

Evolución de las características de dureza del acero AISI 304 con el tratamiento térmico

A. López*, A. Álvarez de Sotomayor** y E.J. Herrera***

Resumen Se ha estudiado la evolución que experimenta la microestructura y las propiedades mecánicas (dureza) de un acero inoxidable austenítico AISI 304 de calidad comercial, cuando se somete a tratamientos térmicos tras una deformación en frío, por laminación, del 50%. En tratamientos isócronos, de una hora de duración, la recrystalización del acero y su ablandamiento comienza a los 650 °C, completándose alrededor de los 825 °C. Entre 650 y 900 °C, se produce un crecimiento de grano recrystalizado cuyo tamaño no alcanza el del grano original hasta los 925 °C, aproximadamente. A mayores temperaturas, hasta 1.200 °C, tiene lugar un manifiesto crecimiento del grano austenítico con un ligero descenso en los valores de dureza. El comportamiento del acero laminado y tratado se ha comparado con el de muestras calentadas, en las mismas condiciones, pero sin deformación previa en frío.

Palabras clave Acero inoxidable austenítico. Endurecimiento por deformación. Recrystalización. Crecimiento de grano.

Hardness evolution on annealing in AISI 304 stainless steel

Abstract The evolution of the microstructure and hardness of commercial AISI 304 stainless-steel samples with the heat treatment has been studied. Steel specimens in the as-received condition, and after 50% cold rolling, were soaked for 1 hour at various temperatures between 650 and 1200 °C. Samples, maintain their grain size and hardness until about 900 °C; thereafter, size increases with temperature, while hardness lightly diminishes. Recrystalization of cold-rolled specimens begins at 650 °C, and finishes around 850 °C. Recrystalized grain-size reaches the value found in the as received material after the treatment at 900 °C. For high her annealing temperatures both grain growth and hardness decrease following the same trent in cold-worked and non-deformed materials.

Keywords Austenitic stainless steel. Strain hardening. Recrystalization. Grain growth.

1. INTRODUCCIÓN

La deformación en frío provoca una serie de cambios en las propiedades de los metales, entre los que destaca su endurecimiento, que pueden ser modificadas, posteriormente, por medio de tratamientos térmicos. El control de las propiedades sensibles a la estructura es uno de los campos de mayor interés en pro de ofrecer a la industria materiales con mejores prestaciones mecánicas y, en general, tecnológicas.

Los aceros inoxidables austeníticos presentan una gran capacidad de endurecimiento por deformación. Estos aceros pueden usarse en estado de acritud (deformación en frío) porque conservan una considerable ductilidad y tenacidad en esas condiciones^[1]. La alta capacidad de endurecimiento por deformación de los aceros inoxidables austeníticos se ha relacionado con el carácter metaestable de la austenita, que puede transformarse en martensita por deformación en frío^[1]. Sin embargo, incluso austenitas estables pueden producir un

(*) Escuela Politécnica Superior, Avenida de Madrid, 35, 23071 Jaén (España).

(**) Escuela Politécnica Superior, Avenida Menéndez Pidal, s/n, 14004 Córdoba (España).

(***) Escuela Superior de Ingenieros, Camino de los Descubrimientos, s/n, 41092 Sevilla (España).

alto grado de endurecimiento por deformación en frío^[2], debido a su baja energía de defectos de empaquetamiento (*stacking fault energy*), por ejemplo, del orden de 30 mJ/m². Una baja energía de defectos de empaquetamiento favorece la formación de dislocaciones extendidas y, de esta manera, un incremento de la dureza alcanzada para un mismo grado de deformación^[3].

La presencia de defectos de empaquetamiento afecta también a los fenómenos de recuperación y recristalización de los materiales metálicos; así, para que ocurra la escalada (*climbing*), que es de gran interés en el proceso de poligonización, las dislocaciones parciales deben reagruparse, lo cual será difícil si la cinta de defectos de empaquetamiento es ancha, es decir, si la energía de defectos de empaquetamiento es baja.

En el presente trabajo, utilizando una chapa comercial de acero inoxidable austenítico AISI 304, se ha estudiado la evolución de la microestructura y la dureza de muestras laminadas en frío en un 50 % y en estado de hipertemple, tras someterlas a tratamientos térmicos a temperaturas comprendidas entre 650 y 1.200 °C.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Se partió de chapa comercial de acero inoxidable austenítico AISI 304, de 3 mm de espesor y acabado 2B, suministrada por Acerinox, S.A. La composición química del acero, en porcentajes en peso, está reflejada en la tabla I.

