



Estudio de los mecanismos de deformación al creep en aceros austeníticos.

Study of deformation mechanisms to creep in austenitic steel

Presentación: 03/09/2024

Carlos Nacud

Grupo de Estudios de Materiales - Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Bahía Blanca
carlosnacud@frbb.utn.edu.ar

Ciro Sepúlveda

Grupo de Estudios de Materiales - Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Bahía Blanca
cirosepu13@gmail.com

Alejandro Staffa

Grupo de Estudios de Materiales - Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Bahía Blanca
astaffa@frbb.utn.edu.ar

Lilian Moro

Grupo de Estudios de Materiales - Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Bahía Blanca
lmoro@frbb.utn.edu.ar

Resumen

El objetivo de este trabajo es estudiar los mecanismos de deformación que se presentan en tres aceros austeníticos aleados Cr – Ni – Fe, cuando operan durante largos periodos de tiempo a altas temperaturas y elevados estados de tensión; en estas condiciones el material se somete a la deformación por termofluencia (creep), que es el mecanismo responsable de la pérdida de propiedades mecánicas.

Se realizan ensayos de termofluencia por tracción, trabajando a temperaturas entre 978 y 1173 K y a las tensiones entre 70 y 110 MPa, manteniendo ambas variables constantes durante cada ensayo en el material en condiciones de recepción. Se determinó la velocidad de deformación del estado estacionario o etapa secundaria en cada ensayo. A partir de este valor se calculan el exponente de endurecimiento “n” y la energía de activación “Q”; ambos parámetros permiten predecir el mecanismo de deformación dominante.

Se analiza también la variación microestructural del material, utilizando microscopía y electrónica de barrido (SEM) con análisis de espectroscopia dispersiva de rayos X (EDX), a efectos de evaluar las transformaciones cinéticas que ocurren en las fases precipitadas y la presencia de daños a nivel micro estructural.

Palabras clave: Termofluencia, Mecanismos de deformación, Energía de activación, coeficiente de tensión.

Abstract

The objective of this work is to study the deformation mechanism's in three Cr – Ni – Fe alloyed austenitic steels, when they operate for long periods of time at high temperatures and high stress states, in these conditions the material is subject to creep deformation, which is the responsible for the loss of mechanical properties.

Tensile creep tests are performed at a temperature range between 978 and 1173 K, and applied stresses between 70 and 110 MPa in the material reception. From experimental data the characteristic parameters are calculated such as the creep coefficient of tension and activation energy.

The microstructural variation of the material is also analyzed with optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM) and analysis by dispersive X- ray spectroscopy (EDX), to evaluate the effects of kinetics changes occurred in the precipitated phases and the presence of microstructural damage.

Keywords: Creep, Deformation mechanisms, Coefficient of tension, Activation energy.

Introducción

En la actualidad, los componentes de plantas termoeléctricas o petroquímicas, durante el periodo de servicio, están expuestos a altas temperaturas y estados de tensión, que dan origen a diferentes mecanismos de deformación, que causan la pérdida de la resistencia del material. Tecnológicamente, se pretende que los equipos y componentes estén sometidos a condiciones de trabajo poco agresivas, ya que su rotura significaría un alto costo de mantenimiento para las industrias.

Entre los procesos críticos que afectan la integridad de los componentes, podemos mencionar a la oxidación, la corrosión y la termofluencia (creep). Este fenómeno, que se produce a altas temperaturas y a tensiones menores que el límite elástico, provocando una deformación progresiva a medida que transcurre el tiempo, que induce a la pérdida de resistencia mecánica. (Viswanathan R. et al., 1989).

