

Evolución estructural de aceros martensítico-ferríticos 9%Cr en tratamientos térmicos relacionados con operaciones de fabricación o servicio.

Structural Evolution of 9%Cr Martensitic-Ferritic Steels in Heat Treatments Related to Manufacturing or Service Operations.

Presentación: 01/10/2023

Nicolás Iriberry

Gerencia Materiales, Gerencia de Área Energía Nuclear, Comisión Nacional de Energía Atómica.
Instituto de Tecnología e Ingeniería, Universidad Nacional de Hurlingham.
nicolasiriberri@cnea.gov.ar

Mercedes A. Duran

Instituto de Tecnología e Ingeniería, Universidad Nacional de Hurlingham.
mercedes.duran@unahur.edu.ar

Maria I. Luppó

Gerencia Materiales, Gerencia de Área Energía Nuclear, Comisión Nacional de Energía Atómica.
luppó@cnea.gov.ar

Claudio A. Danon

Gerencia Materiales, Gerencia de Área Energía Nuclear, Comisión Nacional de Energía Atómica.
danon@cnea.gov.ar

Resumen

Se estudió cualitativamente la influencia de la velocidad de calentamiento a la austenita y la temperatura de austenizado sobre la distribución de tamaño de grano austenítico en ciclos térmicos simples para un acero ASTM A335 grado P92, con el objeto de estimar las velocidades críticas que producen una distribución de tamaño de grano heterogénea. Los ensayos se realizaron con un dilatómetro de alta velocidad y alta resolución y se caracterizó a las muestras mediante microscopía óptica. Se proponen relaciones cualitativas entre temperatura de austenizado y velocidad crítica de calentamiento a la austenita para la producción de una distribución heterogénea de granos austeníticos.

Palabras clave: Acero, Velocidad crítica, Dilatómetro, P92, Grano heterogéneo, Microscopía.

Abstract

The influence of the heating rate to austenite and austenitizing temperature on the austenitic grain size distribution was qualitatively studied in simple thermal cycles for an ASTM A335 grade P92 steel, in order to estimate the critical heating rates that result in a heterogeneous grain size distribution. The experiments were

conducted using a high-speed, high-resolution dilatometer, and the samples were characterized through optical microscopy. Qualitative relationships were proposed between the austenitization temperature and the critical heating rate for the production of a heterogeneous distribution of austenite grain size.

Keywords: Steel, Critical heating rate, Dilatometer, P92, Heterogeneous grain, Microscopy.

Introducción

Los aceros martensítico-ferríticos 9% Cr 1% Mo y modificaciones de éstos han sido largamente empleados en la fabricación de componentes de centrales térmicas, calderas, intercambiadores de calor, cañerías y tuberías, etc. Esto se debe a que poseen una excelente combinación de propiedades como resistencia al creep, tenacidad y resistencia a la oxidación a alta temperatura. En particular, en las últimas décadas se ha logrado un incremento sustancial de sus prestaciones como el aumento de las temperaturas de servicio y la obtención de valores cada vez más importantes de resistencia a la ruptura.

La influencia de la velocidad de calentamiento a la austenita (γFe) sobre el tamaño y la distribución de tamaño de grano austenítico es de particular importancia para este tipo de aceros, ya que la formación de una estructura austenítica heterogénea en cuanto a tamaño de grano no es deseada. El fenómeno de crecimiento de grano heterogéneo ya ha sido informado con anterioridad en la literatura referida a aceros al carbono [1], aceros microaleados al Ti y V [2] o Nb [3], y aceros martensíticos 9% Cr [4]; en todos los casos se observó la existencia de un *valor crítico* para la velocidad de calentamiento a la austenita, a partir del cual se dispara dicho crecimiento heterogéneo *sin variar la temperatura ni el tiempo de austenizado*. En los aceros estabilizados por el agregado de aleantes, que afinan el grano austenítico por precipitación de segundas fases y subsiguiente anclaje de los bordes de grano, existe una relación empírica entre el tamaño promedio de grano austenítico, la fracción en volumen de la fase que ancla y el diámetro crítico de las partículas necesario para producir el anclaje.

