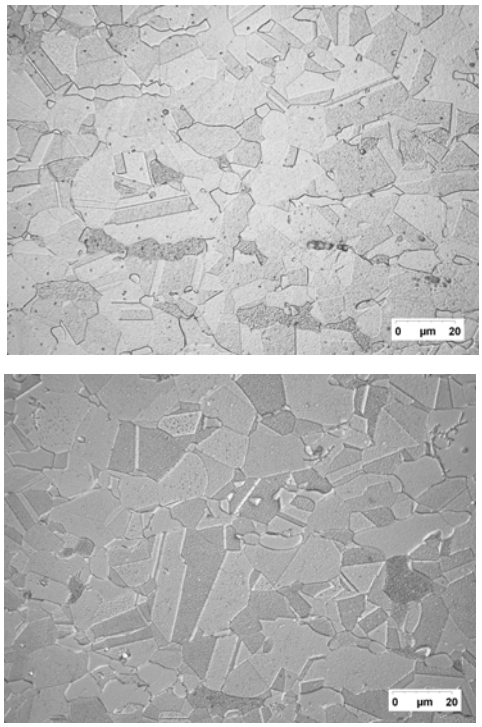




**Figura 2.** Microestructura presente en los aceros con a) 0.29, b) 0.35 y c) 0.43 N

### 3.2 Microestructura

El material de partida muestra una microestructura de granos equiaxiales, con un tamaño medio de unas 20 µm y con maclas de recristalización en su interior, tal como se presenta en la Fig. 2 a, b y c.

### 3.3 Propiedades mecánicas a alta temperatura

Se estudió el comportamiento mecánico de las aleaciones con 0.29 y 0.43N a 1000 y 1100ºC mediante ensayos de tracción a rotura a velocidades de deformación comprendidas entre 4 x $10^{-4}$ y $10^{-2}$ $s^{-1}$. En la Fig. 3 a y b se representan los datos de la velocidad de deformación real, $\dot{\varepsilon}$, en función de la tensión real, $\sigma$, obtenidos a partir de dichos ensayos. Como se puede apreciar en estas figuras, el exponente de la tensión alcanza un valor cercano a 4.5 en ambos casos.

Por otro lado, al analizar los resultados de los ensayos mecánicos de la Fig 3 según la ecuación potencial de la fluencia, se encontró un valor para la energía de activación de 170 y 270 kJ/mol, para el acero con 0.29 y 0.43 N, respectivamente. Estos valores son similares a los que hacen referencia en la literatura para aceros dúplex y austeníticos [8-9].

En la Tabla I se presentan los valores del alargamiento a rotura obtenido en los distintos ensayos realizados. De los valores que se muestran

en la tabla se dedujo que ninguna de las aleaciones presenta un comportamiento superplástico, siendo el alargamiento máximo a rotura encontrado de 64 y 45% para las aleaciones con 0.29 y 0.43 N, respectivamente.