En este trabajo, se estudiaron tres aceros austeníticos aleados Cr-Ni-Fe que son el Incoloy 800 (30 Ni – 20 Cr), Inconel 601 (60 Ni – 25 Cr) y el acero de la serie HP (25 Cr – 35 Ni), los cuales son ampliamente utilizados en condiciones agresivas de servicio, ya que poseen alta resistencia termo mecánica al creep. Esta condición se debe fundamentalmente, a que las aleaciones con alto contenido de Níquel, poseen una microestructura interna que está formada por dos fases: gamma (γ) y gamma prima (γ'); la fase γ consiste en una solución sólida centrada en las caras que actúa como matriz y la fase γ' es una dispersión de precipitados ordenados inter metálicos en el interior o borde de grano, como por ejemplo Ni_3Al , Ni_3Ti o $\text{Ni}_3(\text{AlTi})$. Además, la presencia en la composición química de Cr, Al y Si permiten la formación de óxidos como Cr_2O_3 , Al_2O_3 o SiO_2 . El resto de los aleantes forman finos carburos que colaboran con el endurecimiento por solución sólida. (Volcua et al., 2009 y Almeida et al., 2003).

El objetivo de este trabajo es estudiar los mecanismos de deformación que se presentan en los materiales mencionados cuando son sometidos a creep y provocan la degradación del material.

El fenómeno de creep se caracteriza por presentar al inicio una breve etapa primaria, donde el material se endurece al deformarse y que continua con una extensa etapa secundaria o estado estacionario. Durante la misma, el material se deforma muy lentamente y con una velocidad de deformación constante, a partir de esta magnitud se determinan los parámetros que indican el tipo de mecanismo de deformación presente (Kassner M. et al., 2004).

Se realizaron ensayos de creep por tracción, trabajando a temperaturas entre 978 y 1173 K y a las tensiones entre 70 y 110 MPa, manteniendo ambas variables constantes durante cada ensayo. Se determinó la velocidad de deformación del estado estacionario, la cual se vincula con la temperatura y la tensión aplicadas, por medio de la ley de potencias que se expresa como:

$$\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n e^{-Q/RT} \quad (1)$$

Donde $\dot{\epsilon}_s$ es la velocidad de deformación equivalente, A una constante función de la estructura, n el exponente de tensión, Q la energía de activación del creep, R la constante universal de los gases y T la temperatura absoluta (Evans et al., 1985).

Luego se utilizan los datos experimentales para el cálculo de los coeficientes de tensión n y la energía de activación Q, en las distintas condiciones de tensión y temperatura. Estos parámetros permiten predecir cual es el mecanismo de deformación dominante. En los metales puros n toma valores entre 1 y 4, característicos del creep difusional, mientras que valores altos de n y Q se asocian a un mecanismo de creep donde predomina la presencia de carburos precipitados, lo cual se asocia al endurecimiento del material. (Whittaker M., 2017).

Este estudio se complementa con el análisis de la variación microestructural utilizando microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM) con análisis de espectroscopia dispersiva de rayos X (EDX), a efectos de evaluar las transformaciones cinéticas que ocurren en las fases precipitadas y la presencia de daños a nivel micro estructural.

Desarrollo

Se tomaron muestras de los tres materiales: Incoloy 800 (30 Ni – 20 Cr), Inconel 601 (60 Ni – 25 Cr) y el acero de la serie HP (25 Cr – 35 Ni) en estado de recepción y se determinó la composición química mediante un espectrómetro de emisión por plasma, marca Spectromax modelo X. En la Tabla 1, se presentan los elementos componentes y los valores medidos de las concentraciones (% en peso) del material.

Material	C	Co	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	Al	Mo	Ti	Fe
Incoloy 800	0.006	-	-	-	20.1	30.9	-	0.51	-	0.53	46.2
Inconel 601	0.03	0.03	0.12	0.20	21.94	58.5	-	1.45	-	0.30	17.39
HP – mod.	0.41	-	2.06	1.04	25	33	1.13	-	0.95	0.3	Bal.

Tabla 1: Análisis composicional real (% en peso) de los materiales

Se estudió la microestructura de los materiales, por medio de la observación con microscopía óptica, empleando un microscopio invertido marca Leica DM ILM. La microscopía electrónica de barrido se realizó con un microscopio SEM-LEO- EVO 40XVP, el cual tiene adosado un sistema de microanálisis del tipo EDX. Las probetas fueron desbastadas con papeles abrasivos de diferentes granulometrías y atacadas químicamente con Kalling (0.5 g de CuCl_2 , 100 ml de HCl , 100 ml de etanol).

