

# Comportamiento al creep de un acero Grado HP a 900°C

## Creep behaviour of HP Grade steel at 900°C

Presentación: xx/10/2024

### Daniela Alessio

Departamento de Ingeniería - UNS  
dalessio@uns.edu.ar

### Sandra Robles

Departamento de Ingeniería -UNS  
srobles@uns.edu.ar

### René J. Molina

Grupo de Estudios de Materiales (GEMAT) - UTN FRBB  
rjmolina@criba.edu.ar

### Lilian Moro

Grupo de Estudios de Materiales (GEMAT) - UTN FRBB  
lmoro@frbb.utn.edu.ar

### Resumen

Para el estudio de la resistencia del acero termo-resistente Gr HP microaleado con Nb y Ti se realizaron ensayos de creep a tracción a temperaturas en el rango de los 700 a 950°C y tensiones entre 50 y 110 MPa, con un equipo que permite ensayar hasta tres probetas en forma independiente a tensión y temperatura constantes, controlado por un sistema de adquisición de datos.

Se observó que a 80 MPa y 900°C el estadio secundario es breve y la rotura de la probeta es súbita, no obstante, la velocidad de deformación en ese estadio resultó semejante a los valores determinados a tensiones inferiores en la misma condición de temperatura, en discordancia a la respuesta predecible.

Se repitieron los ensayos a 900°C y a tensiones de 75, 80 y 85 MPa, y se constató el mismo comportamiento. Los resultados del análisis de la microestructura, que evidenció diferencias en la morfología, densidad de los carburos en borde grano e intragranulares, junto a los valores determinados de dureza a 80 MPa, convalidan la pérdida de la resistencia y el comportamiento observado.

Palabras clave: Acero termo-resistente, Grado HP, Termofluencia

### Abstract

For the study of the strength of a heat-resistant steel Gr HP microalloyed with Nb and Ti, tensile creep tests were carried out at temperatures in the range of 700 to 950°C and stresses between 50 and 110 MPa, with an equipment that allows up to three test pieces to be tested independently at constant stress and temperature, controlled by a data acquisition system.

It was observed that at 80 MPa and 900°C the secondary stage is short and the fracture of the specimen is sudden, however, the deformation rate at that stage was similar to the values determined at lower stresses under the same temperature condition, in disagreement with the predicted response.

The tests were repeated at 900°C and at stresses of 75, 80 and 85 MPa, and the same behavior was observed. The results of the microstructure analysis, which showed differences in the morphology, density of the carbides at the grain boundary and intragranular, together with the determined hardness values at 80 MPa, validate the loss of strength and the observed behavior.

Keywords: Heat-resistant steel, HP Grade, Creep

## Introducción

En general, los equipos de plantas termoeléctricas o petroquímicas se exponen a temperaturas elevadas, entorno agresivo y estados de sollicitación que dan origen a diferentes mecanismos de daño tal como la degradación, la deformación o agrietamiento. El mecanismo de falla predominante, cuando en servicio están sometidos a combinación de altas temperaturas y tensiones moderadas, es la termofluencia, fluencia lenta o creep (Ray et al., 2003; Jacobi and Gommans, 2003). Consecuentemente, para lograr un funcionamiento fiable de la planta, se requiere un diseño eficiente de los componentes, que contemple su vida útil y, para ello, es necesario conocer las propiedades mecánicas y los mecanismos de degradación microestructural, de las aleaciones empleadas (Voicu et al., 2009). En la bibliografía se dispone de significativas investigaciones vinculadas al estudio de la microestructura de estos aceros y la forma de mejorar las propiedades de resistencia al creep mediante el agregado de aleantes (de Almeida et al., 2003; Cruz Nascimento et al., 2023; Andrade et al., 2015).

Los autores de este trabajo, con el propósito de analizar el comportamiento al creep de los aceros utilizados frecuentemente en los equipos de la industria local, en particular, de la serie HP, han realizado diversos estudios experimentales mediante ensayos isotérmicos de creep por torsión y por tracción (Alessio et al., 2012; Alessio et al., 2017). En los ensayos realizados con acero HP modificado con Nb y Ti a 900°C, se observó una singularidad en los valores de la velocidad de creep en el estadio secundario. Los valores obtenidos a 80 MPa eran del mismo orden que a tensiones inferiores, tendencia contraria a la prevista.