Se realizaron deformaciones a la temperatura ambiente, en un grado del 50 % de reducción de espesor, con una laminadora de laboratorio. Así mismo, se efectuaron tratamientos térmicos isócronos de una hora, a temperaturas comprendidas entre 650 y 1.200 °C, de 50 en 50 grados de intervalo, tanto de las muestras en estado de recepción como de las laminadas en frío en un 50 %. Los tratamientos hasta 900 °C se hicieron en un horno de crisol cilíndrico con baño de plomo, siendo seguidos por enfriamiento al aire. A temperaturas de 950 °C y superiores, los recocidos se llevaron a cabo en horno tubular, bajo flujo de helio o argón, de alta pureza, seguidos de enfriamiento en agua.

Para el examen metalográfico, las muestras, una vez pulidas mecánicamente, se atacaron por vía electrolítica^[4], con una disolución acuosa de ácido nítrico al 60 % en volumen, empleando una tensión de 3 a 5 V, y una densidad de corriente de 0,1 A/cm², durante 10-15 s (Método de Bell & Sonnon). Este método permite, en general, destacar el límite de grano sin que resalten las maclas. Eventualmente, para poner de manifiesto la presencia o ausencia de carburos, se utilizó el ataque electrolítico con ácido oxálico, según la Práctica A de ASTM A262^[5]. Así mismo, la revelación de la estructura de deformación de las muestras laminadas en frío, se realizó por ataque con una disolución de cloruro férrico ácido (10 g de FeCl₃ + 30 ml de HCl + 120 ml de H₂O). Tras el ataque, las muestras fueron observadas en un microscopio metalográfico Epiphot, de Nikon. La determinación del tamaño de grano se hizo por análisis de imagen cuantitativo por ordenador o, eventualmente, por el método clásico de interceptación lineal^[6]. Este último método se empleó en los casos de granos anisotrópicos o de granos de reciente recristalización.

Por otra parte, el seguimiento de la dureza se llevó a cabo sobre muestras pulidas o atacadas, empleando un durómetro digital Vickers, con carga de 1 kg. Cada valor de dureza es la media de 15 mediciones. La presencia de martensita se midió con un ferritómetro, marca Institut Dr. Förster, modelo 1-053.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1 recoge, en forma tabular y gráfica, los resultados de las medidas de dureza.

Llama la atención, en primer lugar, el fuerte incremento de dureza, más del doble, ocasionado por la laminación en frío. A este respecto, la muestra laminada presenta, además del típico alargamiento de granos en el sentido del trabajo, numerosas líneas o bandas paralelas de deformación que, en ocasiones, forman dos conjuntos que se entrecruzan en el interior de los granos (Fig. 2). Además, si bien no se detecta metalográficamente con los reactivos empleados, la deformación produce

Tabla I. Composición de acero inoxidable austenítico AISI 304 (% en peso)

Table I. Composition of the austenitic stainless steel AISI 304 (weight %)

C	N	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	Mo	Sn	Cu
0,05	0,0562	18,3	8,16	0,33	1,34	0,032	0,002	0,32	0,016	0,33

