

Influencia del Estado Microestructural y de la Tensión Inicial Aplicada sobre el Comportamiento en Relajación de Tensiones de un Acero Inoxidable AISI 316L a 500 °C

Influence of Microstructural State and Initial Applied Stress on the Stress Relaxation Behavior of AISI 316L at 500 °C

Doctorando:

Mariano INÉS

<https://orcid.org/0000-0001-9293-4924>

Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional San Nicolás, Grupo de Investigación en Metalurgia Física, Departamento Metalurgia, San Nicolás de los Arroyos, Buenos Aires, Argentina.

Directora:

Graciela MANSILLA

Resumen

La relajación de tensiones en aceros inoxidables austeníticos es un fenómeno dependiente del tiempo, gobernado por procesos de difusión, movilidad de dislocaciones y evolución microestructural. Su estudio resulta de particular interés en componentes sometidos simultáneamente a cargas mecánicas y temperaturas elevadas, donde la redistribución progresiva de las tensiones internas condiciona su comportamiento en servicio. En este trabajo se evaluó el comportamiento en relajación de tensiones por curvado a 500 °C durante 231 h de probetas de acero inoxidable AISI 316L previamente solubilizado y sensibilizado. Se emplearon dos niveles de tensión inicial, con extracciones periódicas, a fin de analizar la influencia del estado microestructural inicial y de la tensión aplicada. Las muestras sensibilizadas relajaron a partir de menores niveles de tensión resultante respecto de la condición de recepción, evidenciando que la precipitación de fases secundarias en bordes de grano modifica la cinética de relajación y condiciona la respuesta mecánica del material a temperatura elevada.

Palabras clave Relajación de tensiones; acero inoxidable; Carburos $M_{23}C_6$

Abstract

Stress relaxation in austenitic stainless steels is a time-dependent phenomenon governed by diffusion processes, dislocation mobility, and microstructural evolution. Its study is of particular interest for components subjected simultaneously to mechanical loading and elevated temperatures, where the progressive redistribution of internal stresses directly influences their in-service performance. In this work, the bending stress relaxation behavior of solution-treated and subsequently sensitized AISI 316L stainless steel specimens was evaluated at 500 °C for 231 h. Two initial stress levels were applied, and specimens were periodically removed throughout the test in order to assess the influence of the initial microstructural condition and the applied stress level. The sensitized specimens exhibited stress relaxation from lower residual stress levels than those in the as-received condition, demonstrating that the precipitation of secondary phases along grain boundaries modifies the stress relaxation kinetics and affects the high-temperature mechanical response of the material.

Keywords: Stress relaxation; stainless steel; $M_{23}C_6$ carbides

Introducción

El acero inoxidable austenítico AISI 316L constituye uno de los materiales metálicos de mayor utilización en componentes sometidos simultáneamente a solicitaciones mecánicas, temperaturas elevadas y ambientes corrosivos, debido a la combinación de elevada resistencia a la corrosión, adecuada resistencia mecánica, buena ductilidad y excelente soldabilidad. Estas características han favorecido su empleo en industrias de alta exigencia tecnológica, tales como la petroquímica, nuclear, química, alimenticia y biomédica, donde la confiabilidad estructural durante largos periodos de servicio resulta un requisito fundamental. A pesar de estas ventajas, numerosos componentes fabricados en AISI 316L operan durante mucho tiempo bajo condiciones de temperatura elevada y carga mecánica sostenida, donde la respuesta del material pasa a estar gobernada por mecanismos de deformación dependientes del tiempo, donde la recuperación microestructural, la difusión y el movimiento de dislocaciones modifican progresivamente el estado tensional del material, promoviendo la redistribución de las tensiones internas mediante procesos de relajación de tensiones, cuya comprensión resulta fundamental para evaluar la integridad estructural y la vida en servicio de estos componentes (Kassner y Pérez-Prado, 2004; Pommier et al., 2016).