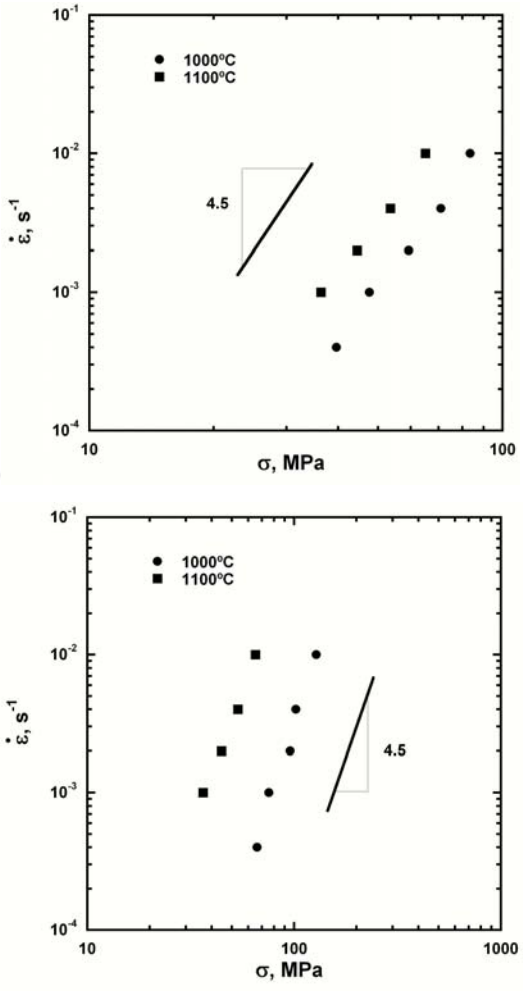



**Figura 3.** Velocidad de deformación en función de la tensión de fluencia para el acero con a) 0.29 y b) 0.43 N

## 4. DISCUSION

Se suele recurrir al diagrama de fases de Schaeffler para ajustar la composición química de un acero inoxidable en función de la distribución de fases que se desea obtener, a partir de los contenidos equivalentes de Ni y Cr ($Ni_{eq}$ y $Cr_{eq}$, respectivamente) [10]. En este diagrama se puede apreciar que si el acero presenta un contenido elevado de $Ni_{eq}$ y bajo de $Cr_{eq}$ se obtendrá un acero con una cantidad muy pequeña de ferrita δ. Como en este trabajo se desea desarrollar aceros inoxidables basado en el sistema Mn-Cr-N, los valores correspondientes de $Ni_{eq}$ y $Cr_{eq}$ se calcularon utilizando las fórmulas y el diagrama de

**Tabla 1.** Variación del alargamiento a rotura con la temperatura y la velocidad de deformación del ensayo.

| *Acero* | T | $\dot{\varepsilon}$, $s^{-1}$ | *Alargamiento, %* |
|---|---|---|---|
| 0.29N | 1000ºC | $4 \times 10^{-4}$ | 52 |
| | | $10^{-3}$ | 54 |
| | | $2 \times 10^{-3}$ | 48 |
| | | $4 \times 10^{-3}$ | 50 |
| | | $10^{-2}$ | 46 |
| | 1100ºC | $4 \times 10^{-4}$ | 64 |
| | | $10^{-3}$ | 59 |
| | | $2 \times 10^{-3}$ | 50 |
| | | $4 \times 10^{-3}$ | 47 |
| | | $10^{-2}$ | 48 |
| 0.43N | 1000ºC | $4 \times 10^{-4}$ | 45 |
| | | $10^{-3}$ | 43 |
| | | $2 \times 10^{-3}$ | 40 |
| | | $4 \times 10^{-3}$ | 40 |
| | | $10^{-2}$ | 38 |
| | 1100ºC | $4 \times 10^{-4}$ | 35 |
| | | $10^{-3}$ | 40 |
| | | $2 \times 10^{-3}$ | 40 |
| | | $4 \times 10^{-3}$ | 41 |
| | | $10^{-2}$ | 42 |

fases propuestos por Long and Delong [11]. De este análisis se dedujo que para las composiciones de los tres aceros estudiados la estructura resultante debería ser completamente austenítica. Sin embargo, tanto los espectros de difracción de rayos X como los diversos estudios metalográficos realizados muestran que sólo el acero con un contenido de nitrógeno del 0.43% es completamente austenítico. Se concluyo que las fomulas de Long and Delong no son aplicables a estos aceros. La no aplicabilidad del diagrama de Shaeffer a aceros con un elevado contenido de Mn y un bajo contenido en Ni ya había sido indicada en trabajos previos [12-14]. En ellos, se muestra que para un elevado contenido de Mn, los diagramas del tipo del de Shaeffer sobreestiman de manera sistemática el poder austenitizante tanto del Mn como del N. Para En estos casos, se encuentra que las fórmulas para el cálculo del $Ni_{eq}$ and $Cr_{eq}$ más apropiadas son las prouestas por Hull. Sin embargo, si se introducen en las fórmulas de Hull los valores de la composción química de los aceros

estudiados en este trabajo, se encuentra que también para el acero con 0.43%N debería de encontrarse una cierta cantidad de ferrita δ. Por ello, se llegó a la conclusión que en el diagrama de Hull, las líneas que delimitan la separación entre el campo de la austenita y los de las otras fases debería volver a ser ajustados si se desea aplicar a aceros con un elevado contenido de Mn, Cr y N y un bajo contenido en C.