En las figura 1 se muestra la microestructura de los materiales, en estado de recepción, donde se puede observar que el Inconel 601 presenta una matriz de solución sólida gamma, formada por una estructura micro dendrítica con precipitados de carburos intergranulares (Fig. 1.a); mientras que el Incoloy 800 tiene una matriz de granos equiaxiales, con presencia de maclas en el interior de los mismos y gran cantidad de carburos dispersos en el interior de los granos (Fig. 1.b). Por último, el acero HP muestra una matriz austenítica, con presencia de un eutéctico interdendrítico formado por carburos de cromo (M_{23}C_6 y M_7C_3) y de niobio (MC) (Fig. 3.c).

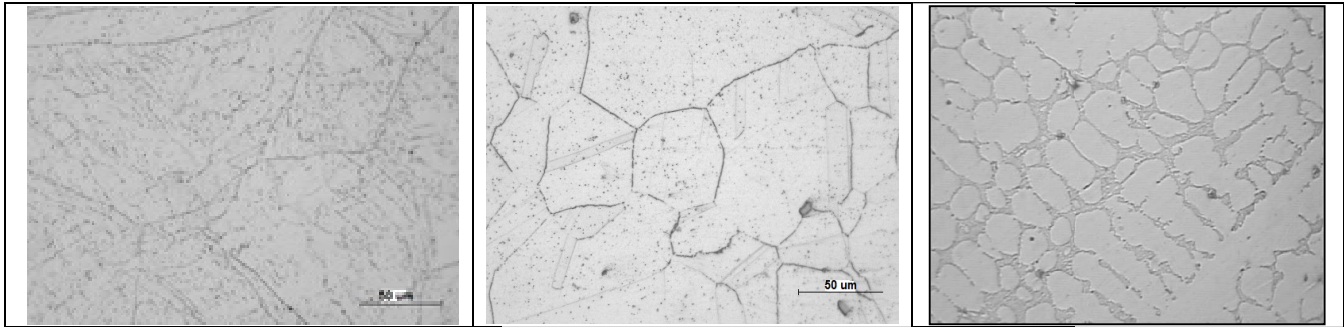


Figura 1: Microestructura de los materiales en estado de recepción: a) Inconel 601, b) Incoloy 800, y c) Hp modificado

Para determinar el comportamiento al creep de los materiales, se realizaron ensayos de termofluencia utilizando un equipo de creep por tracción que fue diseñado y construido en el Laboratorio de Mecánica “Carlos Starc” de la Facultad Regional Bahía Blanca. Con el mismo se mantiene la tensión y temperatura constantes respetando las condiciones de la norma ASTM E 139.

El equipo consta de una barra principal pivotante, con una leva de radio constante en su brazo de menor longitud y en su brazo mayor un peso, de trazabilidad controlada, con posibilidad de desplazamiento sobre el mismo para lograr la tensión elegida, en función de la distancia al centro de pivot. La deformación de la zona calibrada de la probeta, se mide por medio de un transformador diferencial de variación lineal (LVDT) Marca Solartron, que produce una salida de corriente continua con una amplitud proporcional al desplazamiento de un núcleo movable. La señal de salida de los LVDT es adquirida por un sistema analógico- digital (Molina et al., 2018).

Se realizaron ensayos de creep hasta la rotura, trabajando a temperaturas entre 978 y 1173 K y a tensiones efectivas de 70, 75, 80 y 110 MPa, manteniendo ambas variables constantes durante cada ensayo y se graficó la deformación específica en función del tiempo para cada uno de los ensayos realizados. A partir de estas curvas se calculó la velocidad de deformación de la etapa secundaria o estacionaria.