Estudios de otros investigadores en superaleaciones base níquel, en los cuales se manifiesta un comportamiento similar, lo explican a partir del fenómeno denominado “rafting” que se observa cuando el material permanece a altas temperaturas. Consiste en un desplazamiento de las fases  $\gamma$  y  $\gamma'$ , que origina una disminución del espaciado intercrystalino generando tensión interna en el material. Esta transformación microestructural provoca una acumulación de dislocaciones sobre las fases, endureciendo al material, hasta que estas deslizan prosperando la deformación plástica (Reed and Rae, 2007; Reed and Rae, 2014).

Con el objetivo de profundizar el estudio de este comportamiento y dar respuesta al fenómeno observado, se llevaron a cabo ensayos de creep en tracción a 900 °C y a tensiones entre 70 y 90 MPa. Posteriormente, se analizó la evolución de la microestructura a partir del estudio metalográfico y se efectuó la medición de durezas en la sección transversal de las probetas ensayadas.

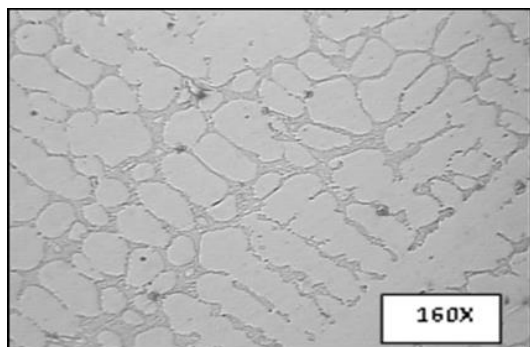
## Desarrollo

De un tubo de acero base Cr y Ni de la serie HP microaleado con Nb y Ti, se extrajeron muestras para la determinación de la composición química, la observación de la microestructura en la condición as cast y las probetas para los ensayos de creep. En la Tabla 1 se presenta la composición química (% en peso) determinada con un espectrómetro de emisión por plasma marca Spectromax modelo X.

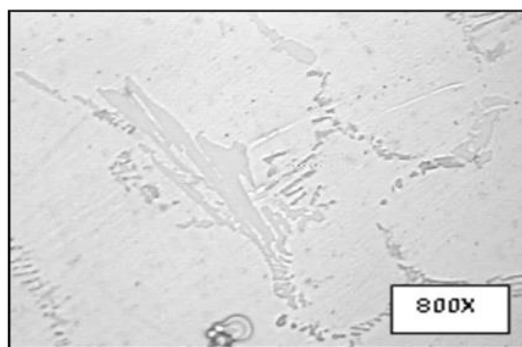
Material	C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	Mo	Ti	Fe
HP – mod.	0.41	2.06	1.04	25	33	1.13	0.95	0.3	Bal.

Tabla 1: Composición química de la aleación HP microaleado con Nb y Ti

Para la observación de la microestructura se empleó un microscopio invertido para aplicaciones de metalografía y control de materiales industriales, marca Leica DM ILM, equipado con una máquina fotográfica digital; la microscopía de barrido se realizó con un microscopio SEM- LEO- EVO 40XVP, con sistema de microanálisis del tipo EDX; en ciertas muestras de los ensayos realizados a la tensión de 80 MPa se obtuvo el mapeo de los distintos elementos. Las durezas de las muestras se midieron con un microdurómetro marca Future TECH modelo FM 300. Las probetas fueron desbastadas con abrasivos de diferentes granulometrías y atacadas químicamente con Kalling (0.5 g de  $\text{CuCl}_2$ , 100 ml de HCl, 100 ml de etanol).



a) Matriz austenítica con la estructura dendrítica



b) Carburos primarios eutécticos de Cr y de NbTi

Figura 1: Microestructura característica del acero HP-modificado en la condición as-cast

En la Fig.1 se puede observar la microestructura en la condición as-cast de la aleación HP modificada con Nb y Ti que consiste principalmente en una matriz austenítica con precipitados en los espacios interdendríticos.

