

X JORNADAS CÁTEDRA ACERINOX
MARZO 2023





“ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL, NANOESTRUCTURAL Y A ESCALA ATÓMICA DE LOS FENÓMENOS DE SENSIBILIZACIÓN DE ACEROS INOXIDABLES FERRÍTICOS”

Beatriz Amaya Dolores

Directores:

Juan Francisco Almagro Bello (Acerinox)

Luc Lajaunie (UCA)

Tutores:

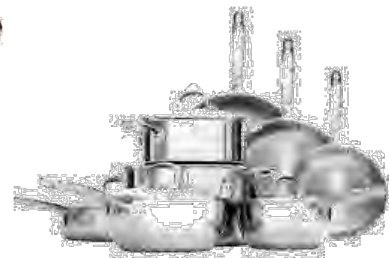
Andrés Núñez Galindo (Acerinox)

José Juan Calvino Gámez (UCA)

INTRODUCCIÓN

ACEROS INOXIDABLES FERRÍTICOS

- ✓ BUENA ELASTICIDAD
- ✓ BUENA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN Y A LA OXIDACIÓN
- ✓ EXCELENTE RESISTENCIA A LAS GRIETAS, A LAS PICADURAS Y A LA CORROSIÓN BAJO TENSIÓN
- ✓ BAJO PRECIO



PROBLEMA

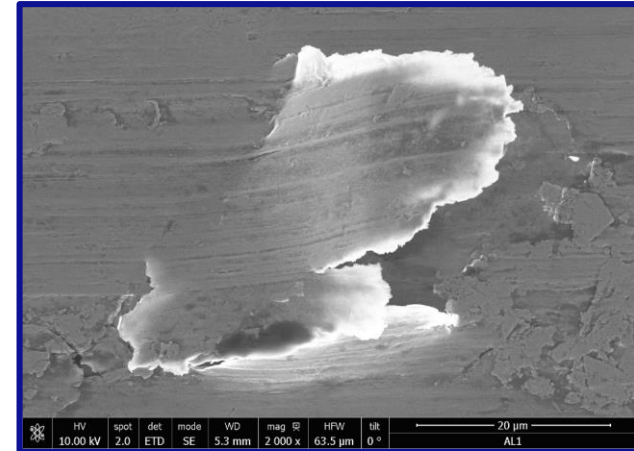


**AISI 430 FSS,
Con acabado BA
(Bright Annealing)**



‘Gold Dust Defect (GDD)’

**Microscopía
Electrónica de Barrido
(SEM)**



‘Centelleo’

‘Kira-kira’



Anteriormente...



‘Gold Dust Defect’



‘Corrosión intergranular’ (CI)



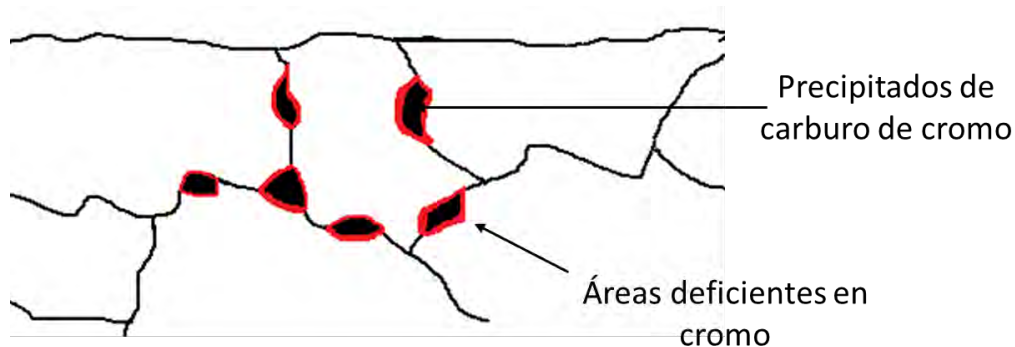
Acumulación de precipitados
como **carburos de cromo**



Disminución del contenido en
chromo en áreas adyacentes a
los carburos



Alejándose de la concentración
necesaria para mantener la
pasividad del acero



Actualmente...



Se sabe que la CI no es la causa sino que podría ser una consecuencia.

“Centelleo”

¿Cómo prevenirlo?

Adición de elementos de aleación que actúen como refinador de grano

ALUMINIO

(IX Cátedra ACX, 2022)

¿Cómo surge el defecto?

Parámetros de laminación en caliente no controlados

RECRISTALIZACIÓN
DEL MATERIAL

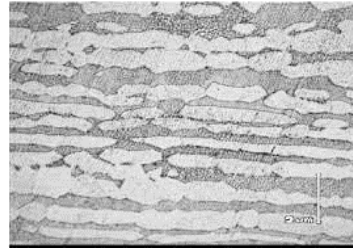


Desbaste

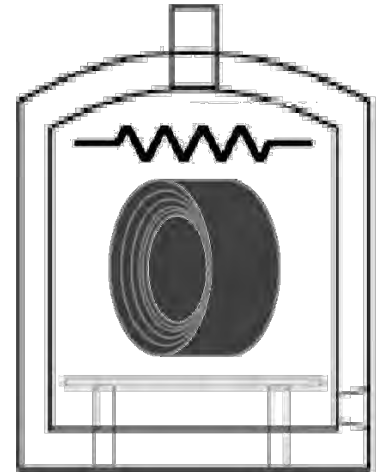
Laminación en caliente



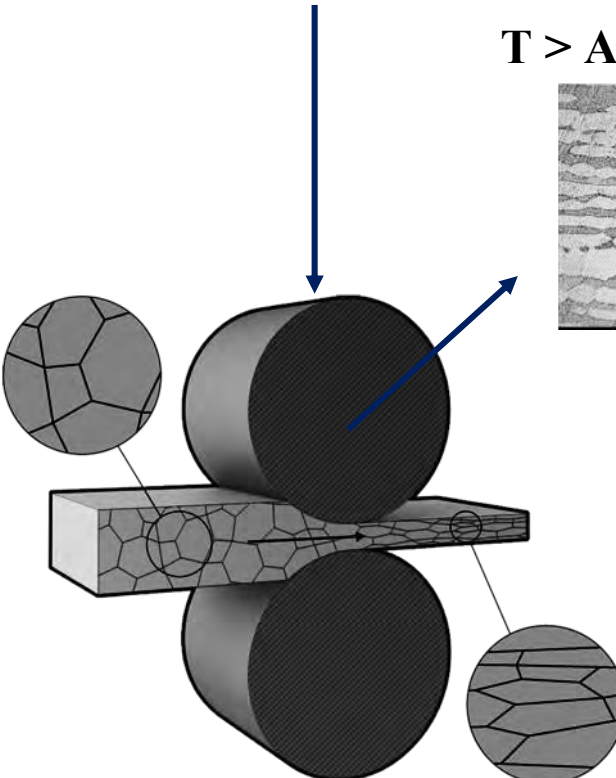
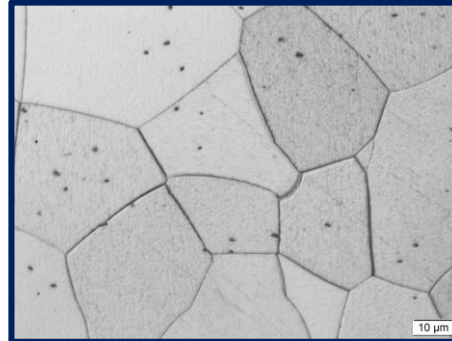
$T > A_{c1} \sim (800-900) ^\circ\text{C}$