El foco del presente trabajo es evaluar el fenómeno de crecimiento heterogéneo de grano austenítico en un acero ASTM A335 grado P92 -sobre el que ya existe experiencia previa [5][6]- y caracterizar la manifestación del mismo en función de las condiciones de austenización, esto es, la velocidad de calentamiento a la austenita, el estado metalúrgico de partida, la temperatura y el tiempo de austenización. El crecimiento de grano austenítico se observa gracias a la nucleación y crecimiento iniciales de ferrita (αFe) y la formación de carburos en los bordes de grano austeníticos durante una transformación isotérmica posterior a la etapa de austenizado, lo cual “decora” la microestructura evidenciando el tamaño de los granos austeníticos previos.

Materiales y métodos

El material estudiado fue un acero ASTM A335 grado P92, provisto en forma de tubo de 9,5 mm de espesor de pared por la firma Vallourec & Mannesmann (Francia) [7][8]; la composición química se detalla en la Tabla 1. El tratamiento térmico comercial con el cual fue recibida la aleación fue un normalizado a 1060 °C durante 20 minutos y luego revenido durante 1 hora a 780 °C.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Nb	V	N	B	W	Fe
0.13	0.24	0.46	0.016	0.004	8.72	0.38	0.17	0.010	0.06	0.20	0.050	0.002	1.63	Bal.

Tabla 1: Composición química del acero ASTM 335 grado P92 (% peso).

Para realizar los ensayos dilatométricos se mecanizaron muestras de geometría cilíndrica, con 10 mm de longitud y 4 mm de diámetro. Los ciclos térmicos controlados fueron realizados mediante un dilatómetro Bähr DIL 805 A de alta resolución y alta velocidad. Las muestras fueron calentadas a velocidades V_c , hasta las

temperaturas de austenizado T_a , con mantenimiento por 15 minutos. Luego se realizó un enfriamiento controlado a 10 °C/s hasta la temperatura de 650 °C, manteniendo esta temperatura por el tiempo requerido para la transformación parcial o total a ferrita y la precipitación de carburos, para realizar posteriormente un enfriamiento final a 1 °C/s hasta 25 °C. Todas las muestras partieron del mismo estado metalúrgico inicial.

Para T_a se adoptaron los valores 1010, 1050 y 1070 °C y para V_c valores exploratorios elegidos dentro del conjunto (1, 15, 30 y 50) °C/s de acuerdo a la temperatura de austenizado, con el objetivo de identificar la velocidad crítica.

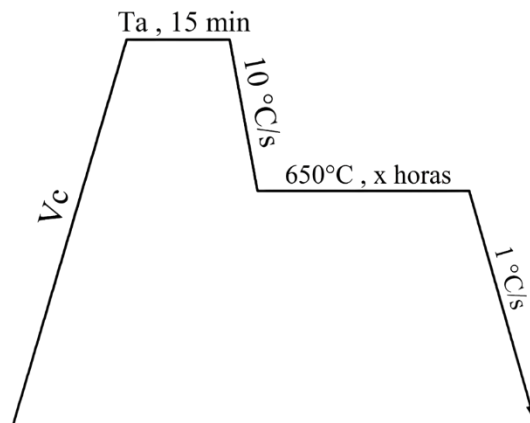


Figura 1: Esquema de ciclos térmicos realizados en las muestras.

Los valores adoptados para los parámetros experimentales en los distintos ciclos térmicos efectuados se presentan en la Tabla 2, junto con la identificación de cada ensayo.

T_a [°C]	1010						1050				1070			
Muestras	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10 ¹	M11	M12	M13	M14
V_c [°C/s]	50		1			30	1	30	15	1	15	1		7.5
Tiempo a 650°C [h]	4		7			10		12	16	30	36	14,5	36	24

Tabla 2: Tratamientos térmicos realizados en este trabajo.

La observación del fenómeno de crecimiento de grano austenítico se logró mediante la nucleación y crecimiento iniciales de ferrita (α Fe) y la formación de carburos en dichos bordes de grano durante la meseta a 650 °C, lo cual “decora” la microestructura evidenciando el tamaño de los granos de austenita (γ Fe).

La preparación de las muestras para observación metalográfica se realizó basándose en la norma ASTM E 3; el pulido fino fue llevado a cabo mediante pasta de diamante de 6 y 1 μ m. El revelado de la microestructura -tanto para el estado de recepción como para el estado posterior a cada ciclo térmico- se llevó a cabo mediante el reactivo Vilella, por 20 segundos, obtenido a partir de la norma ASTM E 407.

