

Influencia de la fase sigma en la laminación en frío de los aceros inoxidables dúplex

G. FARGAS, A. MATEO, M. ANGLADA
Dpto. Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica
Universitat Politècnica de Catalunya

Una de las etapas en el proceso de fabricación industrial de los aceros inoxidables dúplex laminados es el tratamiento térmico de recocido posterior a la laminación en caliente. Si dicho recocido se efectúa en un rango de temperaturas que favorezca la formación de fases intermetálicas, las propiedades mecánicas del material pueden modificarse notablemente. La presencia en la microestructura bifásica de dichos precipitados provoca efectos muy perjudiciales sobre la ductilidad y la tenacidad del material, pudiendo llegar a hacer inviable la posterior etapa de laminación en frío. En el presente trabajo se ha estudiado el efecto sobre el proceso de laminación en frío de la presencia de fase sigma en un acero dúplex tipo E.N. 1.4462. Para simular dicho proceso se han realizado ensayos de compresión sobre probetas con diferentes porcentajes de fase sigma aplicando reducciones de espesor similares a las desarrolladas en la industria. Las probetas ensayadas fueron estudiadas por microscopía óptica, MEB (microscopía electrónica de barrido) y por MET (microscopía electrónica de transmisión). Posteriormente se laminaron a escala de laboratorio algunos de los aceros tratados térmicamente con el fin de corroborar si ofrecían un comportamiento similar al de los ensayos de compresión. Los resultados obtenidos muestran que únicamente el recocido a 975°C durante 10 minutos permite obtener planchas libre de defectos.

Palabras claves: Aceros inoxidables dúplex, tratamiento térmico, laminación, fase sigma, compresión

Influence of the sigma phase in the cold rolling of duplex stainless steels

One of the steps in the industrial rolling process of duplex stainless steels is the annealing heat treatment after hot rolling. If this annealing is performed in a temperature range that favours the precipitation of intermetallic phases, the mechanical properties can be modified considerably. The formation of these precipitates has a detrimental effect on the DSS ductility and toughness, so it will be a drawback for further cold rolling. In the present investigation, the effect of the sigma phase during cold rolling of a duplex stainless steel type EN 1.4462 has been studied. To simulate this process, compression tests up to a thickness reduction similar to that performed at industrial level have been done. The testing samples were studied by optical microscopy, SEM (scanning electronic microscopy) and TEM (transmission electronic microscopy). Afterwards, some of the annealing conditions were selected in order to carry out cold rolling, using a laboratory scale machine, with the aim to observe if they offered a similar behaviour as that experienced in the compression tests. The results show that only the annealing condition at 975°C during 10 minutes allows to produce sheets without rolling defects.

Keywords: Duplex Stainless Steel, heat treatment, rolling, sigma phase, compression

1. INTRODUCCIÓN

El uso de los aceros inoxidables dúplex en la industria se ha expandido rápidamente durante los últimos años, de tal manera que ya representan el tercer tipo de aceros inoxidables con más demanda en el mercado (1). Su aplicación se ha incrementado notablemente en la industria química, del transporte, del gas y petróleo, y del papel. La aceptación que han recibido los aceros dúplex se debe a su elevada resistencia a la corrosión, junto con unas buenas propiedades mecánicas, lo que los hace especialmente indicados en situaciones de posible corrosión bajo tensión (1).

La aplicación más común de los aceros dúplex es como productos planos laminados, ya sean planchas, chapas o bandas. Aproximadamente el 95% de la producción mundial se obtiene según un mismo proceso industrial, en que el acero procedente de la colada continua, después de ser laminado en caliente para conseguir importantes reducciones de espesor, es sometido a un tratamiento térmico de recocido. Este último tratamiento se realiza con la finalidad de dejarlo en un estado adecuado para que en la posterior laminación en frío puedan conseguirse los espesores requeridos. El proceso finaliza con un recocido con el que se pretende obtener un acero con unas características

adaptadas a sus aplicaciones posteriores.

La importancia de la temperatura a la que se realizan los recocidos resulta evidente si se considera el diagrama tiempo-temperatura-precipitación TTP para este tipo de aceros (2). Así, una disminución de la temperatura de recocido puede implicar la formación y el crecimiento de precipitados y/o fases intermetálicas, los cuales provocan una alteración en las propiedades mecánicas del material. En la práctica industrial la fase sigma sigue siendo la que merece una mayor atención, ya que pequeños porcentajes de dicha fase conllevan importantes descensos en la ductilidad y tenacidad del acero (3-6), hecho que resulta ser un grave problema de cara a la etapa final de laminación en frío.