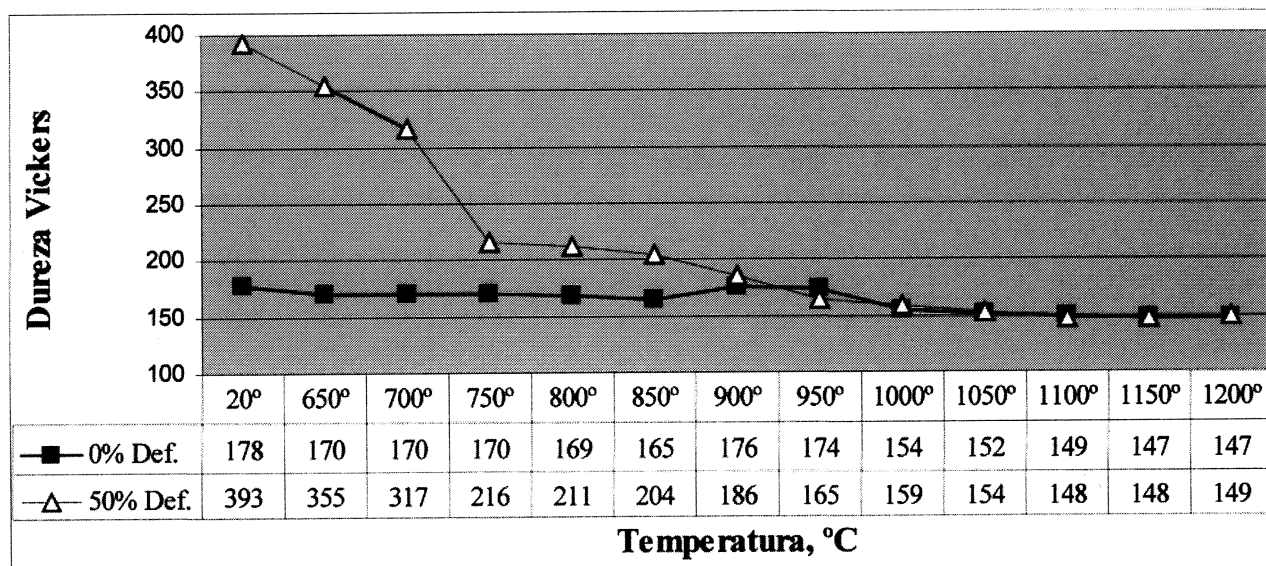


Figura 1. Variación de la dureza de las muestras, originalmente en estado de hipertempe (0 % Def.) o de laminación (50 % Def.) con la temperatura de tratamiento.

Figure 1. Hardness evolution on samples, originally in the solution-annealed (0 % Def.) or cold-rolled (50 % Def.) condition with thermal treatment.



Figura 2. Muestra deformada en frío por laminación del 50 %, mostrando las típicas bandas de deformación. (Imagen por contraste diferencial de fases, Nomarski).

Figure 2. 50 % cold-rolled specimen showing typical deformation band (Nomarski interference-contrast, illumination).

martensita mecánica o de deformación^[7]. Esta martensita se pone de manifiesto por medidas magnéticas, realizadas con el ferritómetro. En la tabla II se recogen, en forma de porcentajes de ferrita delta (δ), las cantidades de martensita originadas por la deformación plástica, así como su evolución tras calentamiento entre 650 y 900 °C. En la tabla I, puede contemplarse que la laminación en frío origina un 20% de martensita, la cual disminuye bruscamente hasta el 1,7 % al calentar a 650 °C, y desaparece por calentamiento a 800 °C.

El porcentaje residual de 0,1 % corresponde al contenido de ferrita δ en la muestra original. Hay que hacer notar que, a pesar de que el contenido de martensita a 650 °C ha desaparecido en su mayor parte (sólo resta un 1,75 %), sin embargo, la dureza del acero es aún muy alta, ya que sólo ha disminuido un 10 % del valor en su condición de deformación en frío. A este respecto, debe

Tabla II. Evolución del contenido de martensita (% M) del acero AISI 304, en los estados original (0 % Def.) de laminación (50 % Def.), con el tratamiento a distintas temperaturas

Table II. Martensite content (% M) of AISI 304 steel, in the as-received (0 % Def.) or cold-rolled (50 % Def.) conditions, after treatment at different temperatures

Estado	0 % Def.	50 % Def.	650 °C	700 °C	750 °C	800 °C	850 °C	900 °C
% M	0,1	20	1,75	0,55	0,15	0,1	0,1	0,1

recordarse que la dureza intrínseca de la martensita debe ser muy pequeña, dado el bajo contenido de carbono del acero (0,05 % C).

A 650 °C existe ya un esbozo de recrystalización, según se comprueba metalográficamente (Fig. 3a) con la aparición de pequeñísimos granos globulares de tamaño medio 0,6 μm (índice ASTM G= 18), que no llegan a suponer ni el 2 % de la superficie examinada. La nucleación tiene lugar, preferentemente, sobre las bandas de deformación y, ocasionalmente, en límites de grano. Aunque la recrystalización está en fase de inicio, en estos materiales^[2] coexisten, simultáneamente, las tres etapas de deformación en frío, recuperación y recrystalización. Esto explica el alto valor de dureza mantenido por la muestra a 650 °C. Incluso a 700 °C, como puede observarse en la figura 3(b), existen claros testimonios, en forma de bandas de de-