La relajación de tensiones constituye un proceso termomecánico dependiente del tiempo en el cual una deformación total prácticamente constante conduce a una disminución progresiva de la tensión interna debido a la activación de mecanismos de deformación inelástica. Este comportamiento está gobernado por la movilidad de dislocaciones, procesos de recuperación, además de fenómenos difusionales que favorecen la redistribución de defectos cristalinos y la disminución de la energía almacenada durante la deformación previa. La velocidad con la que ocurre dicha relajación depende simultáneamente de la temperatura, del nivel de tensión aplicado, del tiempo de exposición y del estado microestructural inicial del material, variables que interactúan de manera compleja y condicionan la evolución de las propiedades mecánicas durante el servicio (Kassner y Pérez-Prado, 2004). Tensiones elevadas incrementan la densidad de dislocaciones móviles y aumentan la fuerza impulsora para los mecanismos de recuperación, favoreciendo inicialmente una disminución más rápida de la tensión remanente. Sin embargo, a medida que el material evoluciona microestructuralmente, la interacción entre dislocaciones, precipitados y límites de grano modifica progresivamente la velocidad de relajación, generando comportamientos que no pueden explicarse únicamente mediante parámetros macroscópicos de resistencia mecánica (Kopylov et al., 2023). Asimismo, en (Bahrami et al., 2021) se indica que la formación de partículas a lo largo de los límites de grano puede provocar el agrietamiento prematuro del acero debido a la relajación de tensiones a temperaturas elevadas. La nucleación y crecimiento de partículas de $M_{23}C_6$ produce un empobrecimiento local de cromo en la matriz circundante, modificando tanto el comportamiento frente a la corrosión intergranular como la respuesta mecánica del material. Desde el punto de vista de la deformación a alta temperatura, estos precipitados constituyen obstáculos efectivos para el movimiento de dislocaciones y alteran los mecanismos responsables de la recuperación microestructural, pudiendo modificar significativamente la velocidad de relajación de tensiones y la evolución de la tensión remanente durante exposiciones prolongadas.

Durante la deformación a alta temperatura, las dislocaciones tienden a reorganizarse mediante mecanismos de ascenso y deslizamiento asistidos por difusión, reduciendo progresivamente la densidad de defectos cristalinos y, en consecuencia, la tensión almacenada en el material. Sin embargo, cuando existen partículas finamente distribuidas, como los carburos $M_{23}C_6$, estos mecanismos pueden verse parcialmente restringidos debido al efecto de anclaje ejercido sobre las dislocaciones. El resultado es una disminución de la movilidad de los defectos cristalinos y una reducción de la velocidad de recuperación, favoreciendo una mayor retención de tensión remanente durante el ensayo. Este comportamiento ha sido observado en diferentes aceros inoxidables austeníticos sometidos a tratamientos térmicos de envejecimiento, donde la respuesta mecánica depende no solamente de la cantidad de precipitados presentes, sino también de su tamaño, morfología y distribución espacial (Mamivand et al. 2017).

No obstante, la permanencia prolongada a temperatura también favorece la evolución de los límites de grano, la acumulación de vacancias, la difusión de elementos sustitucionales y la nucleación de cavidades microscópicas, procesos que interactúan entre sí y condicionan la respuesta global del material. Diversos estudios han demostrado que la relajación de tensiones puede acelerar mecanismos de daño intergranular cuando el material permanece expuesto simultáneamente a elevadas temperaturas y estados tensionales sostenidos, particularmente en presencia de impurezas segregadas o precipitados localizados sobre los límites de grano, (Pommier et al., 2016). Bajo estas condiciones, la relajación deja de ser únicamente un

fenómeno de redistribución de esfuerzos y pasa a constituir un mecanismo precursor del deterioro microestructural que puede conducir al inicio de fisuración y a la pérdida de integridad estructural (Bahrami et al., 2021).

A pesar del considerable número de investigaciones dedicadas al estudio de la fluencia y de la degradación microestructural del AISI 316L, aún existe información limitada respecto al efecto combinado del estado microestructural inicial y del nivel de tensión aplicada sobre la evolución de la relajación de tensiones. La mayoría de los trabajos disponibles analizan materiales con un único nivel de carga, mientras que son escasos los estudios que comparan sistemáticamente diferentes estados microestructurales obtenidos mediante tratamientos de sensibilización bajo distintas tensiones iniciales. Esta limitación dificulta establecer relaciones precisas entre la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, la movilidad de dislocaciones y la cinética de relajación, aspectos de particular relevancia para componentes sometidos a exposiciones prolongadas en servicio.