La adición de niobio y titanio como modificadores microestructurales ha demostrado su eficacia a la hora de proporcionar una microestructura más estable a la aleación HP (Nunes et al., 2007). Se ha informado que pequeñas concentraciones de elementos, como el titanio, cambian la morfología del carburo MC de laminar a placas [Wen Tai and Honeycombe, 1985], dando lugar al carburo complejo de niobio y titanio ((NbTi)C), que es más estable a altas temperaturas. Este aumento de la estabilidad del carburo MC inhibe su transformación a fase G. La adición de titanio también promueve una precipitación intradendrítica uniforme y más fina.

Los ensayos de creep se realizaron a 900 °C y bajo tensiones en el rango de 70-90 MPa, de acuerdo con la norma ASTM E139 (ASTM, 2003), con una máquina desarrollada y construida por docentes investigadores del grupo GEMAT de la Facultad Regional Bahía Blanca [Molina et al., 2018).

En la Fig. 2 se presentan las curvas de creep correspondientes a las tensiones de interés en este estudio. Se puede observar que a la tensión aplicada de 80 MPa la velocidad de deformación es inferior a la manifestada a 75 y a 85 MPa. Asimismo, a la tensión de 80 MPa, el estado estacionario de deformación es breve y rompe súbitamente, mientras que a las otras dos tensiones el estadio es más extenso.

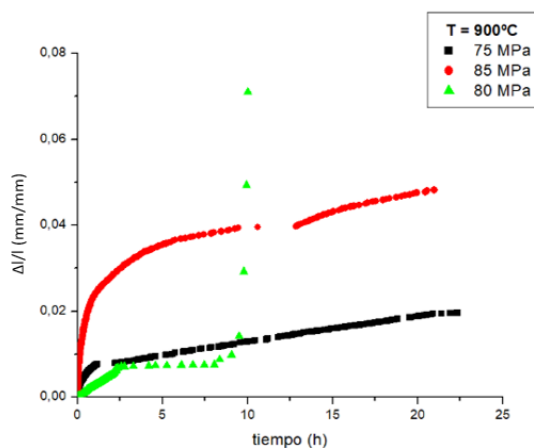


Figura 2: Curvas de creep a T = 900°C y tensiones de 75, 80 y 85 MPa

En la Tabla 2, se indican los valores de la velocidad de deformación en el estadio estacionario y la dureza Vickers a 900°C y 75, 80 y 85 MPa. Se aprecia a 80 MPa un menor valor de la velocidad de deformación y un mayor valor de la dureza, indicando que, bajo esta condición de tensión y temperatura, el material presenta menor tenacidad.

Temperatura [°C]	Tensión [MPa]	Velocidad de deformación $\dot{\epsilon}/t$ [1/h]	Dureza [HV]
900	75	6,20101E-4	204,4
	80	9,24246E-5	273,7
	85	6,65214E-4	201,5

Tabla 2. Valores de velocidad de deformación del material y dureza

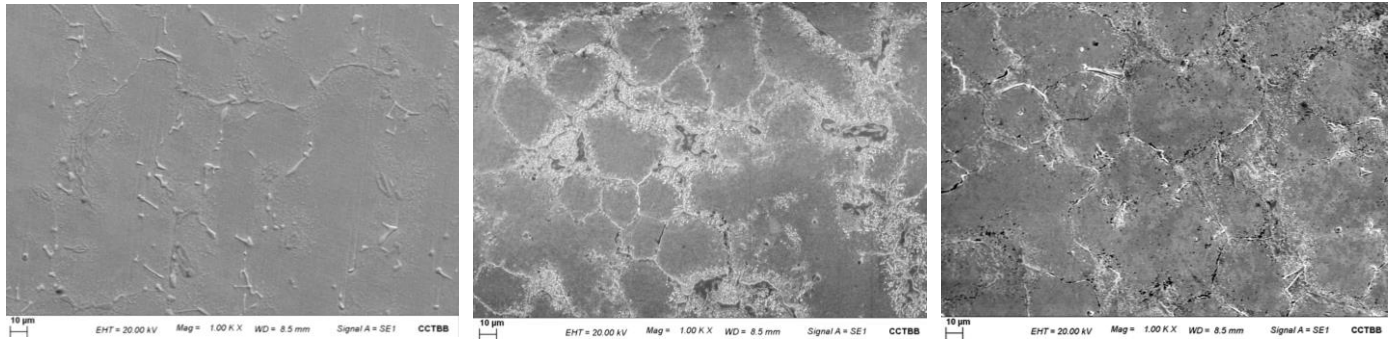


Figura 3: Variación de la microestructura a 900 °C y tensiones de 75, 80 y 85 MPa (1000x)