Resultados

En primer lugar se procedió a realizar el revelado de la microestructura de las muestras en estado de recepción. Como se observa en la Figura 2, la estructura consta de una matriz de martensita revenida en listones, con carburos de los elementos aleantes finamente dispersos en la misma.

¹ Ciclo Térmico con $V_c = 1^\circ\text{C}/\text{seg}$, 30min a 1050°C, enfriamiento a 0.3°C/seg hasta 650 °C y permanencia por 30hs, luego un enfriamiento a 0.3°C/seg hasta 20°C [7].

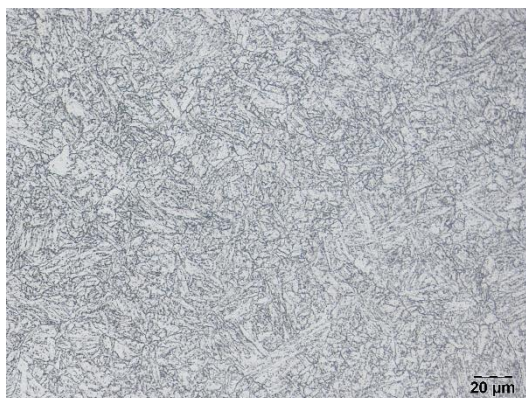


Figura 2: Estado de recepción, representativo de todas las muestras, 500x.

La Figura 3 exhibe las curvas correspondientes a los ciclos dilatométricos efectuados para las temperaturas de austenizado T_a 1010, 1050 y 1070 °C.

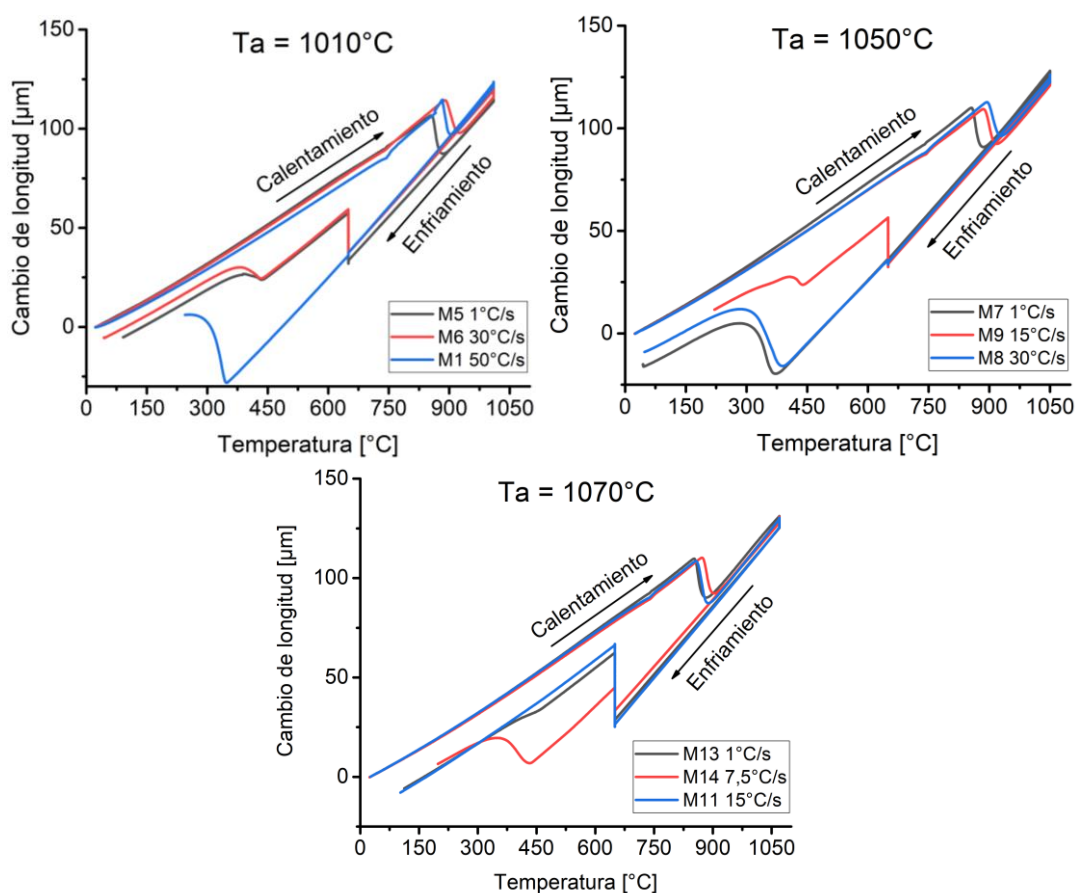


Figura 3: Curvas de dilatación.