En función de lo expuesto, el presente trabajo analiza el comportamiento en relajación de tensiones del acero inoxidable austenítico AISI 316L en condición de recepción y luego de un tratamiento térmico de solubilización seguido de sensibilización, empleando diferentes niveles de tensión inicial a 500 °C durante exposiciones prolongadas. El estudio busca establecer la influencia del estado microestructural inicial y de la tensión aplicada sobre la evolución de la tensión resultante, aportando información que contribuya a una mejor comprensión de los mecanismos responsables de la relajación en aceros inoxidables austeníticos y de su posible incidencia sobre el desempeño estructural de componentes destinados a operar a temperaturas elevadas.

Desarrollo

En este trabajo se emplearon muestras planas de acero inoxidable austenítico AISI 316L, con una composición química básica (en % en peso) de 0.032 C, 17.2 Cr, 10.7 Ni, 2.57 Mo, 1.5 Mn, 0.65 Si, y el resto Fe. Inicialmente, sobre el material en condición as-received (AR) se realizó tratamiento de recocido de solubilización a 1100°C/1h, con enfriamiento posterior en agua. Luego, las muestras fueron sensibilizadas isotérmicamente a 650°C/6h, con enfriamiento lento en horno (muestras TT1), (Kocsisová et al., 2014). Este tratamiento final permitió generar las condiciones de difusión adecuadas para la precipitación de partículas submicroscópicas de carburos de cromo y distintas fases intermetálicas, de acuerdo con las condiciones de servicio a las que son sometidos estos aceros en servicio. Posteriormente, para analizar el comportamiento de éstas en relajación de tensiones, se montaron las muestras (por duplicado) en moldes que impusieron tensiones iniciales de 200 MPa (molde I) y 136 MPa (molde HR) y se colocaron en horno a 500°C, durante un tiempo total de ensayo de 231 h, con extracciones periódicas para poder determinar la evolución de la tensión remanente a partir de la medición de los radios de curvatura utilizando un Proyector Óptico de Perfiles PRAZIS PO-360-VT.

Para las muestras en estado AR y con tratamiento térmico (TT1), se emplearon métodos convencionales de caracterización con microscopía óptica (Olympus GX51). Para el ataque o revelado de la microestructura se utilizó reactivo de Agua Regia diluida. El análisis se completó mediante la identificación de las fases cristalinas aplicando la técnica de Difracción de Rayos X (DRX), utilizando un difractómetro X'Pert con radiación Cu-K α (40 kV, 30 mA). Los difractogramas se obtuvieron en el intervalo angular 2 θ entre 20 ° - 70 °, con un paso de 0,02 °. La interpretación de los mismos se realizó con el software HighScore®.

Resultados

El tratamiento térmico de solubilización seguido del sensibilizado modificó significativamente la distribución, morfología y naturaleza de las partículas secundarias presentes en el acero inoxidable AISI 316L respecto de la condición de recepción, figura 1.