Recocido



$\text{Fe} (\alpha) + \text{Carburos de cromo}$

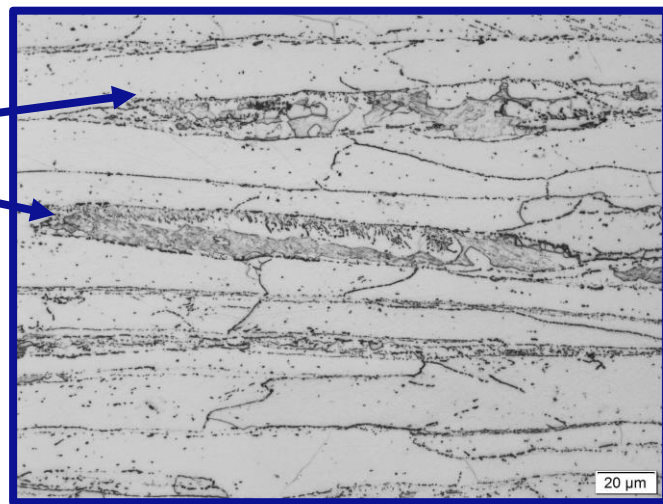


RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS LAMINACIÓN EN CALIENTE

RESULTADOS DE MICROSCOPIA ÓPTICA

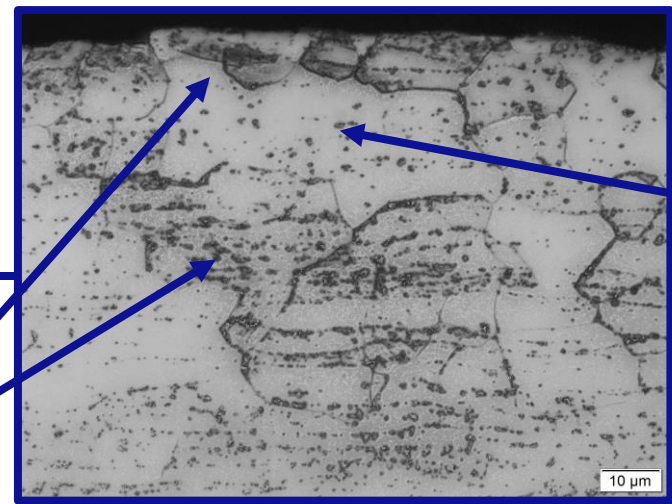


Martensita intergranular



Acumulación de precipitados

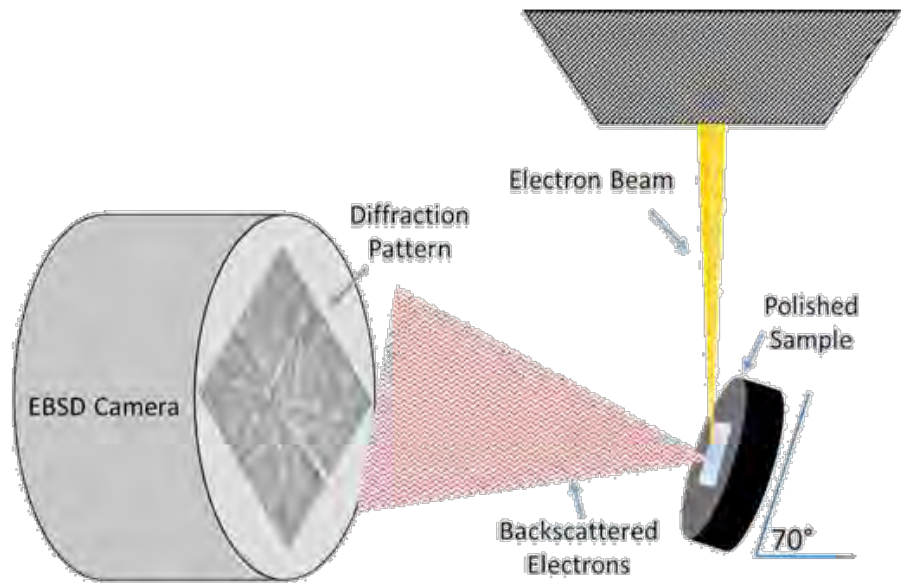
Precipitados formando bandas



Granos sin definir
(Lagunas sin recrystalizar)

RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS LAMINACIÓN EN CALIENTE

RESULTADOS DE EBSD (ELECTRON BACKSCATTERED DIFFRACTION)



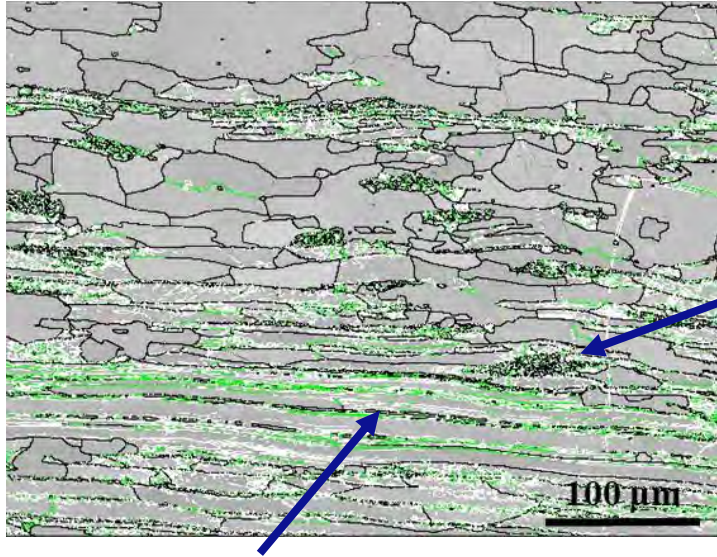
Mapa de Límite de granos



Blanco: Desorientación $<1^\circ$ (granos deformados)

Verde: Desorientación $1-7.5^\circ$ (Subgranos)

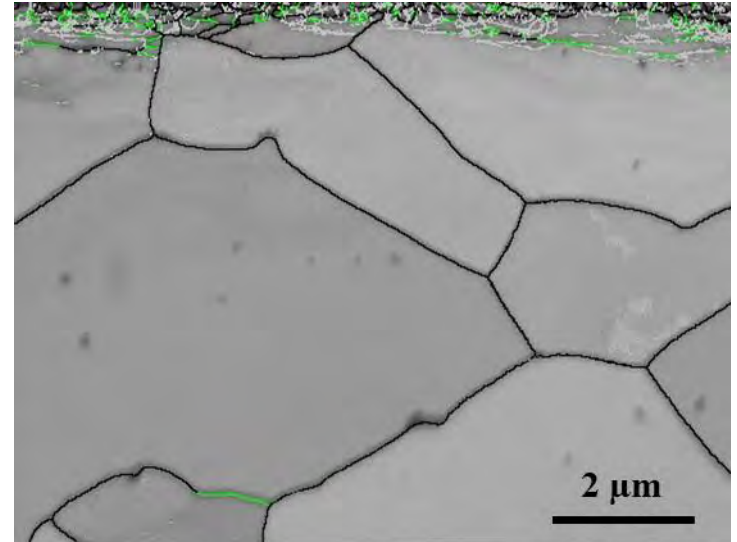
Negro: Desorientación $>7.5^\circ$ (Granos bien formados)



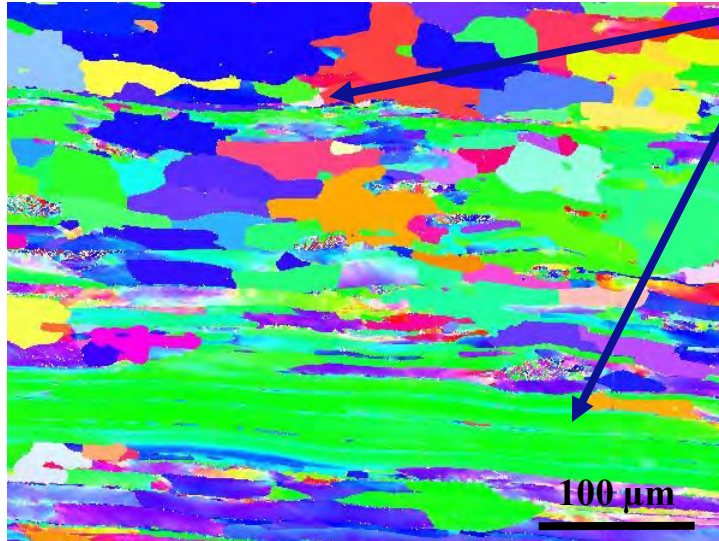
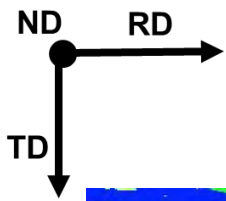
Islas de subgranos de martensita

Martensita
intergranular

Subgranos superficiales
deformados

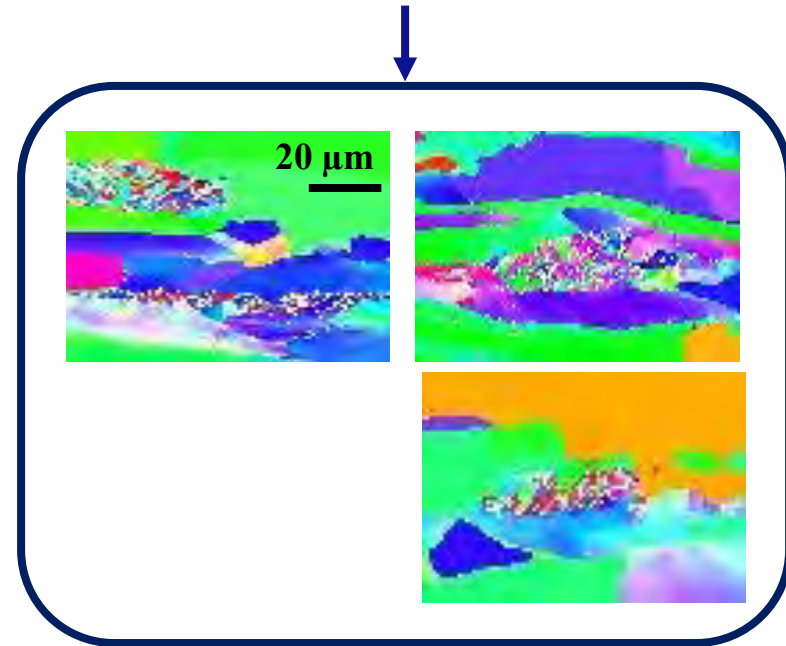


Mapa de Figuras de Polo Inverso (// ND)