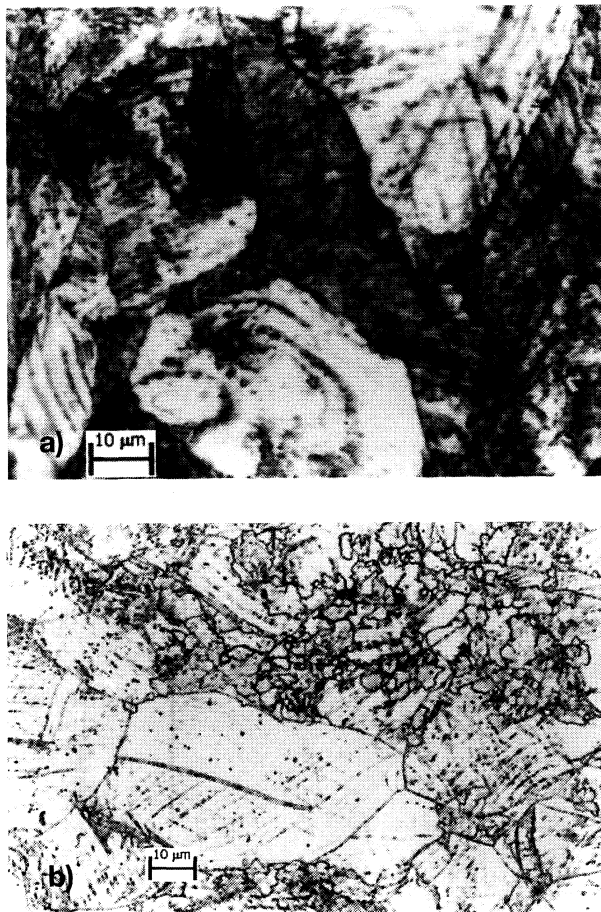


Figura 3. a) Primeros granos recrystalizados (glóbulos) en una matriz deformada de acero 304 laminado un 50 % y recocido a 650 °C. b) Avance de la recrystalización tras recocer a 700 °C.

Figure 3. First recrystallized grains (globules) in a deformed matrix of 304 steel, 50 % cold-rolled and annealed at 650 °C. b) Progress of recrystallization after annealing at 700 °C.

formación, de que el material aún posee una importante fracción de acritud. Esto también se refleja en los valores de dureza (Fig. 1). En realidad, la recrystalización no se completa hasta alrededor de 825 °C.

Entre 750 y 900 °C, la dureza del acero deformado y tratado térmicamente continúa siendo algo superior a la de las muestras simplemente tratadas térmicamente (Fig. 1), igualándose sus valores a, aproximadamente, 925 °C. La mayor dureza relativa del acero deformado y tratado en este rango de temperaturas (750 a 900 °C) puede achacarse a una combinación de efectos, a saber: a) la recrystalización no se completa hasta los 825 °C, aproximadamente, luego, la muestra originalmente deformada conserva, hasta esa temperatura, restos de acritud; b) entre 650 °C, en que se inicia la recrystalización, y 900 °C, el tamaño medio de grano de las muestras deformadas y tratadas es menor, ya que el tamaño del grano que ha recrystalizado es claramente menor que el del grano original que permanece, sin embargo, constante en la muestra simplemente tratada, como puede verse en la figura 4, y, finalmente, c) la precipitación de carburos $M_{23}C_6$ ^[8-10], claramente ostensibles entre 650 y 900 °C, tiene lugar, exclusivamente, en los límites de grano en las muestras sin deformar, mientras que, en las deformadas previamente, la precipitación ocurre tanto en los límites de grano como en el interior de los mismos, en concreto, en las bandas de deformación.

Considerando de nuevo la figura 4, puede observarse el distinto comportamiento del tamaño de grano de las muestras previamente deformadas y sin deformar, respectivamente. En las muestras sin deformar, el tamaño de grano permanece, prácticamente, constante con el calentamiento hasta los 900 °C, creciendo a temperaturas superiores, debido, básicamente, a la disolución de los carburos. Sin embargo, en las muestras deformadas, el nuevo grano recrystalizado a 650 °C (de índice ASTM, G = 18) crece rápidamente con el aumento de temperatura, en el intervalo entre 650 y 900 °C. Esta diferencia en la velocidad de crecimiento de grano entre ambos tipos de muestras puede explicarse, parcialmente, por la distinta distribución de carburos ($M_{23}C_6$) entre las muestras sin deformar, en las que la precipitación ocurre preferentemente en los límites de grano (Fig. 5a), y las muestras laminadas, donde los carburos precipitan tanto en los límites de grano como sobre las bandas de deformación (Fig. 5b). Los carburos precipitados en los límites de grano, ejercen una acción restrictiva