El objetivo principal de este trabajo es estudiar el efecto de la presencia de fase sigma cuando el acero dúplex se somete a un proceso de laminación en frío. Para ello, en primer lugar se ha simulado mediante ensayos de compresión como el acero, con distintos porcentaje de fase sigma, se comporta frente a reducciones de espesor similares a las realizadas en la práctica industrial. Posteriormente, se han comparado los resultados obtenidos con planchas de acero laminadas a escala de laboratorio.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El acero dúplex estudiado corresponde a la designación E.N. 1.4462, que es el tipo más ampliamente utilizado. Su composición química se muestra en la Tabla I. El acero fue suministrado en forma de planchas de 6 mm de espesor procedentes del proceso industrial de laminación en caliente realizado por la empresa ALZ (Bélgica). Su microestructura, mostrada en la figura 1, presenta porcentajes similares de ambas fases, austenita y ferrita, claramente alineados en la dirección de laminación. La sección longitudinal muestra una estructura plano lineal de bandas alternadas de ferrita y austenita cuyo espesor se sitúa en torno a 5 μm , mientras que en la sección transversal se combinan elipsoides de ambas fases, siendo los granos austeníticos los que poseen una forma más alargada. En el plano de laminación los bloques de ferrita y austenita son más gruesos y se encuentran, al igual que en las otras dos secciones, orientados respecto a la dirección de laminación.

TABLA I. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO DÚPLEX E.N. 1.4462

C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	N
0.023	1.55	0.026	0.006	0.45	22.62	5.92	3.02	0.10	0.158

Tras la laminación en caliente, el proceso industrial conlleva un recocido a temperaturas en torno a 1050°C durante tiempos de 15 minutos. En esas condiciones se evita la formación de fases intermetálicas. En este estudio se ha disminuido la temperatura del recocido precisamente para provocar la precipitación de las citadas fases y evaluar su efecto. Se han investigado doce condiciones, correspondientes a temperaturas entre 850 y 975°C, y tiempos de mantenimiento isotérmico de 10 y 20 minutos. Para cada una de ellas se cortaron muestras, las cuales se pulieron con alúmina con diferentes tamaños de partícula hasta 1 μm y se atacaron químicamente. La única fase intermetálica detectada fue la fase sigma, cuyo porcentaje para cada condición se cuantificó mediante técnicas de análisis de imagen, obteniéndose los valores representados en la figura 2.

Los ensayos de compresión se realizaron a una velocidad de desplazamiento constante de 0.5 mm/min hasta conseguir una disminución del espesor final del 67%, similar a la reducción que se obtiene a escala industrial. Las dimensiones de las probetas fueron de 4 mm de diámetro x 6 mm de alto. Las probetas ensayadas se observaron mediante microscopía óptica, MEB (microscopía electrónica de barrido) y MET (microscopía electrónica de transmisión). Para este último caso, se cortaron discos de espesor inferior a 200 μm y se pulieron mecánicamente hasta 70 μm . Las láminas finas obtenidas se perforaron por pulido electroquímico con una solución al 5% vol. de ácido perclórico en etanol a una temperatura inferior a -4°C. Las observaciones se llevaron a cabo en un equipo JEOL 1220EXII operando a 120 KV.

Por otra parte, la laminación en frío para pasar de planchas de 6 a 2 mm, reducción del 67%, se planificó de manera que guardara una gran similitud con el proceso de laminación industrial, el cual consta de nueve pasadas con porcentajes de reducción indicados en la Tabla II.

TABLA II. NÚMERO DE PASADAS Y PORCENTAJE DE REDUCCIÓN PARA CADA UNA DE ELLAS PLANIFICADAS PARA LAMINAR EN FRÍO A ESCALA DE LABORATORIO A PARTIR DE UNA PLANCHA DE 6 MM DE ESPESOR.