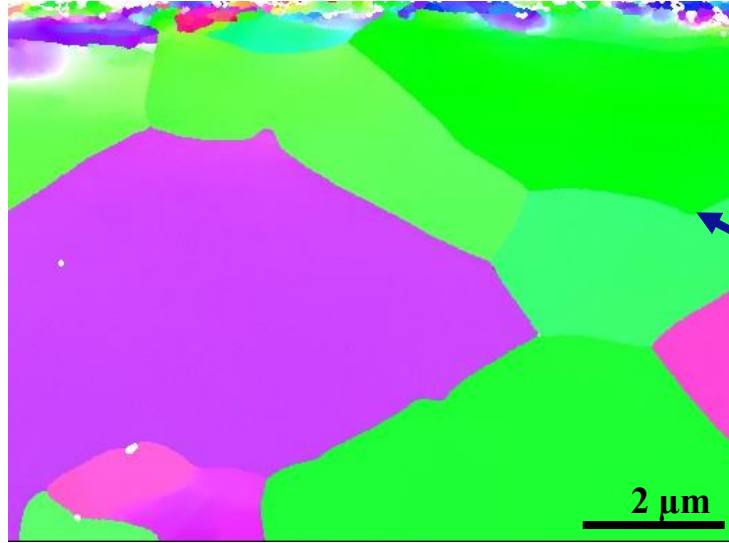
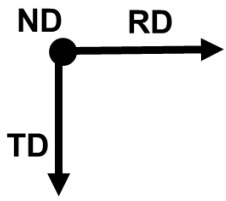


Textura de laminación

Orientación cristalográfica aleatoria

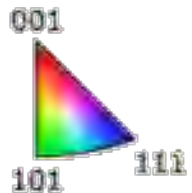


Mapa de Figuras de Polo Inverso (// ND)



Orientación
cristalográfica
aleatoria en la
superficie

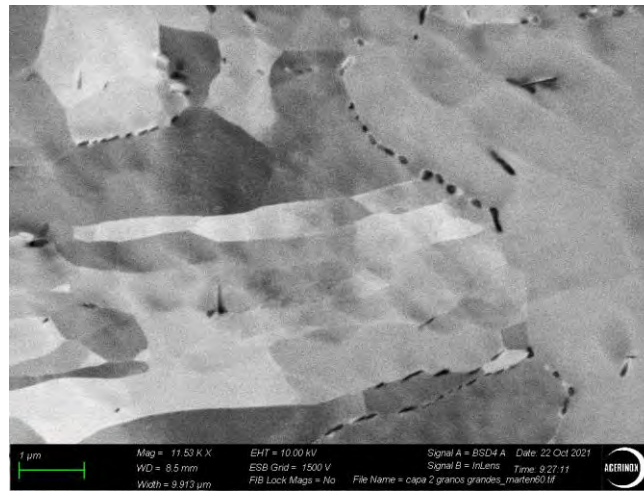
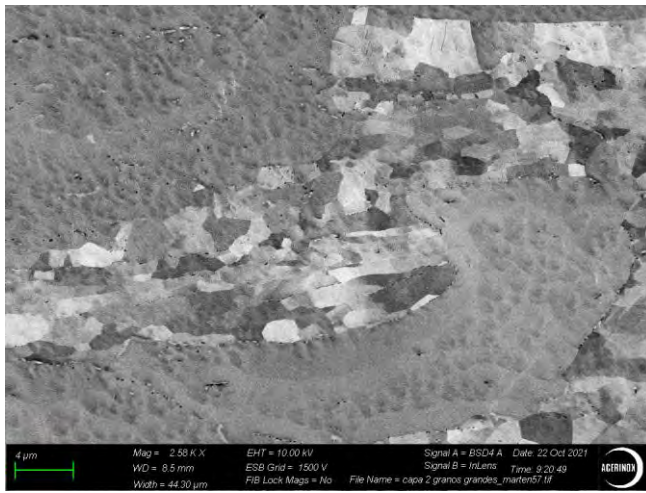
Textura de
laminación
predominante



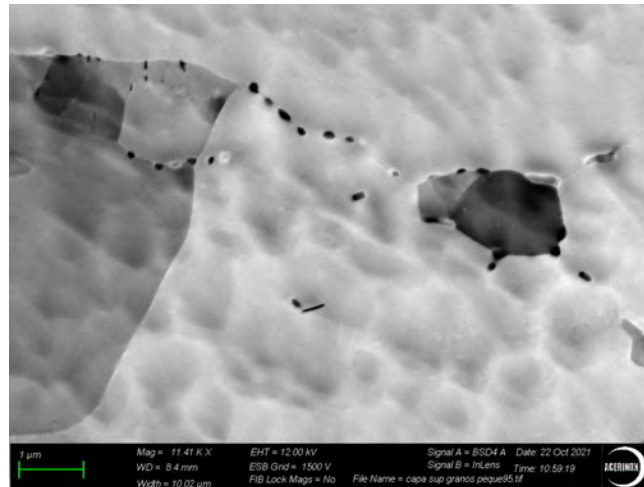
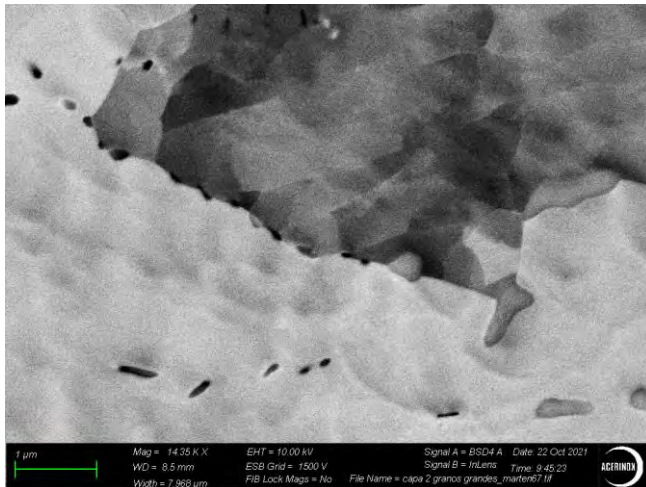
RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS DECAPADO

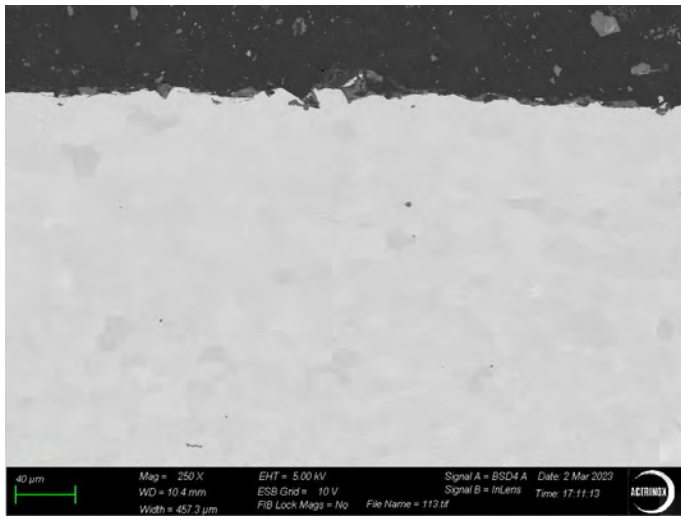
MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO





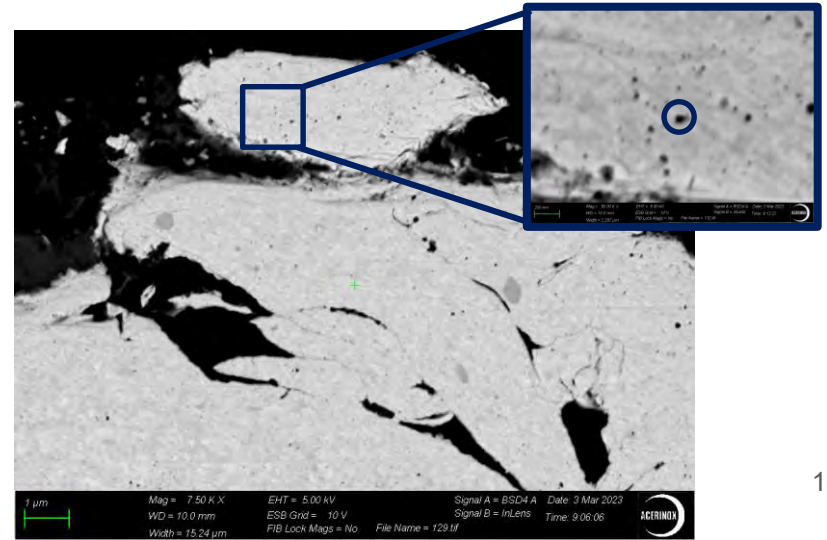
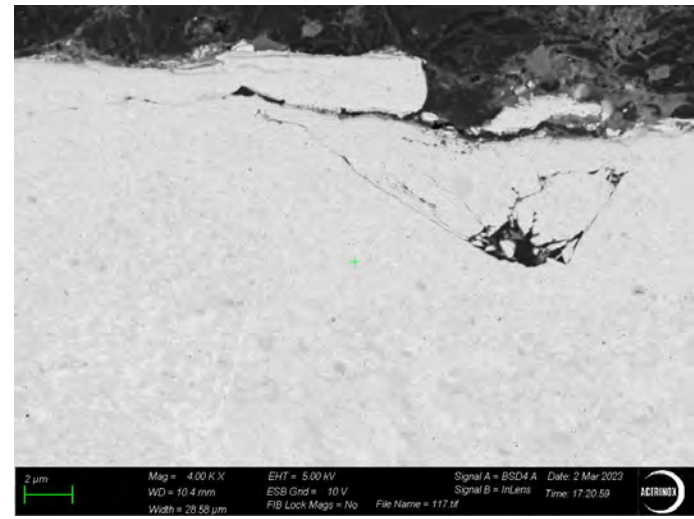
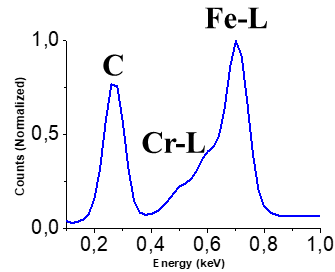
- Islas de martensita con subgranos en su interior
- La martensita se separa de la ferrita por líneas de precipitados.