Se observa la dilatación en función de la temperatura para cada ciclo térmico completo; en particular, pueden identificarse las anomalías correspondientes a la transformación martensita revenida-austenita en calentamiento, los segmentos verticales que corresponden a la transformación isotérmica parcial o total de austenita (fcc) a ferrita (bcc) a 650 °C y la transformación martensítica de la austenita remanente -que comienza a temperaturas del orden de los 400-450 °C- durante el enfriamiento final en los casos de transformación isotérmica incompleta a la ferrita.

La variación de la fracción de martensita y de ferrita (αFe) observada en la microestructura final es una consecuencia de los ciclos térmicos realizados, ya que la transformación $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Carburos}$ se completó en algunos casos y resultó incompleta -con distintos grados de avance- en otros.

En los casos (mayoritarios) de transformación isotérmica incompleta a la ferrita, la observación metalográfica de las distintas muestras permitió identificar estructuras martensíticas que ocupan la región interior de cada exgrano austenítico y coexisten con ferrita nucleada en los bordes de dichos exgranos. Además, se evidencia la formación de carburos de los elementos aleantes asociada a la nucleación de la ferrita. Se genera de esta manera un “decorado” de lo que fue el borde de grano de la fase madre; en este caso, austenita (γFe). En los casos de transformación isotérmica completa a la ferrita los granos de esta fase cubren el total de la microestructura final.

La formación de carburos en los bordes del grano austenítico previo permite apreciar cualitativamente la distribución de tamaño de dichos granos para los distintos ciclos térmicos realizados con T_a 1010, 1050 y 1070 °C.

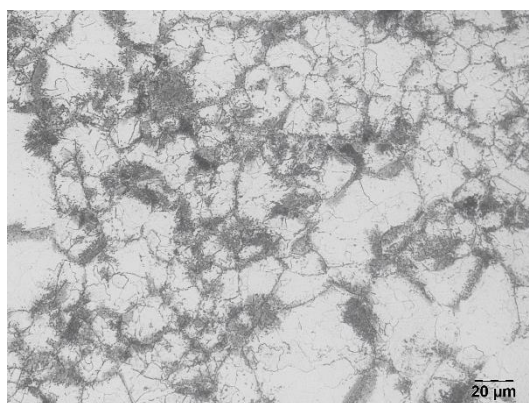


Figura 4: Formación de carburos en borde del grano austenítico previo
Muestra M13 luego del ciclo térmico, micrografía a 500x.

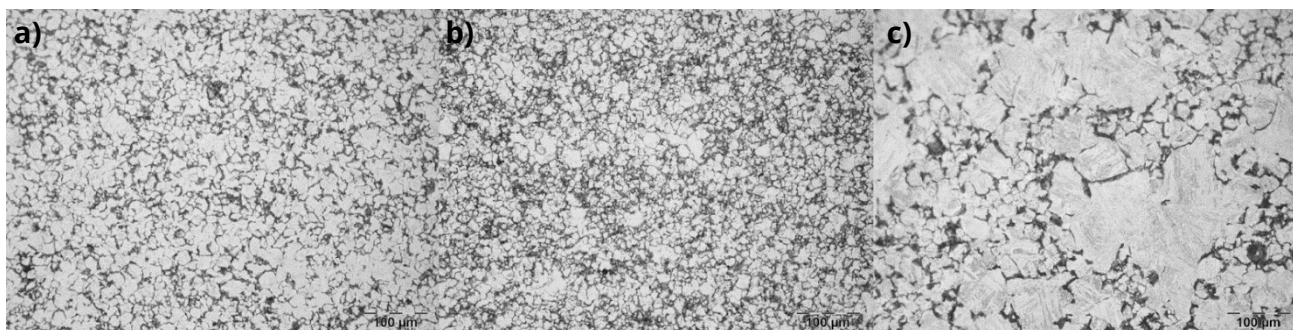


Figura 5: Micrografías a 200x de las muestras con austenización a 1010°C
a) $V_c=1^\circ\text{C/s}$ b) $V_c=30^\circ\text{C/s}$ c) $V_c=50^\circ\text{C/s}$.