En la Fig. 3, se observan diferencias significativas en la microestructura a las distintas tensiones ensayadas a 900°C.

A 75 MPa se observa, que la red de carburos primarios de Nb, Ti y Cr en los bordes de grano se mantiene estable con escaso engrosamiento y un fino precipitado de carburos secundarios de cromo, ( $M_{23}C_6$ ), en la matriz (Fig. 4 y Tabla 3).

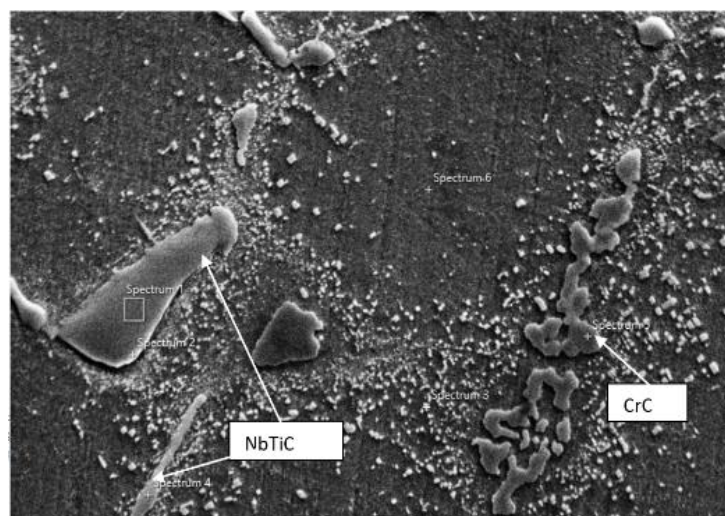
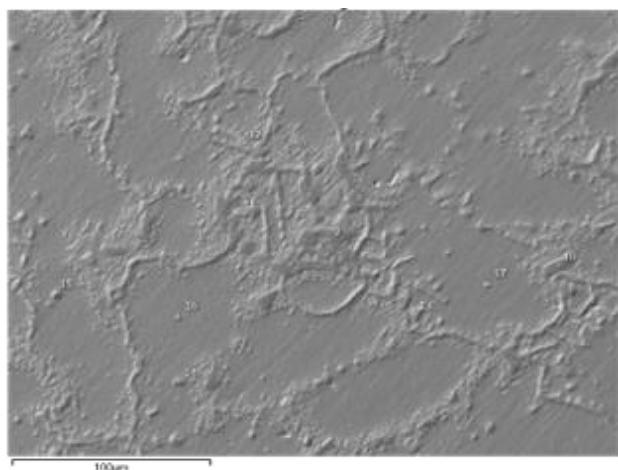


Figura 4: Microestructura a 900°C y a 75 MPa (4200x)

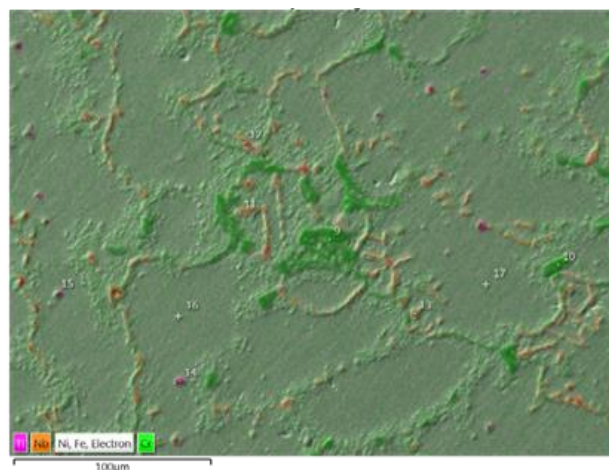
Espectro	Ni	Cr	Fe	Nb	Ti	C
1	6,5	5,7	4	52,4	6,1	24,5
2	12,2	8,3	7,6	41,7	4,4	24
3	20,6	25	30,4			11,8
4	10,9	9,3	6,8	42,8	4,9	23,7
5	4,1	71,5	9,6			14,5
6	30,8	21,9	35,8			10,1