Número pasadas	1	2	3	4	5	6	7	8	9
%Reducción	19	17	15	13	11	9	7.5	6	4.5
Espesor de plancha	4.86	4.03	3.41	2.96	2.62	2.37	2.19	2.05	1.96

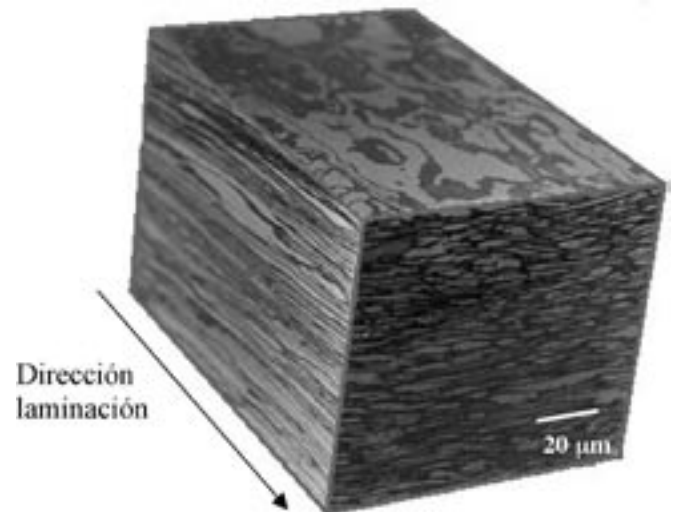


Figura 1. Micrografía óptica del acero dúplex E.N. 1.4462 laminado en caliente.

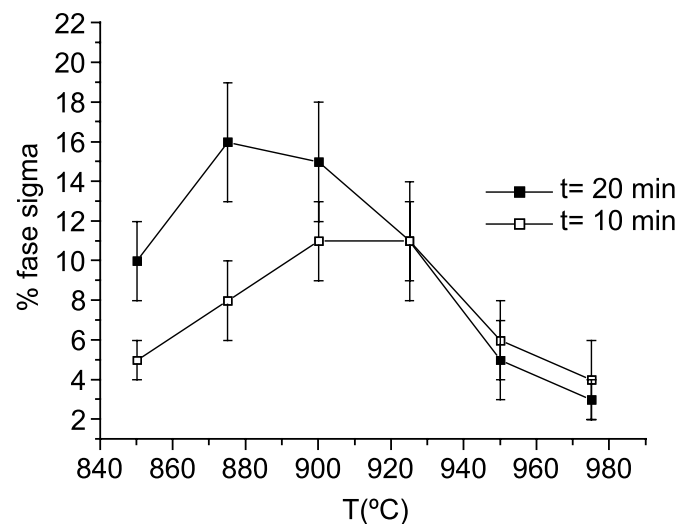


Figura 2. Porcentaje de fase sigma precipitada entre 875-975°C durante 10 y 20 minutos.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 3 se muestran los diagramas esfuerzo-deformación correspondientes a los ensayos de compresión realizados para probetas tratadas térmicamente entre 875-975°C durante 10 y 20 minutos, comparándolas en cada caso con las curvas obtenidas para el acero laminado en caliente sin recocido posterior y también con el recocido a 1050°C, valor utilizado en el proceso industrial.

Como puede observarse, el porcentaje de fase sigma presente en la microestructura influye directamente sobre los esfuerzos necesarios para conseguir una misma deformación. Así, para aquellas probetas con una pequeña cantidad de fase sigma, como es el caso de los tratamientos a 950 y 975°C durante 10 y 20 minutos, los esfuerzos son menores y se aproximan a los requeridos por el acero con recocido industrial. No obstante, cabe resaltar que para el caso de tratamientos de 850°C la cantidad de fase sigma es inferior a la existente para 875 y 900°C, aunque las curvas esfuerzo-deformación son muy similares. Este hecho puede justificarse si se considera que a menores temperaturas y tiempos de recocido, el grado de ablandamiento estático alcanzado es menor y por consiguiente su capacidad de deformación durante el ensayo de compresión será más limitada.