En otros trabajos, se han obtenidos alargamientos ha rotura superiores al 100% en aceros inoxidables duplex en los que el tamaño de grano austenítico es similar e incluso superior al que presenta la aleación con 0.29%Ni [8-9]. Como esos aceros duplex no contienen nitrógeno en su composición, parece lógico asociar esta menor ductilidad a la presencia de elemento. Aunque la austenita constituye la fase continua en los aceros estudiados, existen varias diferencias entre ellos en cuanto el comportamiento mecánico a alta temperatura. El acero que contiene sólo austenita en su microestructura presenta para la misma temperatura y velocidad de deformación un mayor valor de tensión de fluencia y un menor alargamiento a rotura. Como además este acero presenta un valor muy superior de la energía de activación, se espera que presente una mayor resistencia a la deformación por fluencia.

Finalmente, como el valor de la energía de activación para la deformación plástica a alta temperatura es bastante próximo al valor que se obtiene en aceros de similar composición, y el valor de n es próximo a 5, se asoció la deformación plástica del material a un mecanismo de movimiento de dislocaciones controlado por la difusión a través de la red. Como la ferrita esta siempre presente en la frontera de grano austenítico, no suponen ningún obstáculo para el movimiento de las dislocaciones dentro de la fase continua. La disminución de resistencia que aportan las partículas de ferrita se asoció a la transferencia de carga que se produce desde la matriz austenítica. A elevada temperatura la ferrita es una fase menos resistente que la austenita, y por tanto se producirá una disminución del valor de la tensión de fluencia. Por otro lado, esta transferencia carga a las partículas de ferrita podría relajar una acumulación local de tensiones en la austenita, y de este modo aumentaría el alargamiento a rotura, como se observó en los ensayos mecánicos.

## 5. RESUMEN

a) Los aceros de partida presentan una microestructura de granos equiaxiales, con un tamaño medio de unas 20 μm y con maclas de recristalización. De ellos, sólo el acero con un 0.43% en peso de N presenta una estructura austenítica monofásica.

b) Aunque la austenita constituye la fase continua de todos los materiales ensayados a alta temperatura, se encuentra diferencias en el comportamiento mecánico asociadas a la contribución de la ferrita a la deformación del material.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de este trabajo por la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (Proyecto MAT2006-13348)

## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Truman JE, “Stainless steel” en Cahn RW, Haasen P, Kramer EJ (eds). *Materials Science and Technology: A comprehensive treatment, vol. 7 Constitution and Properties of Steels*, Weinheim (RFA): VCH Verlagsgesellschaft mbH; 1992. p. 527.

[2] Bhadeshia HKDH, Honeycomb R. Steels: Microstructure and Properties 3rd ed. Oxford (Inglaterra): Butterworth-Heinemann, 2006. p. 259.

[3] Simmons JW, *Mater Sci Eng A* 1996 ; **207**, 159-169.

[4] Hosoi Y, J. *Nucl. Mater* 1991; **179-181**, 143-147.

[5] Jiménez JA, Caruana G, Adeva P, Frommeyer G, *Steel Res.* 2002; **73**, 20-25.

[6] Werner E, *Mater. Sci. Eng. A*, 1988; **101**, 93-98

[7] Charles J, “The new 200 series: an alternative answer to Ni. Surcharge? Dream or nightmare?”En Proceedings del *Fifth European Stainless Steel Science and Market Congress 2005*, Sevilla (España), p.1-9

[8] Jiménez JA, Carreño F, Ruano OA, Carsí M, *Mater. Sci. Tech.* 1999; **15**, 127-131.

[9] Jiménez JA, Frommeyer G, Carsí M, Ruano OA, *Mater. Sci. Eng. A* 2001, **307** 134-142**.**

[10] Schaeffler AL, *Metal Progr*, 1949; **56**, 680-680B.

[11] Long CJ, DeLong WT, *Weld J*. 1973; **52**, 281-297

[12] Hull FC, *Welding J* 1973; **52**, 193-203

[13] Onozuka M, Saida T, Iría S, Kusuhashi M, Sato I, Hatakeyama T, *J Nucl Mat* 1998; **255**, 128-138.

[14] Takahashi H, Shindo Y, Kinoshita H, Shibayama T, Ishiyama S, Fukaya K, Eto M, Kusuhashi M, Hatakeyama T, Sato I, *J Nucl Mater* 1998, **258-263**, 1644-1650