Por otra parte, en las Figuras 5 y 6 se aprecia cómo, al aumentar la velocidad de calentamiento, se dispara un crecimiento heterogéneo del grano austenítico previo *sin variar la temperatura ni el tiempo de austenizado*, siendo ya notado con $V_c = 50^\circ\text{C/s}$ para la temperatura de austenizado de 1010 °C y con $V_c = 30^\circ\text{C/s}$ para una temperatura $T_A = 1050^\circ\text{C}$.

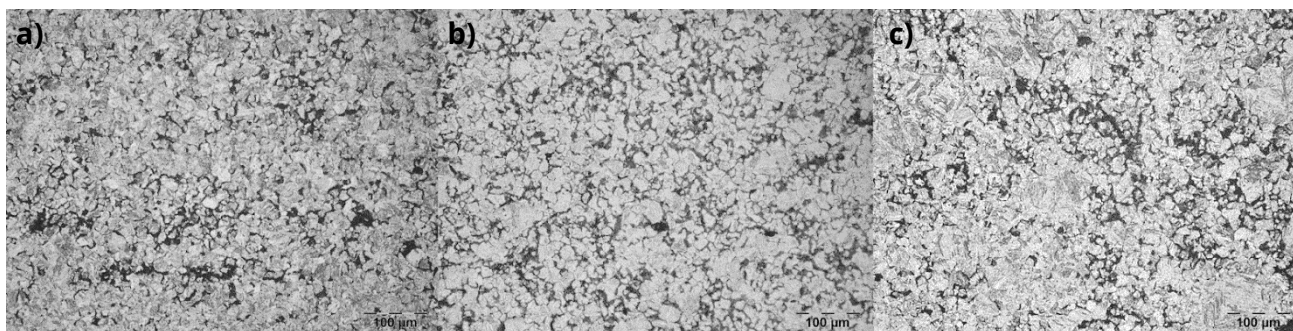


Figura 6: Micrografías a 200x de las muestras con austenización a 1050 °C.
a) $V_C=1^\circ\text{C/s}$ b) $V_C=15^\circ\text{C/s}$ c) $V_C=30^\circ\text{C/s}$

Los resultados obtenidos sugieren que, hasta la temperatura de 1050 °C, la velocidad crítica necesaria para la formación de una estructura de granos austeníticos heterogénea disminuye con el aumento de la temperatura de austenizado.

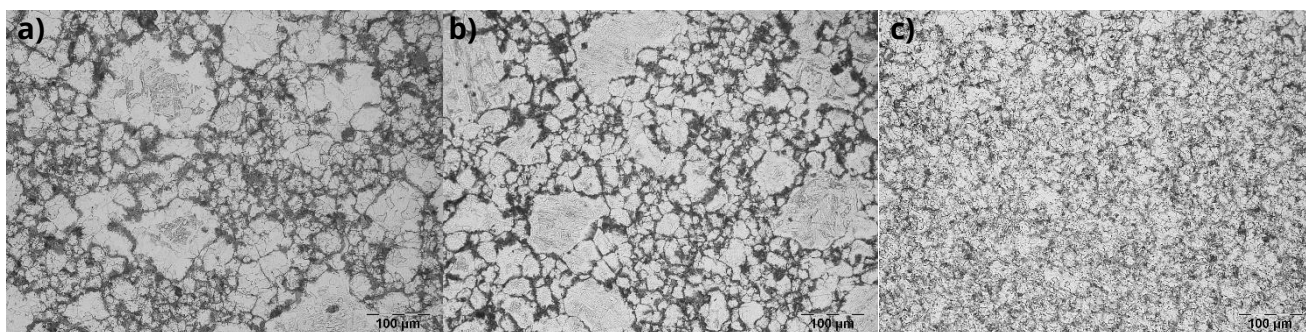


Figura 7: Micrografías a 200x de las muestras con austenización a 1070 °C
a) $V_C=1^\circ\text{C/s}$ b) $V_C=7,5^\circ\text{C/s}$ c) $V_C=15^\circ\text{C/s}$.