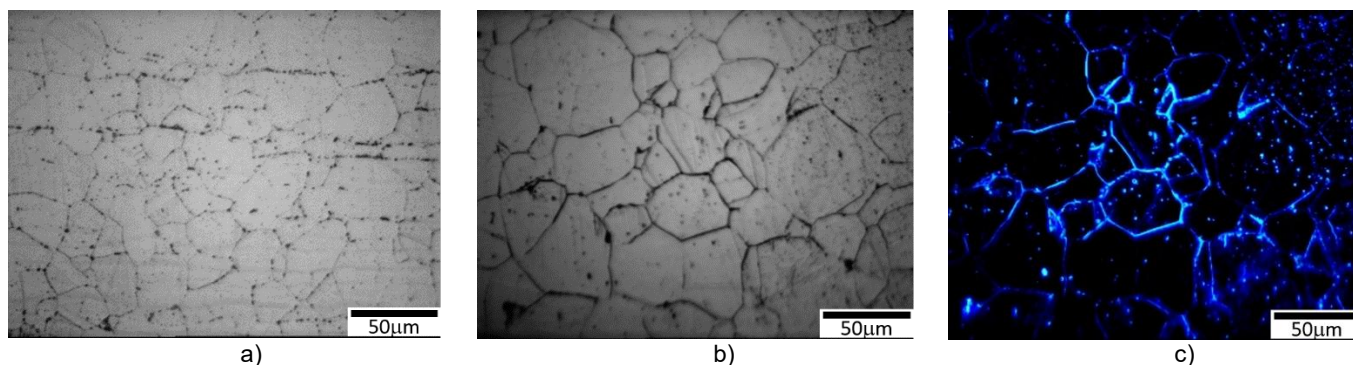


Figura 1: Estado microestructural de AISI 316L en condición: a) AR, b) TT1, c) TT1 (imagen con luz polarizada).

Mientras que el material AR presentó partículas de Cr_{23}C_6 (figura 2a) con tamaño medio de $4\ \mu\text{m}$ distribuidas tanto en el interior de los granos como sobre algunos límites de grano (figura 1a), la condición TT1 habría exhibido una formación de precipitados submicroscópicos localizados preferentemente en los límites de grano austeníticos (figura 1b), acompañada, además, por la presencia de otras fases secundarias identificadas mediante DRX, entre ellas $(\text{Cr},\text{Mo})_2(\text{C},\text{N})$, MnMoN_2 y $(\text{Fe},\text{Ni})_{23}\text{C}_6$, figura 2b.

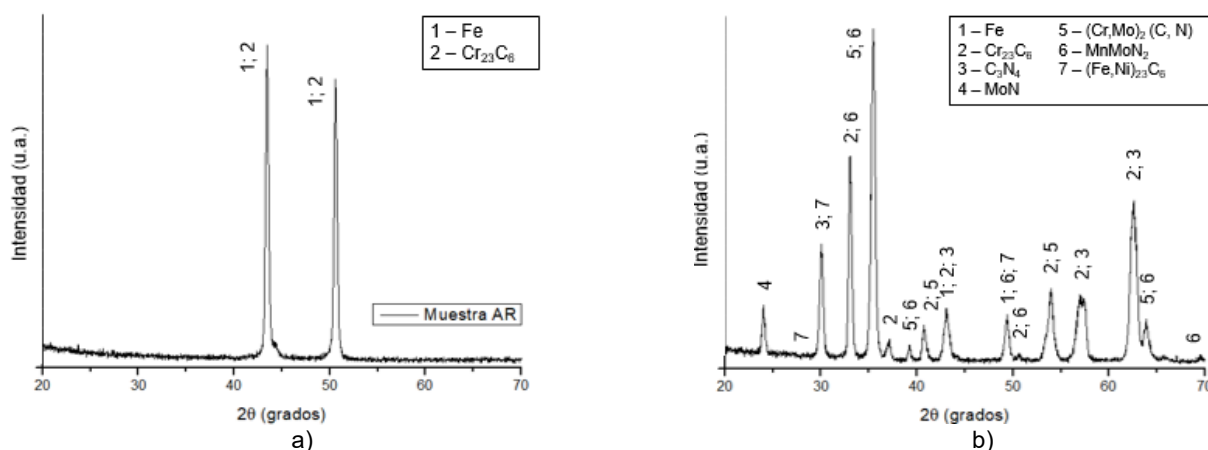


Figura 2: Espectros de difracción de rayos X en muestras: a) AR, b) TT1.

Las observaciones metalográficas respaldan este comportamiento. En la condición TT1, el ataque preferencial más grueso en los límites de grano y la elevada densidad de partículas identificadas mediante luz polarizada (figura 1c) ponen en evidencia una precipitación a lo largo de dichas interfaces, característica típica de materiales sensibilizados.