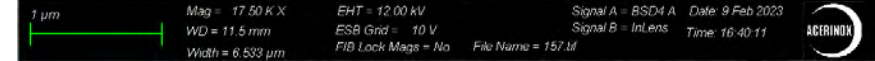
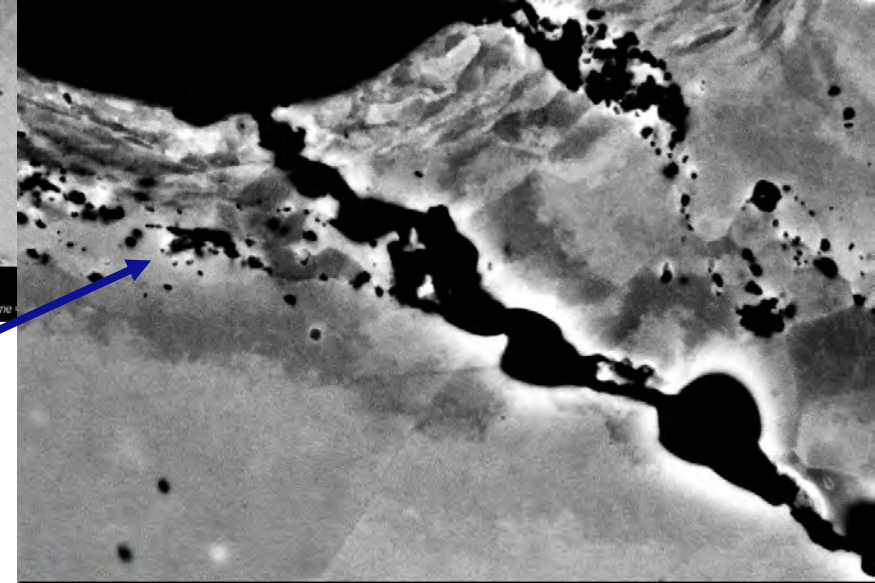
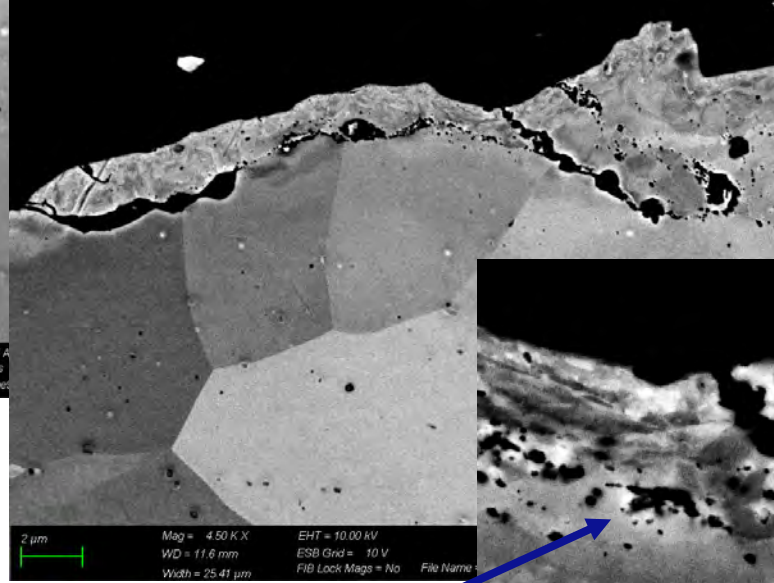
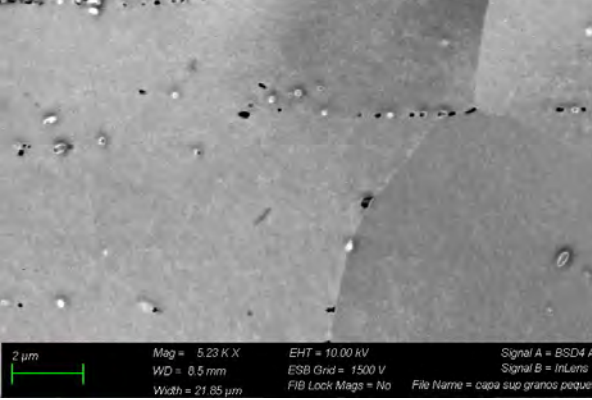
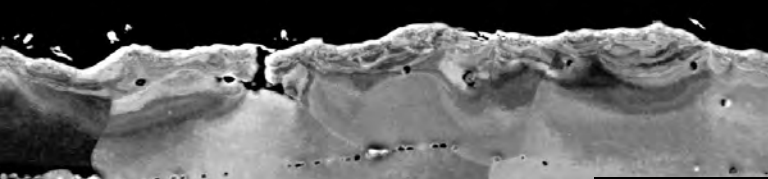




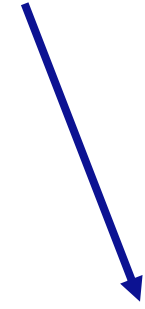
Tras el decapado se forman “crestas” superficiales

En algunos casos son pestañas casi desprendidas del material, las cuales, están llenas de pequeños carburos de cromo.





Restos de cascarilla



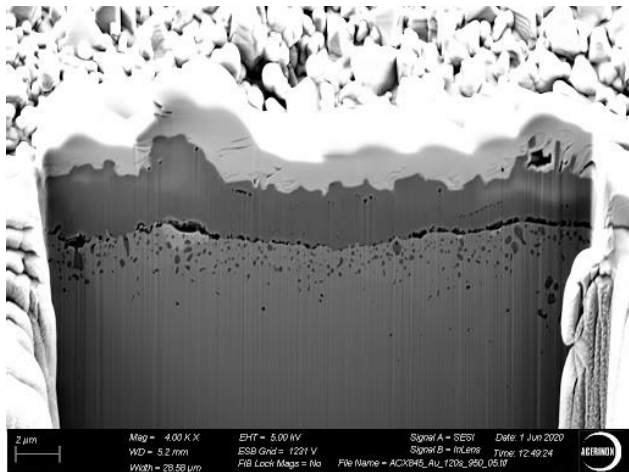
Tras decapar los subgranos superficiales se separan del material, quedando aún adheridos.

En este caso, también se observa la línea de carburos que separa la capa de subgranos con el resto.