Por el contrario, en los ciclos con $T_A = 1070^\circ\text{C}$, correspondientes a la Figura 7, se observó que para $V_C = 1^\circ\text{C/s}$ las muestras evidencian crecimiento heterogéneo del grano austenítico previo en forma notable, con $V_C = 7,5^\circ\text{C/s}$ el fenómeno se presenta de manera menos severa, pero aun así hay crecimiento heterogéneo, y para $V_C = 15^\circ\text{C/s}$ se obtiene una distribución homogénea de grano austenítico previo. Además en la Figura 7 a) se presenta un ejemplo de transformación parcial $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Carburos}$, que corresponde a M13 de la Figura 3, mientras que para el caso ilustrado en la Figura 5 a) la transformación $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Carburos}$ fue completa; esto es consistente con la ausencia de transformación martensítica evidenciada en la Figura 3 para M11.

Conclusiones

- Se logró observar el fenómeno de crecimiento heterogéneo de grano austenítico en condiciones experimentales específicas.
- Se observó una tendencia a la disminución de la velocidad crítica de calentamiento con el aumento de la temperatura de austenizado hasta 1050 °C.
- Para obtener una estructura homogénea a una temperatura de austenizado de 1070 °C, es crucial que la velocidad de calentamiento sea mayor a 7,5 °C/s y semejante a 15 °C/s.

- Las observaciones realizadas sugieren una sensibilidad significativa de la cinética de transformación isotérmica $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Carburos}$ frente al tiempo de austenizado, esto es, frente a un menor tiempo de austenizado, la transformación se vería retardada con respecto a un tiempo de austenizado de 30 minutos.
- El dilatómetro utilizado demostró poseer características adecuadas para este tipo de estudios, debido al amplio rango de velocidades de calentamiento y enfriamiento controlado que es capaz de desarrollar.

Referencias

- [1] Sheard, G., & Nutting, J. (1979). Examination of recrystallization and grain growth of austenite with the photoemission electron microscope. *Metal Science*, 13, 131-135.
- [2] Peñalba, F., García de Andrés, C., Carsi, M., & Zampirain, F. (1996). Austenite grain size evolution and continuous cooling transformation diagrams in vanadium and titanium microalloyed steels. *Journal of Materials Science*, 31(15), 3847-3852.
- [3] Rossi, A., Mascanzoni, G., Crispoldi, G., & de Meo, F. (1987). Development of a Nb-Ti-N steel for production of tractor links by hot forging and direct quenching. In G. Kraus & S. K. Banerji (Eds.), *Fundamentals of Microalloying Forging Steels* (pp. 351-365). The Metallurgical Society of AIME.
- [4] Danón, C., Servant, C., Alamo, A., & Brachet, J. C. (2003). Heterogeneous austenite grain growth in 9Cr martensitic steels: influence of the heating rate and the austenitization temperature. *Materials Science and Engineering: A*, 348, 122-132.
- [5] Cabrera, J. M., Al Omar, A., & Prado, J. M. (1996). Abnormal grain growth in a medium-carbon microalloyed steel. *Journal of Materials Science*, 31(5), 1303-1309.
- [6] Honeycombe, R. W. K., & Bhadeshia, H. K. D. H. (1995). *Steels: Microstructure and Properties* (2nd ed.). Butterworth-Heinemann.
- [7] Hintze Cesaro, A. (2017). Estudio de la transformación isotérmica austenita→ferrita en un acero 9% Cr grado 92, candidato para la fabricación de componentes estructurales de reactores de cuarta generación (Tesis de Maestría en Ciencia y Tecnología de Materiales). Instituto de Tecnología “Prof. Jorge A. Sabato” UNSAM-CNEA.
- [8] Durán, M. A. (2018). Evaluación del crecimiento heterogéneo de grano austenítico en un acero ASTM A335 grado P92 (Tesis de Maestría en Ciencia y Tecnología de Materiales). Instituto de Tecnología “Prof. Jorge A. Sabato”.UNSAM-CNEA.