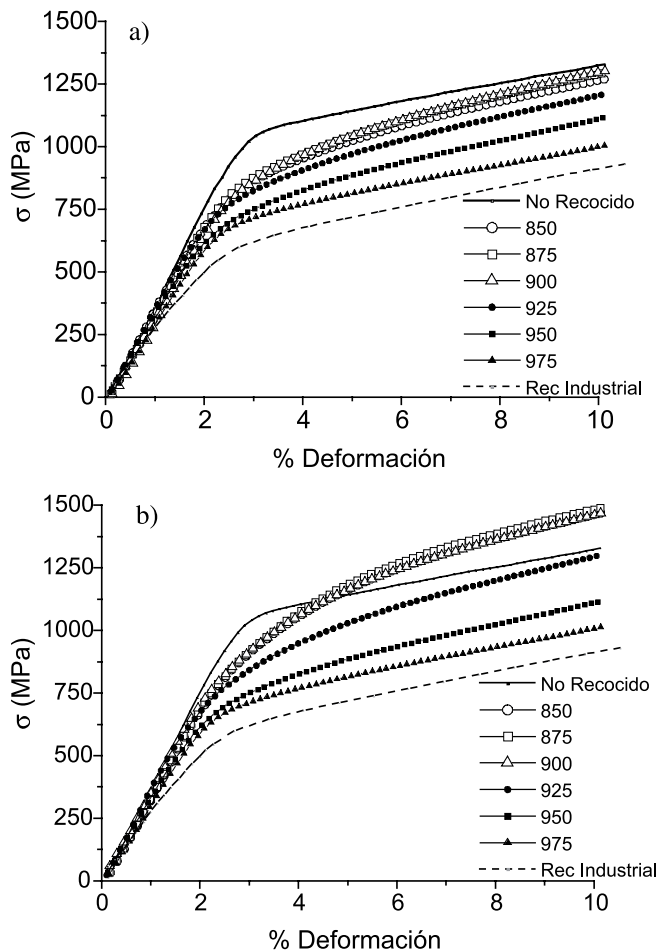


Figura 3. Curvas esfuerzo-deformación convencional para diferentes condiciones de recocido. a) Tratamiento de 10 minutos, b) Tratamiento de 20 minutos.

El aspecto macroscópico que presentan las probetas ensayadas refleja también, de forma evidente, el efecto perjudicial de la fase sigma sobre la deformación del acero dúplex. En la figura 4 puede observarse a simple vista la gran fragilización del acero para tratamientos de 20 minutos entre 850-900°C. Las mayores grietas transcurren siguiendo los conocidos “conos de compresión” haciendo evidente la poca capacidad del acero para acomodar la deformación plástica. Por otra parte, a 950 y 975°C durante 10 minutos, tan sólo son visibles las grietas si se utiliza MEB, siendo casi inapreciables en el último caso.

Durante el proceso de laminación en frío ambas fases, austenita y ferrita, desarrollan mecanismos de deformación distintos (7-9), que a su vez se pueden ver afectados por la presencia de la fase sigma, la cual debido a su gran dureza apenas es capaz de absorber deformación plástica. En las imágenes de la figura 5, obtenidas por MET, se refleja como en la fase austenítica, con estructura FCC y una baja energía de defecto de apilamiento, se favorece la formación de fallas de apilamiento durante el trabajo en frío. Mientras que por el contrario la fase ferrítica, con estructura BCC y alta energía de defecto de apilamiento, el mecanismo que se desarrolla es la formación de estructuras de carácter celular.

Una vez realizados los ensayos de compresión se seleccionaron aquellas condiciones de temperatura y tiempo de recocido que habían mostrado una menor fragilización (850°C-10 minutos, 875°C-10 minutos, 975°C-20 minutos y el recocido industrial), con el fin de estudiar si el acero presentaba el mismo comportamiento durante el proceso de laminación en frío.

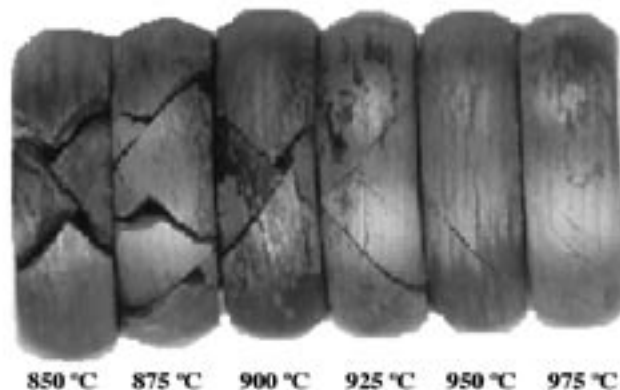


Figura 4. Aspecto de las probetas tratadas entre 850-975°C durante 20 minutos y posteriormente ensayadas a compresión.