Tabla 3. Valores de composición elemental en los puntos de análisis del SEM con EDS a 900°C y 75 MPa

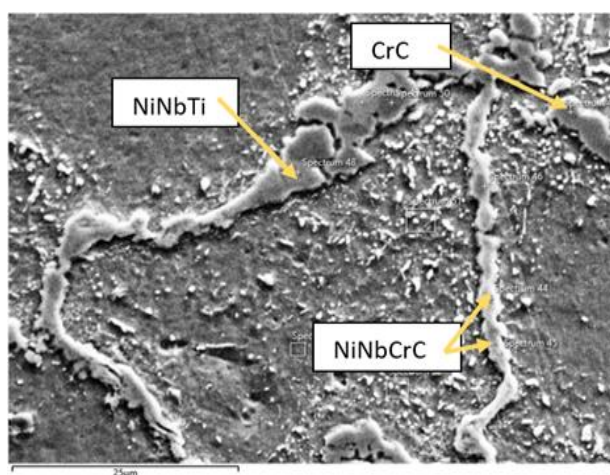
A 80 MPa, los bordes de grano se encuentran delimitados por carburos complejos de NiNbTi, de NiNbCr y carburos de Cr y en su entorno una nube de finos precipitados secundarios de  $Cr_{23}C_6$  uniformemente distribuidos, que inhiben el avance de dislocaciones, avalando la menor velocidad de deformación (Fig. 5). El incremento de la dureza resulta de la morfología de los carburos e incremento de los precipitados secundarios.



a) Imagen SEM (1000x)



b) Mapeo de los componentes elementales



c) Identificación de los carburos en borde de grano (4200x)

Figura 5: Microestructura a 900°C y a 80 MPa

A 85 MPa (Fig. 6), la disolución de los carburos presentes en la estructura, elimina las barreras que impiden el movimiento de las dislocaciones y reduce la resistencia al creep evidenciada por la formación de poros y microfisuras en los bordes de los carburos de Nb, Ti.

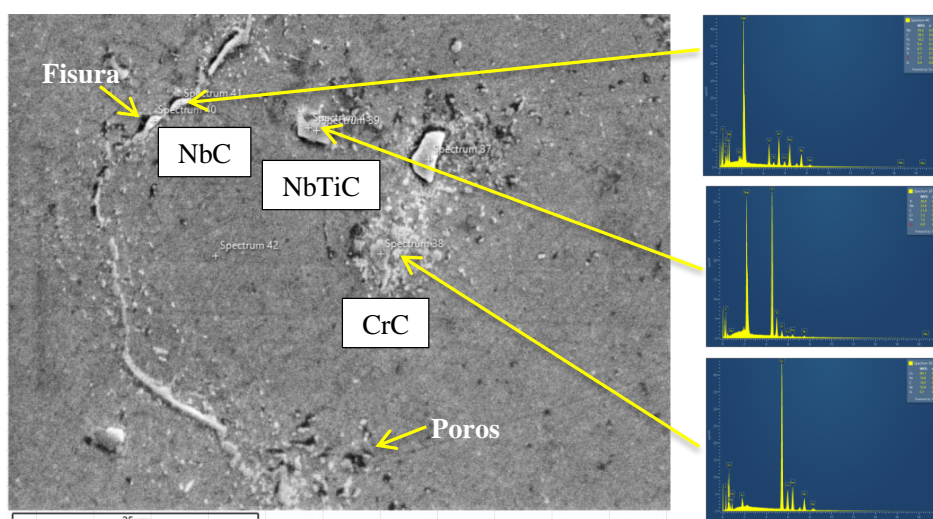


Figura 6: Microestructura a 900°C y a la tensión de 85 MPa (4200x)