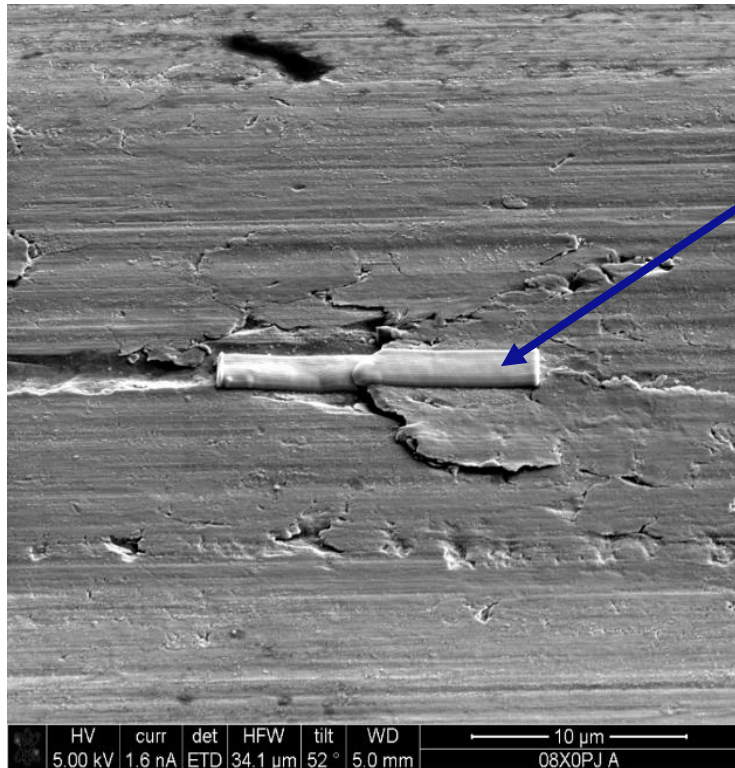


RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS EL PROCESO DE PRODUCCIÓN

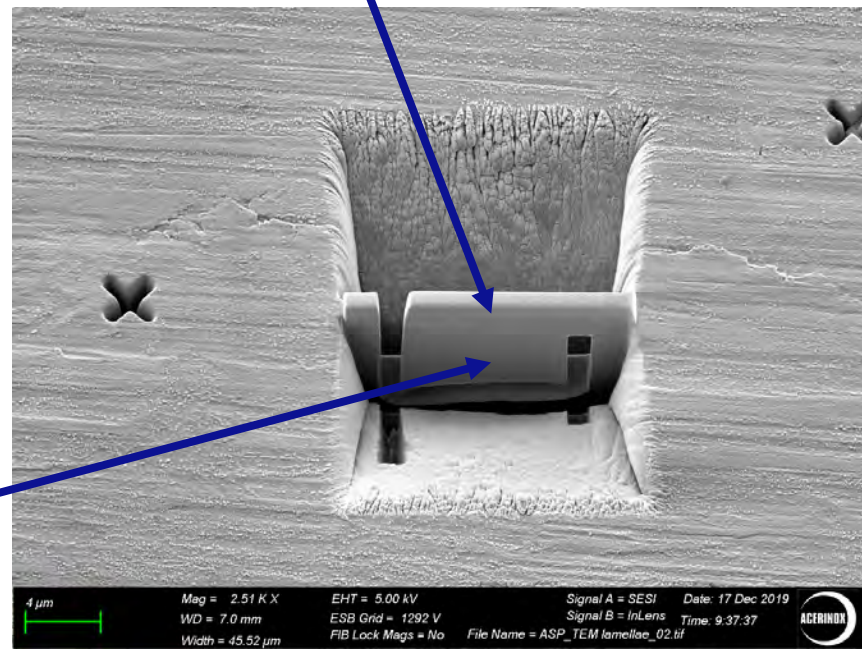
*MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO + HACES DE IONES
FOCALIZADOS (SEM+FIB) Y SEM+EDX*



Preparación de “Lamellas”

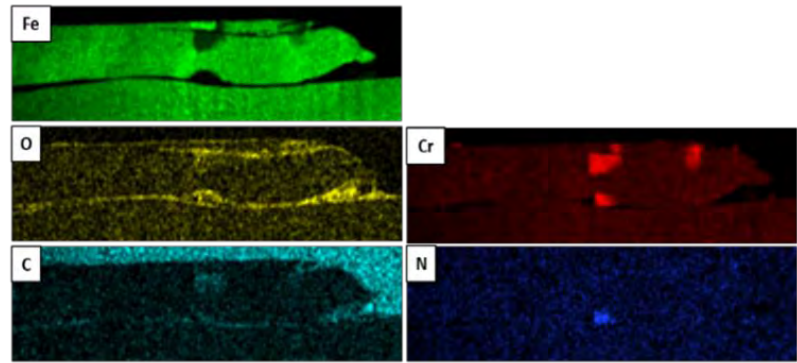
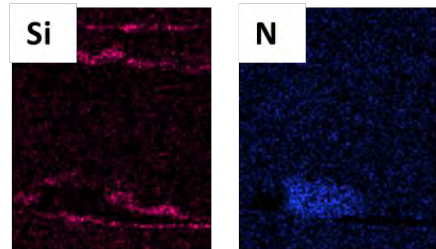
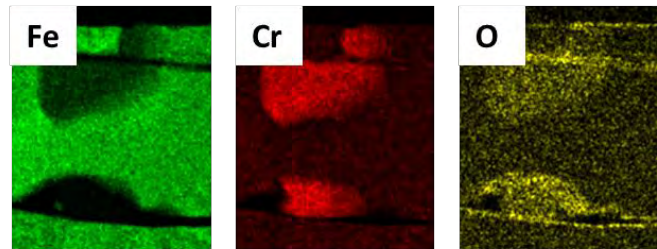
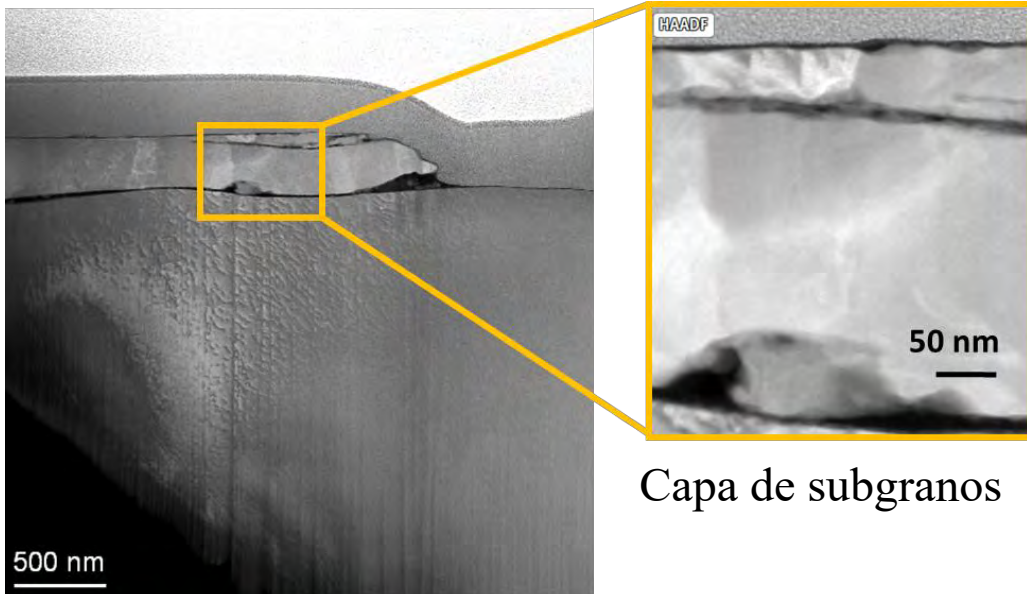