Desde el punto de vista mecánico, esta modificación microestructural adquiere especial importancia, ya que los precipitados alterarían la movilidad de las dislocaciones que controlan la deformación dependiente del tiempo. En aceros inoxidables austeníticos sometidos a temperaturas elevadas, la relajación de tensiones está gobernada principalmente por procesos de recuperación asociados al ascenso y deslizamiento de dislocaciones, mecanismos que requieren la difusión de vacancias y una progresiva modificación de la energía almacenada durante la deformación. En este contexto, la elevada densidad de partículas finamente distribuidas presente en la condición TT1 incrementaría el número de obstáculos efectivos para el movimiento de las dislocaciones, reduciendo la distancia libre media entre puntos de anclaje. En consecuencia, la menor relajación alcanzada por las muestras tratadas tras 231 h de ensayo se corresponde con una amplitud de tensión (42 MPa), como se muestra en la figura 3, en comparación con la registrada por el material en estado de recepción (95 MPa), es decir, que los procesos de recuperación microestructural tenderían a retardarse en la condición TT1, favoreciendo una mayor retención de tensión resultante y una mayor estabilidad mecánica frente a la condición AR. (Kassner & Pérez-Prado, 2004).

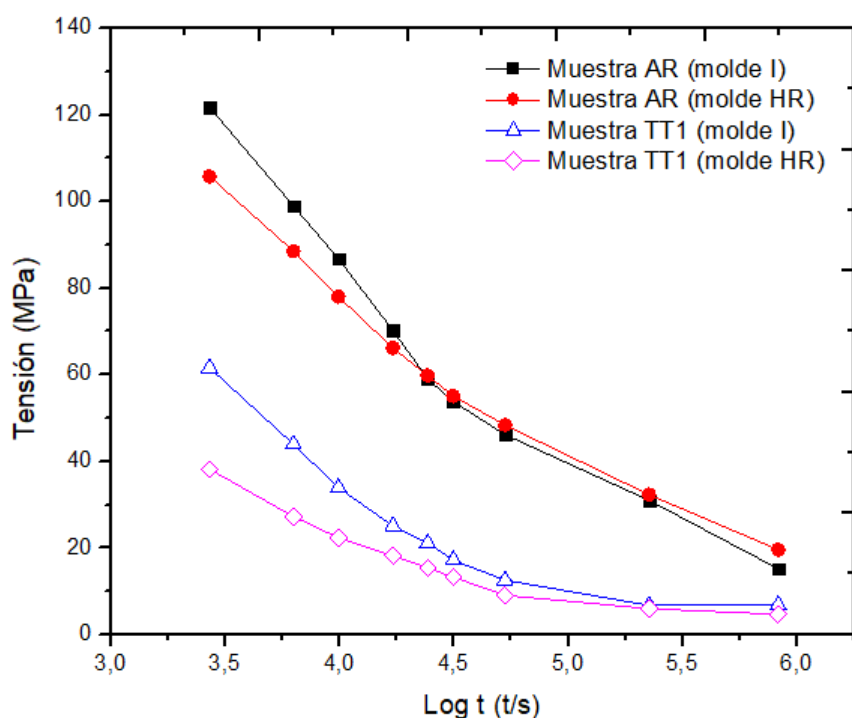


Figura 3: Evolución de la tensión resultante en función del tiempo para AR y TT1, considerando los moldes HR e I.

Es importante destacar que el efecto de los precipitados no depende únicamente de su fracción volumétrica, sino también de su tamaño, morfología y distribución espacial. En la condición AR, las partículas relativamente gruesas y distribuidas parcialmente en el interior de los granos permiten la existencia de trayectorias relativamente extensas para el movimiento de dislocaciones. Por el contrario, la red continua de precipitados finos desarrollada durante el sensibilizado introduce una barrera mucho más efectiva frente a la recuperación, modificando significativamente la respuesta mecánica durante fenómenos dependientes del tiempo (Humphreys & Hatherly, 2004).