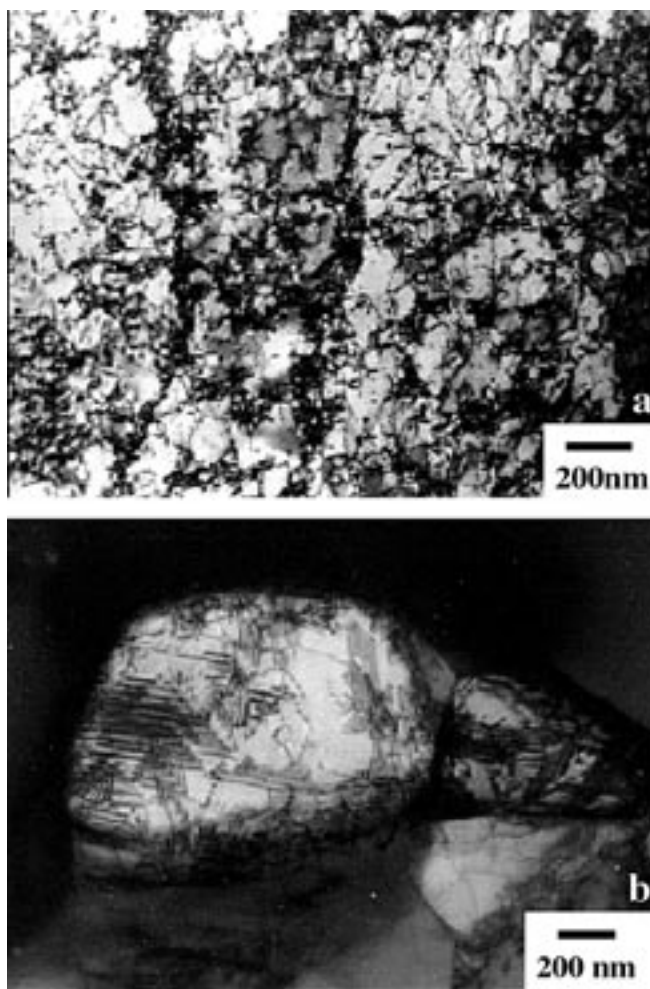


Figura 5. Micrografías de MET del acero recocido a 975°C y sometido a 12% de reducción de espesor. a) Fase ferrítica, b) Fase austenítica.

Siguiendo con el procedimiento mencionado en la tabla II, todas las planchas se laminaron en frío sin evidenciar problemas hasta alcanzar una reducción del 33%. Sin embargo, en las últimas pasadas, algunas de las planchas tratadas a 975°C durante 20 minutos empezaron a desarrollar grietas longitudinales conocidas como “alligatoring fracture”, como se ilustra en la Figura 6.

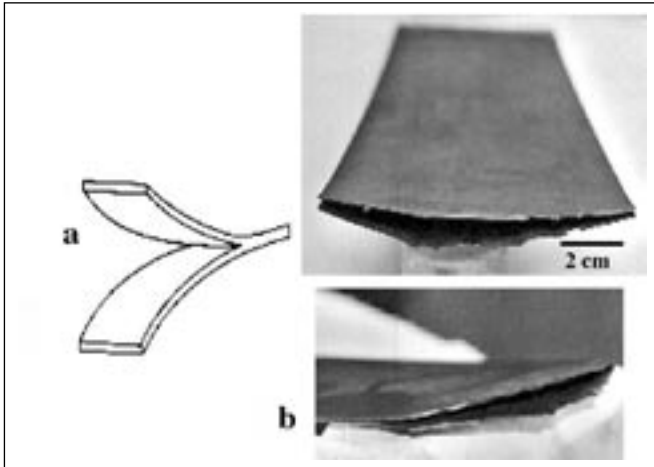


Figura 6. Grietas longitudinales o "alligatoring fracture". a) Representación esquemática b) Aspecto de las planchas obtenidas por laminación en frío del acero tratado a 975°C durante 20 minutos.

Para conseguir que el acero con recocido industrial disminuyera su espesor hasta llegar a los 2 mm el plan de laminación tuvo que ser modificado, siendo necesarias 20 pasadas, es decir, una reducción de espesor de 0.2 mm en cada paso. Para las probetas tratadas a 950 y 975°C durante 10 minutos fueron necesarias un total de 30 pasadas, puesto que la potencia del equipo sólo permitió reducciones de 0.1 mm por paso. Cabe resaltar que en las planchas tratadas a 950°C aparecieron frecuentemente grietas en los bordes (Figura 7), mientras que para el recocido de 975°C-10 minutos estos defectos no se observaron, debido a que esta condición presenta una cantidad de fase sigma ligeramente inferior.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado como la presencia de una fase intermetálica, la fase sigma, influye en la laminación en frío de los aceros dúplex. Para ello se han realizado ensayos de compresión simulando las reducciones que se llevan a cabo en el proceso industrial y se ha comparado dicho comportamiento con el que presentan los mismos aceros durante la laminación en frío a escala de laboratorio, observándose que:

La concentración de la fase sigma presente en la matriz bifásica influye directamente sobre la capacidad de deformación del acero, siendo necesarios esfuerzos mayores para lograr una determinada reducción del espesor a medida que el porcentaje de fase sigma aumenta. No obstante, cabe resaltar que para recocidos de 850°C durante 10 y 20 minutos, donde el porcentaje de fase sigma es bajo, los esfuerzos continúan siendo elevados debido al menor grado de ablandamiento estático alcanzado durante dicho tratamiento térmico.

Las pruebas de laminación en frío que se efectuaron para las condiciones de recocido que habían mostrado un mejor comportamiento a compresión, evidenciaron notables defectos durante el proceso de laminación en frío, excepto para el acero tratado a 975°C durante 10 minutos.

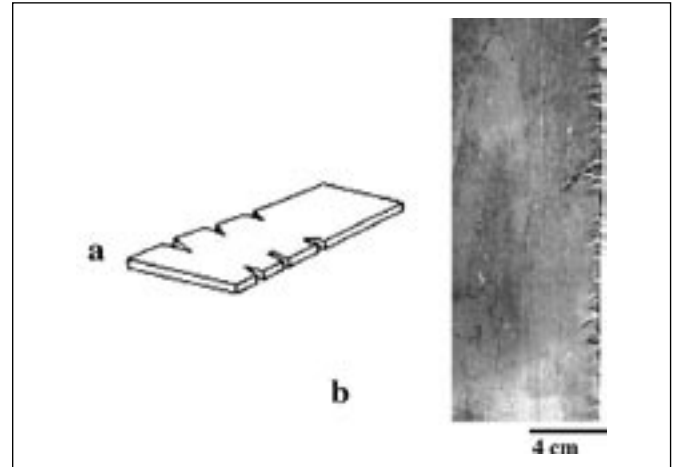


Figura 7. Grietas laterales. a) Representación esquemática, b) Aspecto de las planchas obtenidas por laminación en frío del acero tratado a 950 °C durante 10 minutos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de este trabajo por la CICYT (Proyecto MAT99-0781), así como la ayuda financiera del Departament d'Universitats, Recerca i Societat de la Informació de la Generalitat de Catalunya (ACI). También desean hacer constar su agradecimiento a N. Akdut (OCAS, Bélgica) por el suministro del material, a N. Cabañes (Univ. Ghent, Bélgica) por su colaboración en las pruebas de laminación, y a M. Marsal y J.M. Manero del CMEM-UPC por su asistencia técnica en los estudios por microscopía electrónica.

BIBLIOGRAFÍA

1. K. Johansson. «Duplex stainless steels: past, present and future. proceedings Conference 6th World Duplex 2000», Ed. AIM, Venezia, 13-28, 2000.
2. R. Gunn. «Dúplex Stainless steels. microstructure, properties and applications». Abington Publishing, England, 1997.
3. N. Lopez, M. Cid y M. Puiggali. «Influence of σ -phase on mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steels», Corrosion Science, 41, 1615-1631, 1999.
4. J.-O. Nilsson, P. Kangas, T. Karlsson, y A. Wilson. «Mechanical properties, microstructural stability and kinetics of σ -phase formation in 29Cr-6Ni-2Mo-0.38N superduplex stainless steel», Metallurgical and Materials Transactions, 31, 35-45, 2000.
5. J. Li, T.Wu y Y. Riquier. « σ phase precipitation and its effect on the mechanical properties of a superduplex stainless steels», Materials Science and Engineering, 174A, 149-156, 1994.
6. Y. Maehara, Y. Ohmori, J. Murayana, N. Fujino y T. Kunitake. «Effects of alloying elements on σ phase precipitation in δ - γ duplex phase steels», Metal Science, 17, 541-547, 1983.
7. M. Blicharski. «Recrystallization of ferrite-austenite stainless steel», Metal Science, 18, 99-102, 1984.
8. W. Reick, M. Pohl y A.F. Padhila, «Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel», ISIJ International, 38, 567-571, 1998
9. J. Johansson, M. Odén y X. H. Zeng, «Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading», Acta Mater, 47,9, 2669-2684, 1999.

Recibido: 1.2.03

Aceptado: 30.11.03