Capa de Pt previa a la elaboración de la lamella



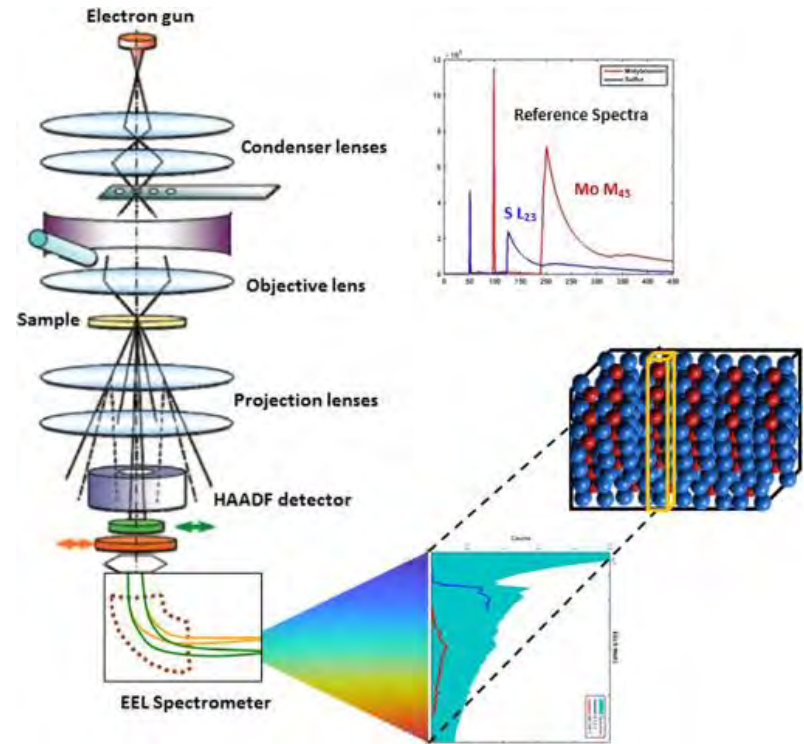
Lamella

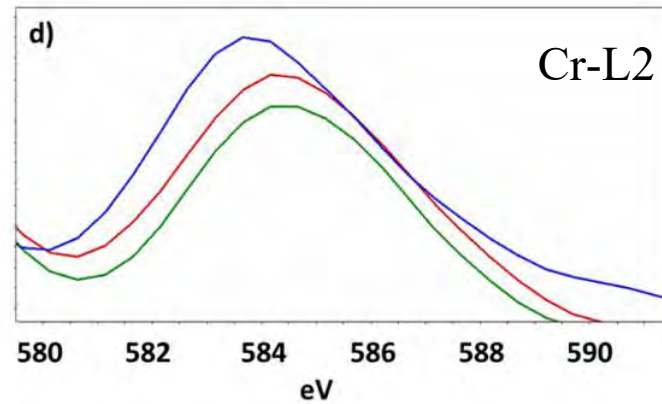
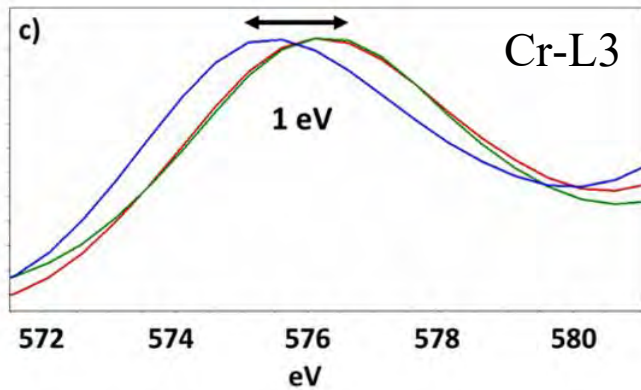
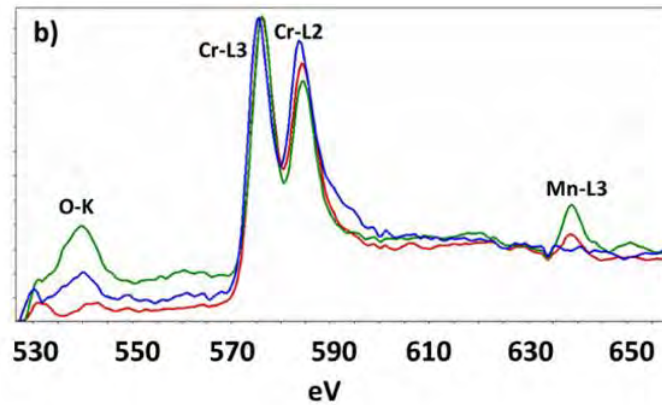
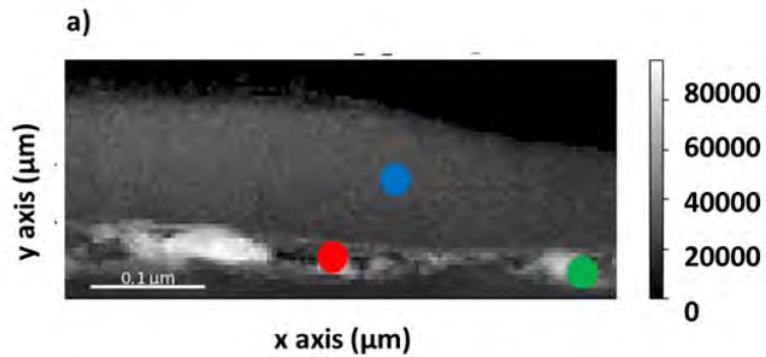
Capa rica en precipitados de cromo y deficientes en hierro.



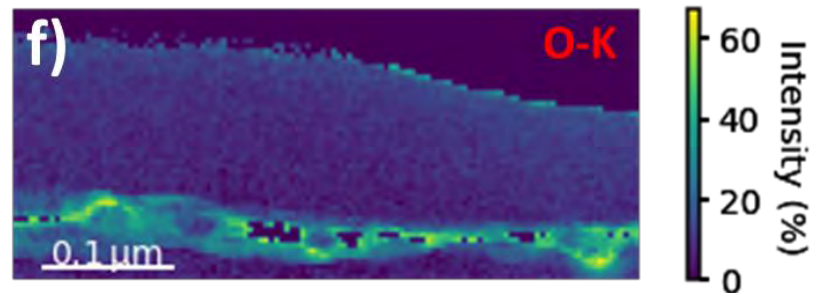
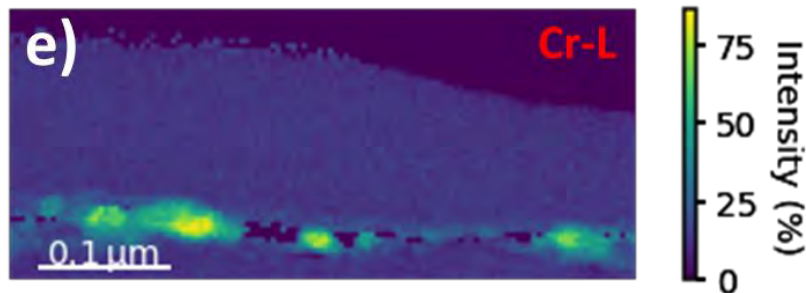
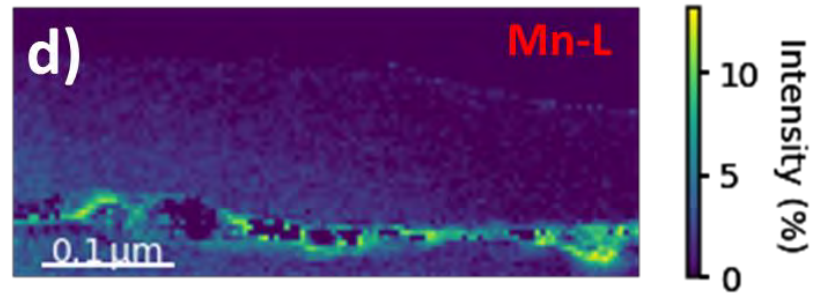
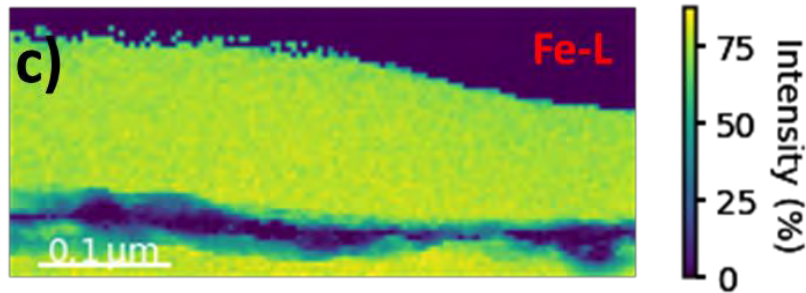
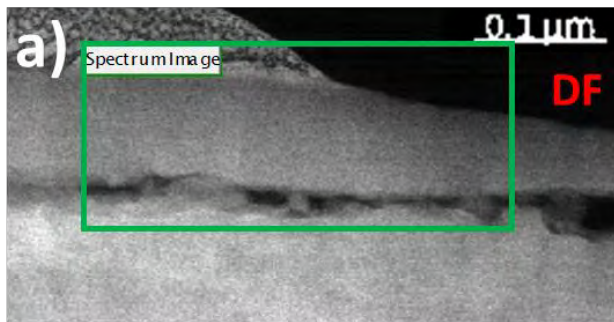
RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS EL PROCESO DE PRODUCCIÓN