## Conclusiones

Del análisis de las probetas del acero HP aleado con Nb y Ti ensayadas a 900°C y con tensiones entre 75 y 85 MPa, se observaron diferencias notables tanto en la microestructura como en los valores de dureza. Concretamente, a la tensión de 80 MPa, la disminución de la velocidad del estado secundario, se relaciona con la densidad de carburos complejos en los bordes de grano que impiden el avance de las dislocaciones durante la deformación que, sumado a la fina dispersión de carburos intragranulares, se manifiesta en el incremento de la dureza, indicio de la pérdida de la resistencia del material. Estos primeros resultados del comportamiento al creep de este acero bajo estas condiciones de tensión y temperatura no permiten aventurar una conclusión categórica. Por esta razón, se continúa con el estudio del material.

## Agradecimientos

Los autores de este trabajo agradecen la colaboración económica recibida de la Secretaria de Ciencia y Tecnología de la Facultad Regional Bahía Blanca (UTN), mediante el aporte a los Proyectos de Investigación y Desarrollo (PID), y de la Fundación Hermanos Agustín y Enrique Rocca, que permitió la realización de este trabajo.

## Referencias

Alessio D., Gonzalez G., Pirrone V. F., Iurman L., Moro L. (2012). Variation of creep properties in HP steel by influence of temperature. *Procedia Materials Science*, 1, 104–109.

Alessio D., Robles S., Moro L., Molina R. (2017). Ensayos de creep por torsión y tracción. *Avances en Ciencias e Ingeniería*, 8(4), 39–45.

Andrade, A.R., Bolfarini, C., Ferreira, L.A.M., Souza Filho, C.D., Bonazzi, L.H.C. (2015)., Titanium micro addition in a centrifugally cast HP Nb alloy: High temperature mechanical properties. *Mater. Sci. Eng. A*, 636, 48–52.

ASTM3-01-E139 (2003). *Standard test method for conducting creep, creep-rupture, and stress-rupture test of metallic materials*.

Cruz Nascimento M.L., Cruz Gallo F, dos Santos Queiroz F., Campolina Mendes M., Eckstein C.B., Nogueira L., Le May I., Ribeiro Pereira G., de Almeida L.H. (2023). Effect of short-time overheating in the morphology of primary carbides network in Nb and NbTi-modified HP stainless steels steam reforming tubes. *JMR&T*, 22, 382–392.

de Almeida, L.H., Ribeiro, A.F., Le May, I. (2003). Microstructural characterization of modified 25Cr–35Ni centrifugally cast steel furnace tubes. *Mater. Charact.*, 49, 219–229.

Jakobi D., Gommans R. (2003). Typical failures in pyrolysis coils for ethylene cracking, *Mater. Corros.*, 54, 881–886.

Molina R., Pender G., González G., Moro L. (2018). Comprobación de la uniformidad de resultados de un equipo de ensayos simultáneos de termofluencia. *Revista Materia*, 23(2), artículo e-12022.

Nunes F.C., de Almeida L.H., Dille J., Delplancke J.L., Le May I. (2007). Microstructural changes caused by yttrium addition to NbTi-modified centrifugally cast HP-type stainless steel. *Mater. Charact.*, 58, 132–142.

Ray A.K., Amarendra K.S., Yogendra N.T., Swaminathan J., Das G., Chaudhuri S., Singh R. (2003). Analysis of failed reformer tubes, *Eng. Fail. Anal.*, 10, 351–362.

Reed R.C., Rae C.M. (2014). *Physical Metallurgy of the Nickel-Based Superalloys*. Elsevier, UK.

Reed R.C., Rae C.M. (2007). Primary creep in single crystal superalloys: Origins, mechanisms and effects, *Acta Materialia*, 55(3), 1067–1081.

Voicu R., LaCie J., Andrieu E., Poquillon D., Furtado J. (2009). Creep and tensile behaviour of austenitic Fe–Cr–Ni stainless steels. *Mater. Sci. Eng. A*, 510–511, 185–189.

Wen-Tai H., Honeycombe R.W.K. (1985). Structure of centrifugally cast austenitic stainless steels: Part 2—Effects of Nb, Ti, and Zr. *Mater. Sci. Technol.*, 1, 390–397.