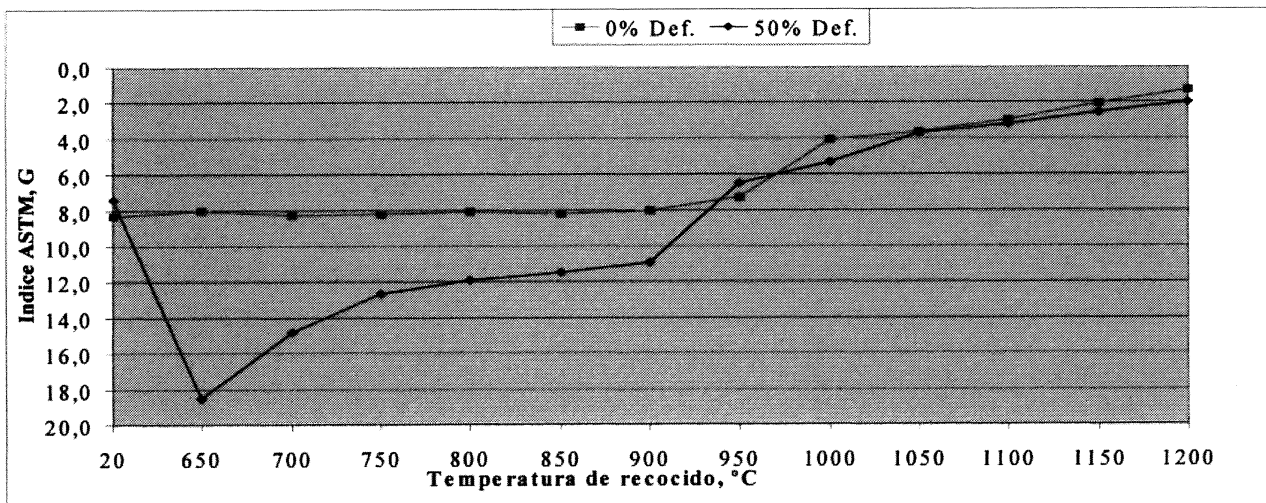


Figura 4. Variación del índice de grano ASTM, G, con la temperatura de tratamiento, de las muestras de acero 304, originalmente hipertempladas (0 % Def.) o laminadas (50 % Def.).

Figure 4. ASTM grain size, G, against treating temperature for 304 steel specimens originally in the as-received (0 % Def.) or cold-rolled (50 % Def.) conditions.

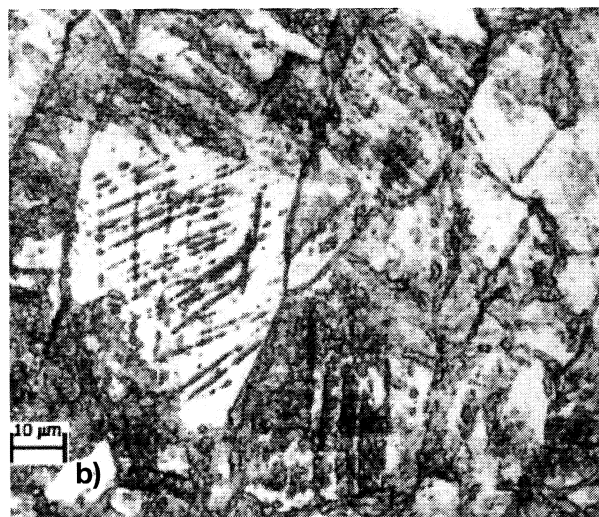
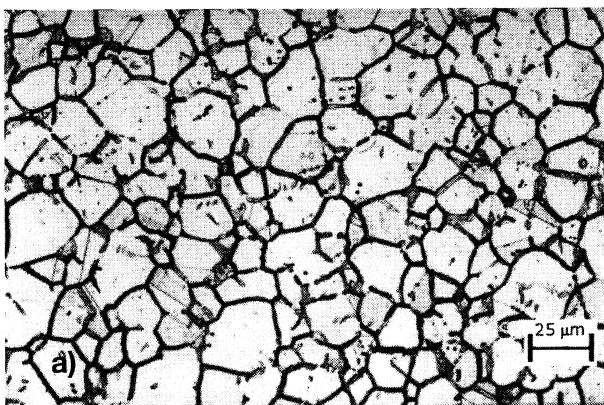