*ELECTRON ENERGY LOSS
SPECTROSCOPY (EELS) +
KMEANS-CLUSTERING*

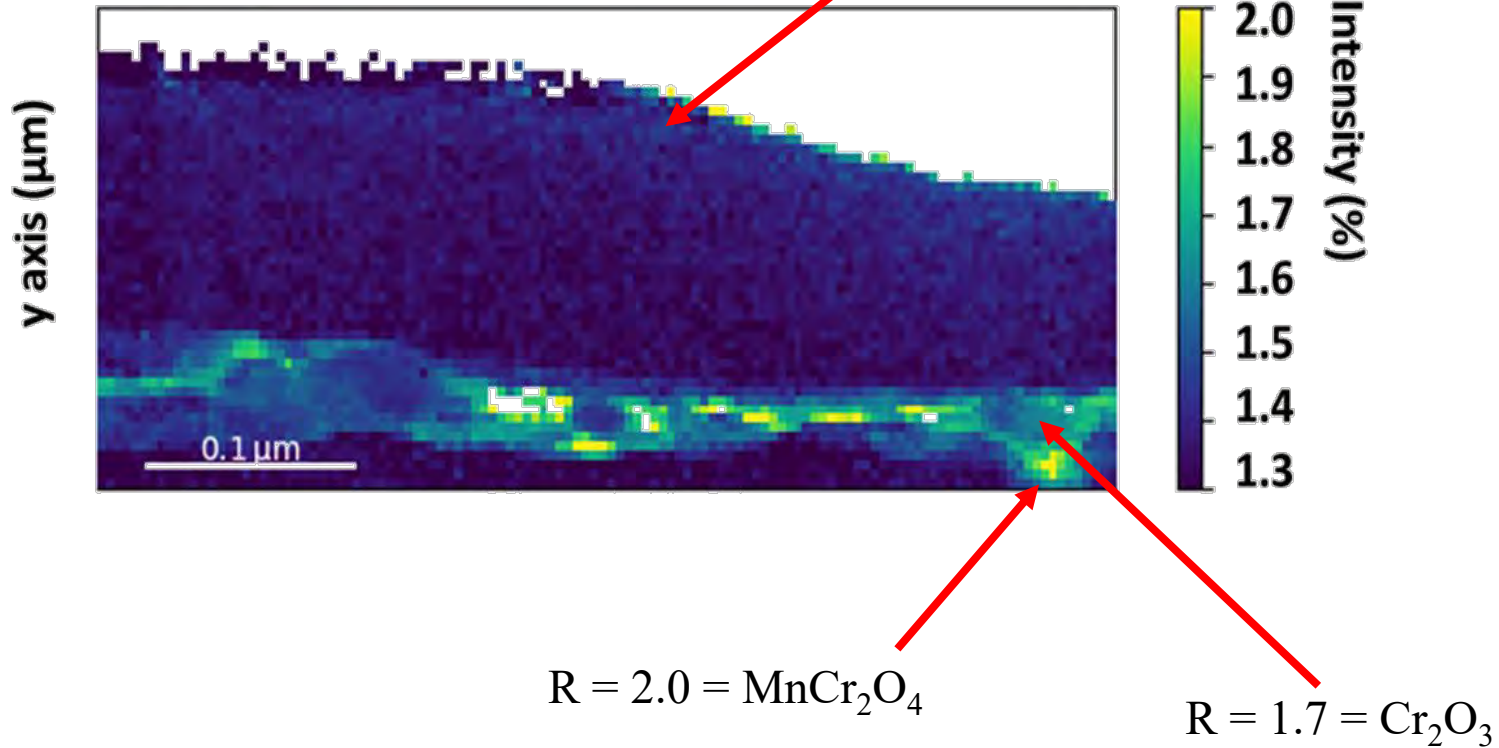




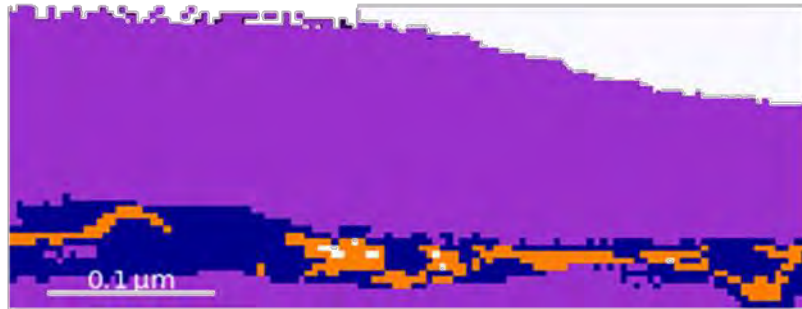
La grieta originada por el defecto se oxida y forma óxidos mixtos de cromo y manganeso



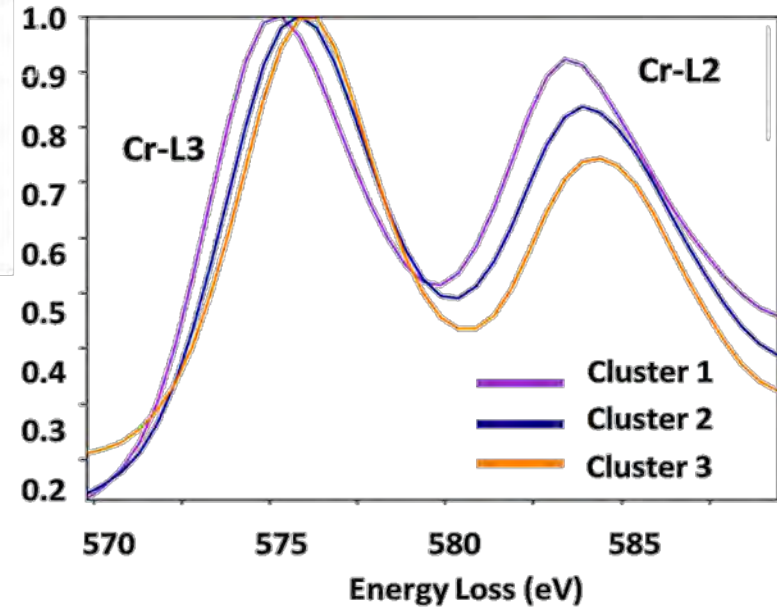
Mapa del radio de intensidad entre Cr-L3/ Cr-L2



K-Means Clustering

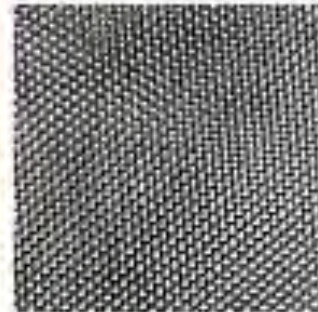


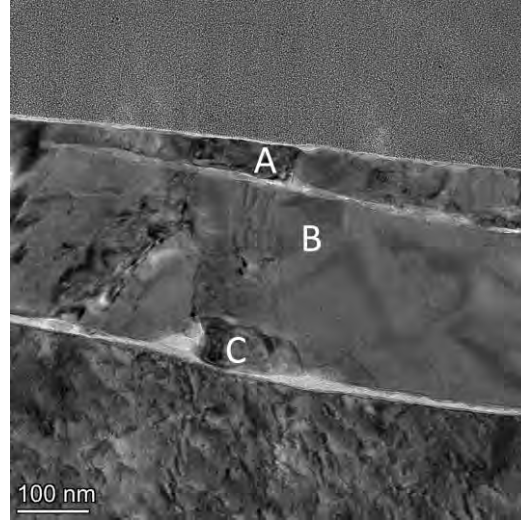
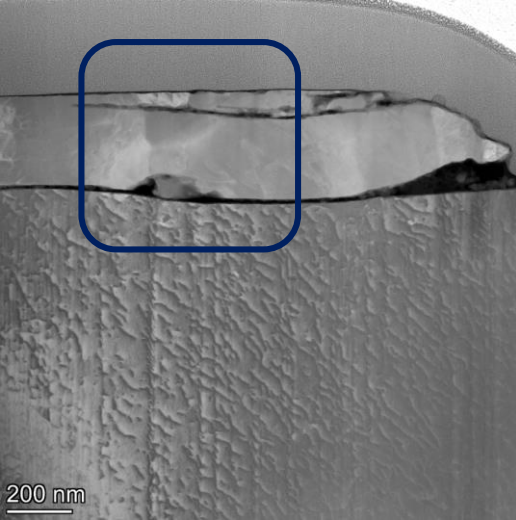
El algoritmo nos devuelve 3 clústeres, confirmando lo visto anteriormente.



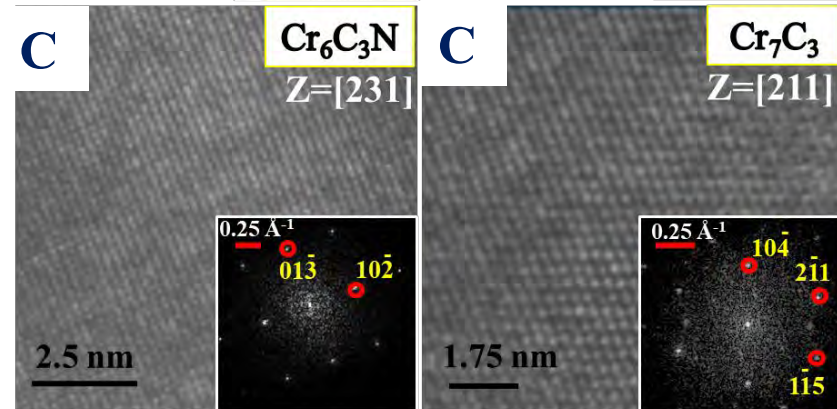
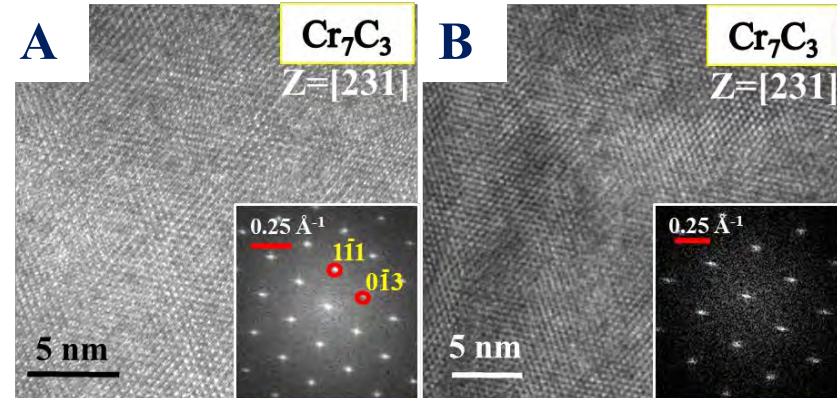
RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS EL PROCESO DE PRODUCCIÓN

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN





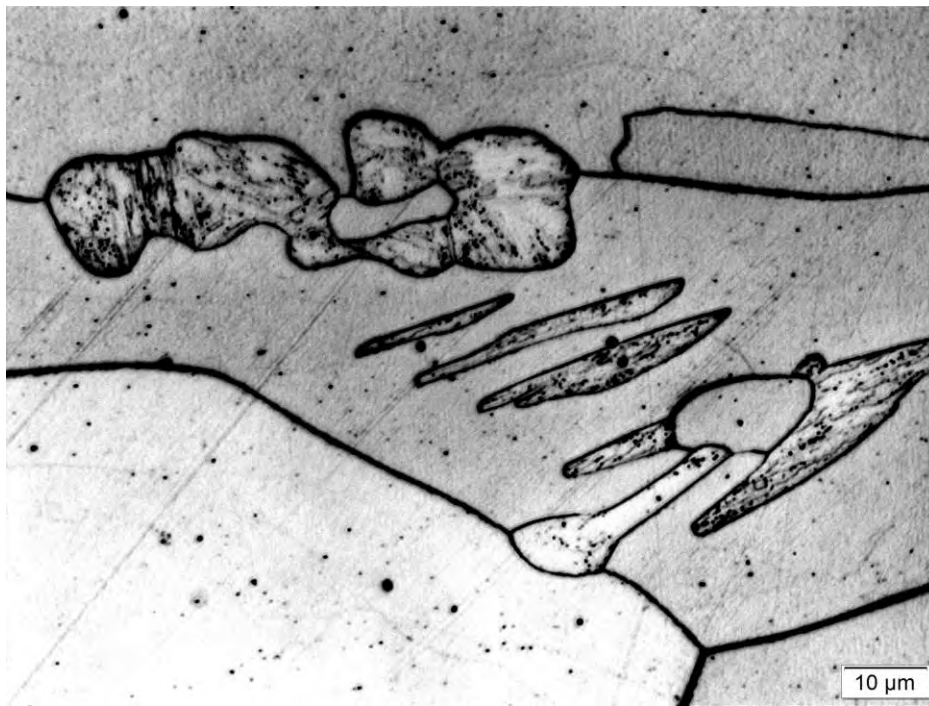
La mayoría de carburos encontrados son del tipo M_7C_3 , los cuales, según la bibliografía, se originan a partir de $T = 1000^\circ\text{C}$