Además, la precipitación preferencial de carburos del tipo Cr_{23}C_6 sobre los límites de grano consume cromo de la matriz adyacente, generando regiones localmente empobrecidas en este elemento y, en consecuencia, una disminución de la resistencia a la corrosión del material. Esta redistribución química podría favorecer procesos de corrosión intergranular y, bajo condiciones simultáneas de temperatura y carga mecánica como las de este trabajo, incrementar la susceptibilidad al agrietamiento asistido por relajación de tensiones. En este sentido, Pommier et al. (2016) demostraron que la evolución del daño intergranular en aceros inoxidables tipo 316L depende estrechamente de la interacción entre precipitación, segregación química y redistribución de tensiones durante la exposición prolongada, estableciendo un vínculo directo entre la evolución microestructural y la integridad estructural del material.

Asimismo, puede apreciarse que la tensión inicial aplicada también ejerció una influencia claramente identificable sobre la respuesta del material. En ambas condiciones microestructurales (esto es, AR y TT1), las probetas ensayadas bajo la tensión inicial de 200 Mpa (molde I) conservaron mayores niveles de tensión resultante durante prácticamente toda la experiencia respecto de aquellas ensayadas mediante el molde HR (136 MPa). Este resultado indica que el incremento de la tensión inicial modifica la evolución de la relajación, aunque sin alterar el mecanismo físico que gobierna el proceso. Tensiones iniciales más elevadas generarían mayor densidad de dislocaciones, la baja densidad de precipitados y una mayor energía elástica almacenada inmediatamente después de la deformación, incrementarían simultáneamente la fuerza impulsora para los mecanismos de recuperación.

En conjunto, las observaciones microestructurales obtenidas en el presente trabajo permiten inferir que el tratamiento TT1 no solo modificó la naturaleza y distribución de las fases precipitadas, sino también las condiciones que gobiernan la movilidad de dislocaciones y, en consecuencia, los mecanismos de recuperación responsables de la relajación de tensiones.

Conclusiones

El estado microestructural inicial fue la variable de mayor influencia sobre la relajación de tensiones del acero inoxidable AISI 316L a 500 °C. Al finalizar las 231 h de ensayo, la condición sensibilizada exhibió una menor amplitud de relajación (42 MPa) frente al material en estado de recepción (95 MPa), comportamiento que podría atribuirse a la precipitación de fases secundarias identificadas mediante DRX, las cuales restringirían la movilidad de las dislocaciones y dificultarían los mecanismos responsables de la relajación de tensiones. Asimismo, el nivel de tensión inicial impuesto por los moldes modificó la evolución de la tensión resultante durante el ensayo, aunque su influencia fue menor que la ejercida por el estado microestructural inicial.

Referencias

- Kopylov, V. I., Nokhrin, A. V., Kozlova, N. A., Chegurov, M. K., & Gryaznov, M. Y. (2023). *Effect of σ -phase on the strength, stress relaxation behavior, and corrosion resistance of an ultrafine-grained austenitic steel AISI 321*. Metals, 13(1), 45.
- Pommier, H., Busso, E. P., Morgeneyer, T. F., & Pineau, A. (2016). *Intergranular damage during stress relaxation in AISI 316L-type austenitic stainless steels: Effect of carbon, nitrogen and phosphorus contents*. Acta Materialia, 103, 893–908.
- Kassner, M. E., Pérez-Prado, M. T. (2004). *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. Elsevier.
- Bahrami, A., Mohammanejad, A., Khouzani, M. K., Pouradineh, M., & Esmaeili, V. (2021). *Stress relaxation cracking failure in a high pressure steam pipeline in an ammonia plant*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 194, 104542.
- Mamivand, M., Yang, Y., Busby, J. T., & Morgan, D. (2017). *Integrated modeling of second phase precipitation in cold-worked 316 stainless steels under irradiation*. Acta Materialia, 141, 318–331.
- Kocsisová, E., Dománková, M., Slatkovský, I., & Sahul, M. (2014). *Study of the sensitization on the grain boundary in austenitic stainless steel AISI 316*. Research Papers Faculty of Materials Science and Technology Slovak University of Technology, 22(Special Issue), 155–160.
- Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (2nd ed.)*. Elsevier, Oxford.