Figura 5. Microestructuras del acero 304 tras recocer 1 h a 700°C, reveladas con ácido oxálico. a) Precipitación de carburos en límites de grano en muestra sin deformación. b) Carburos en límites de grano y en bandas de deformación, en muestra deformada previamente al 50 %.

Figure 5. Microstructures of 304 steel samples annealed at 700 °C for 1 h, revealt by oxalic-acidetching. a) Carbide precipitation (ditches) in grain boundaries (non-rolled specimen). b) Carbides (ditches) in grain boundaries and deformation bands (50 % cold-rolled specimen).

sobre el crecimiento de los mismos. Otro factor que contribuye a la velocidad de crecimiento de grano de las muestras laminadas es la gran energía superficial asociada a los límites de los pequeños granos recristalizados, que presentan una fuerte tendencia a disminuirla, a fin de encontrar un mayor equilibrio termodinámico.

Por encima de 950 °C, coincidiendo con la disolución de carburos, el tamaño de grano crece en los dos tipos de muestras (Fig. 4), lo que se traduce

en una disminución leve de los valores de dureza (Fig. 1).

4. CONCLUSIONES

Las muestras de acero 304 laminadas en frío en un 50 % experimentan un fuerte endurecimiento por deformación, explicable por la presencia de martensita mecánica y por la baja energía de defectos de empaquetamiento de este material.

El calentamiento de las muestras laminadas, provoca una notable disminución de la dureza en el intervalo de 650 a 900 °C, debido, principalmente, a la recristalización del material, que se inicia a 650 °C. A su vez, las muestras sin deformar, no presentan variación de dureza en el intervalo de 650 a 900 °C, ya que su tamaño de grano permanece constante por la precipitación de carburos, $M_{23}C_6$, en los límites de grano, al calentar en la zona de sensibilización.

Por encima de 900 °C, la dureza de ambos tipos de muestras disminuye levemente con la temperatura, explicable por el crecimiento de grano producido al tener lugar la disolución de los carburos y tratar de alcanzar un mayor equilibrio termodinámico reduciendo las superficies límites de grano.

Los cambios de microestructura y dureza que tienen lugar con el calentamiento pueden interpretarse a la luz de los fenómenos de endurecimiento por deformación, recristalización, sensibilización, crecimiento de grano y disolución de carburos a temperaturas superiores a 900 °C.

REFERENCIAS

- [1] K.G. BRICKNER y J.D. DEFILIPPI, *Handbook of Stainless Steels*, D. Peckner y I.M. Bernstein (Eds.), McGraw-Hill, New York, USA, 1977, pp. 20.1-20.39.
- [2] E.J. HERRERA LUQUE, *Deformación Metálica* 79 (1982) 34-46.
- [3] R.E. SMALLMAN y R.J. BISHOP, *Metals and Materials*, Butterworths-Heinemann, Oxford (Inglaterra), 1995.
- [4] G.F. VANDER VOORT, (1984), *Metallography. Principles and Practice*, Mc. Graw Hill, New York, p. 239.
- [5] Practice A- *Oxalic acid etch test for classification of etch structures of stainless steels*. ASTM A262.
- [6] *Determinación del tamaño de grano en aceros*, Norma UNE 7-280-72.
- [7] D. ROUSSEAU, G. BLANC et al., *Mém. Sci. Rev. Mét.* 67 (1970) 315-334.
- [8] J. DAUVERGNE, P. GORBINET, J. GUIMBARD y P. GUIRALDENQ, *Mém. Sci. Rev. Mét.* 69 (1972) 797-805.
- [9] NGUYEN DU, J. DAUVERGNE y P. GUIRALDENQ, *Mém. Sci. Rev. Mét.* 72 (1975) 705-715.
- [10] M. KOWAKA, *Localized Corrosion*, F. Hine, K. Komai y K. Yamakawa (Eds.), Elsevier Applied Science, Essex, Inglaterra, 1988, pp. 149-158.