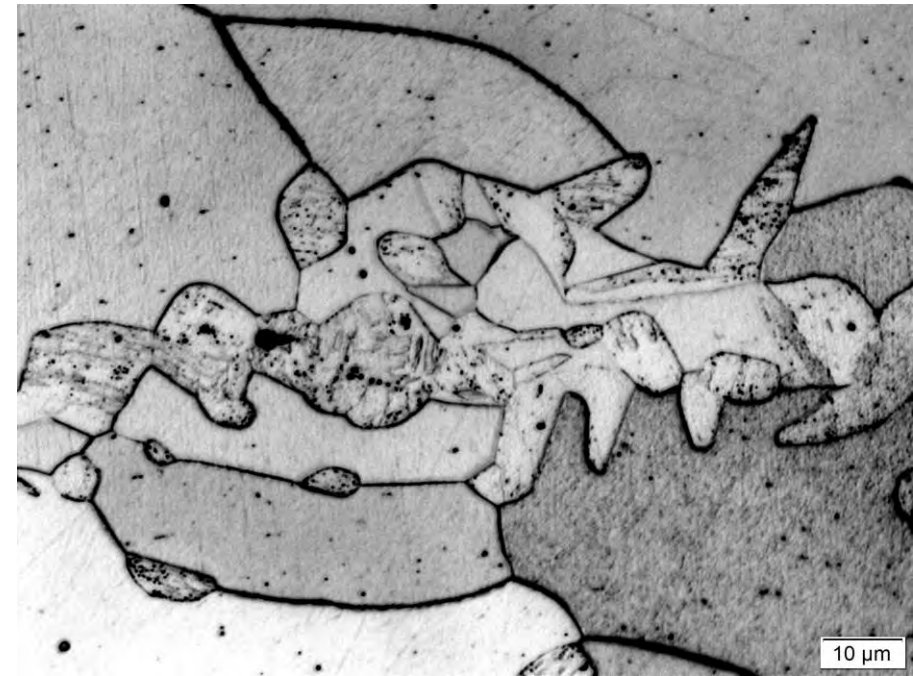
RESULTADOS DE ESTUDIOS TRAS UN TRATAMIENTO TÉRMICO A 1000°C

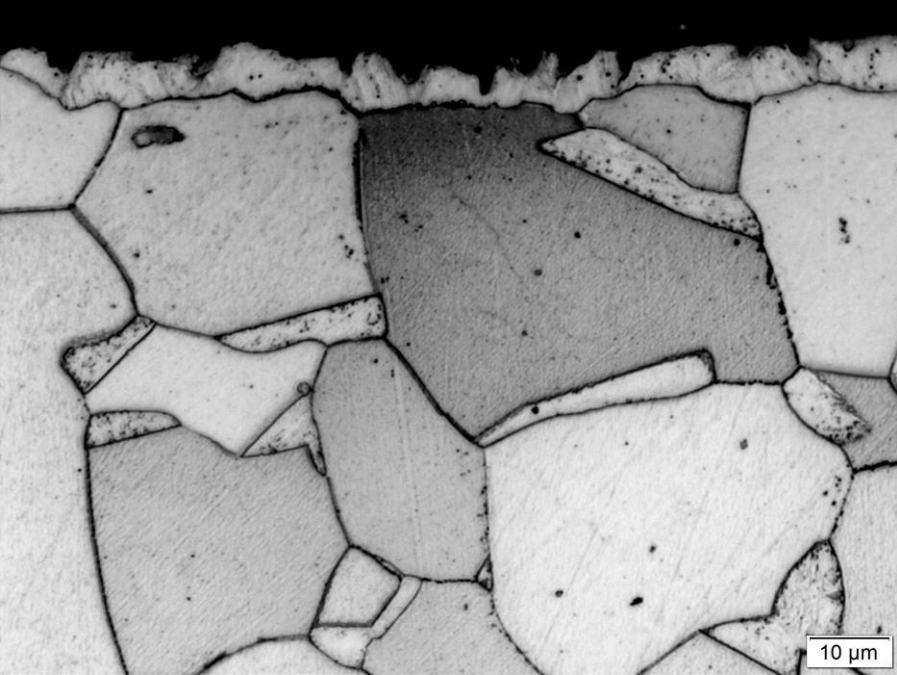
MICROSCOPIA ÓPTICA





Los granos centrales crecen y se forman nuevos núcleos de austenita $T > A_{c1}$ que se transforma en martensita al enfriar rápidamente.



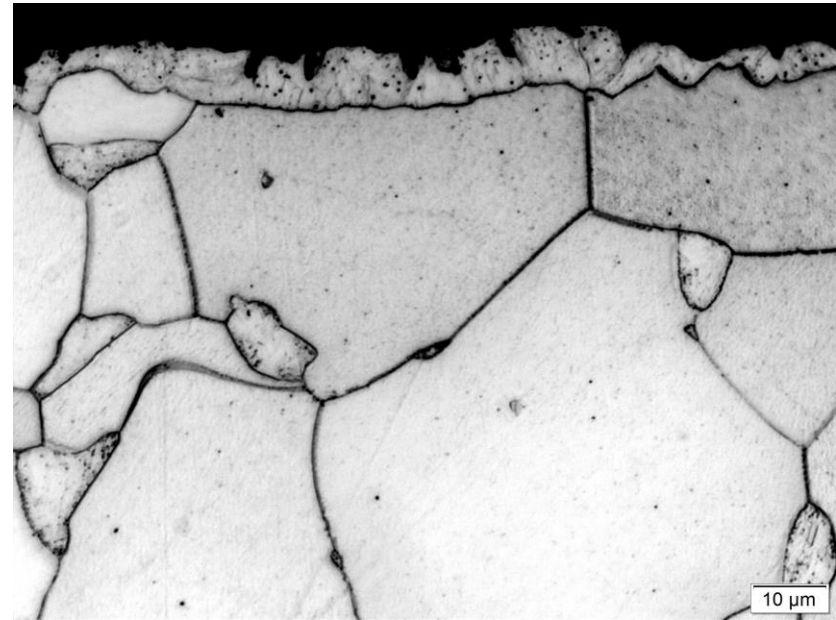


Los precipitados formando bandas **desaparecen**, así como la acumulación en los límites de grano.

El tratamiento ha **hecho crecer** también **los subgranos superficiales** y ahora son mucho más evidentes.



Los precipitados dentro de los subgranos crecidos no pueden difundir y siguen quedándose “atrapados”.
Apariencia semejante a la martensita central.



TRABAJO FUTURO

- *COMPROBAR POR EBSD SI SE TRATA DE MARTENSITA SUPERFICIAL.*

CONCLUSIONES

- Tras LC el material se enfría antes de disolver la martensita.
- Superficie: subgranos sin recristalizar – Falta de recocido.
- El material se decapa con superficie no recristalizada.
- Los precipitados actúan de vía fácil para la entrada de ácidos.
- Separación de subgranos de superficie formando pestañas.
- **Esta pestaña no puede recristalizar en la BA porque ya no forma parte del “bulk”.**
- Las grietas generadas por las pestañas se oxidan y forman óxidos de cromo y espinales $MnCr_2O_4$ heterogéneamente distribuidos.
- Las pestañas generadas tienen numerosos precipitados ricos en cromo y deficientes en hierro.
- Los resultados TEM confirman que la mayoría son Cr_7C_3 pero puede haber más, como carbonitruros de cromo.

AGRADECIMIENTOS

A Acerinox y la UCA por hacer posible esta Tesis Industrial.
Especialmente a mis directores de Tesis, Juan Almagro y Luc Lajaunie,
por acompañarme en el proceso, el cual, no ha sido nada fácil.
Y por supuesto a todas las personas que me ha llevado conocer esta
Tesis.

X JORNADAS CÁTEDRA ACERINOX
MARZO 2023



“ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL, NANOESTRUCTURAL Y A ESCALA ATÓMICA DE LOS FENÓMENOS DE SENSIBILIZACIÓN DE ACEROS INOXIDABLES FERRÍTICOS”

BEATRIZ AMAYA DOLORES

CONTACTO:



beatriz.amaya@acerinox.com



X JORNADAS CÁTEDRA ACERINOX