En la Tabla 2 se observan las velocidades al creep de los tres materiales obtenidas a partir de los ensayos realizados a una tensión de 110 MPa y temperatura de 978, 1023 y 1073 K.

Velocidad mínima de creep (1/s)	978 K	1023 K	1073 K
Incoloy 800	2.06E-09	1.11E-08	1.82E-08
Inconel 601	2.20E-09	3.00E-08	1.03E-07
HP modif.	1.32E-09	4.92E-09	1.03E-08

Tabla 2: Velocidad de deformación de la etapa secundaria de los ensayos de creep realizados a 110 MPa

En la Tabla 3 se observan las velocidades al creep de los tres materiales obtenidas a partir de los ensayos realizados a una temperatura de 1173 K y tensiones de 70, 75 y 80 MPa, en ellas se evidencia que el HP es el que presenta mayor resistencia, debido a que presenta menor velocidad de deformación; comportamiento que se explica por la presencia de Nb y Ti como

micro aleantes que precipitan en forma de fase γ' . Mientras que el Inconel 600 es más resistente que el Incoloy 800 debido a su mayor contenido de Níquel; pero esto no equipara al efecto de los aleantes en el acero Hp modificado.

Velocidad mínima de creep (1/s)	70 MPa	75 MPa	80 MPa
Incoloy 800	1.58E-07	2.34E-07	1.85E-07
Inconel 601	9.50E-07	1.29E-06	1.12E-06
HP modif.	6.44E-08	1.68E-07	1.22E-07

Tabla 3 Velocidad de deformación de la etapa secundaria de los ensayos de creep realizados a 1173K

A partir de la ley de potencia, expresada en la Ecuación 1, se calculó la energía de activación. Utilizando los valores de la velocidad de deformación obtenidos de los ensayos de creep realizados a una misma tensión y distintas temperaturas (Tabla 2), se grafica la velocidad de deformación en función de la inversa de la temperatura y se obtiene una recta, cuya pendiente se relaciona con la energía de activación.

En forma similar, se representan los valores de la velocidad de deformación por termofluencia para las diferentes tensiones mecánicas aplicadas, a la temperatura de ensayo $T = 1173$ K. Se realiza un gráfico doble logarítmico y se obtiene una recta que permite calcular el coeficiente de tensión.

En la Tabla 4 se muestran los valores de n y de Q obtenidos para los distintos materiales, los mismos y de acuerdo a lo establecido por Ashby, el mecanismo dominante en los tres casos es el creep por movimiento de dislocaciones. El mayor valor de n , que se observa en el Hp modificado, se debe a la gran cantidad de carburos precipitado a lo largo del ensayo; estos actúan como obstáculos impidiendo su movimiento y provocando el apilamiento de las dislocaciones en los mismos. Este fenómeno no es tan evidente en el Incoloy 800 y en el Inconel 601. Este fenómeno también se ve reflejado con los valores obtenidos para la energía de activación.

	Coefficiente de tensión	Energía de Activación (Kj/mol)
Incoloy 800	1.23	204.6
Inconel 601	1.26	358.3
HP modif.	4.88	190.6

Tabla 4: Valores obtenidos para el coeficiente de tensión y para la energía de activación.

En la figura 2 se observan los cambios estructurales del material, luego de los ensayos de creep a 110 MPa y 1023 K, estas transformaciones están relacionadas con la pérdida de resistencia mecánica. En la muestra del Inconel 601 se observa la formación de cavidades en los bordes de los granos (Fig. 2.a); mientras que la microestructura del Incoloy 800 evidencia coalescencia de los granos e importante precipitación de carburos tanto en el interior como en los bordes de los mismos (Fig. 2.b). La aleación HP presenta una densa red de carburos secundarios que se ubican en los bordes de grano inhibiendo el avance de dislocaciones. Se presenta una distribución uniforme de precipitados secundarios del tipo $Cr_{23}C_6$ y $(NbTi)C$ que proporcionan la resistencia al creep de esta aleación (Fig. 2.c).

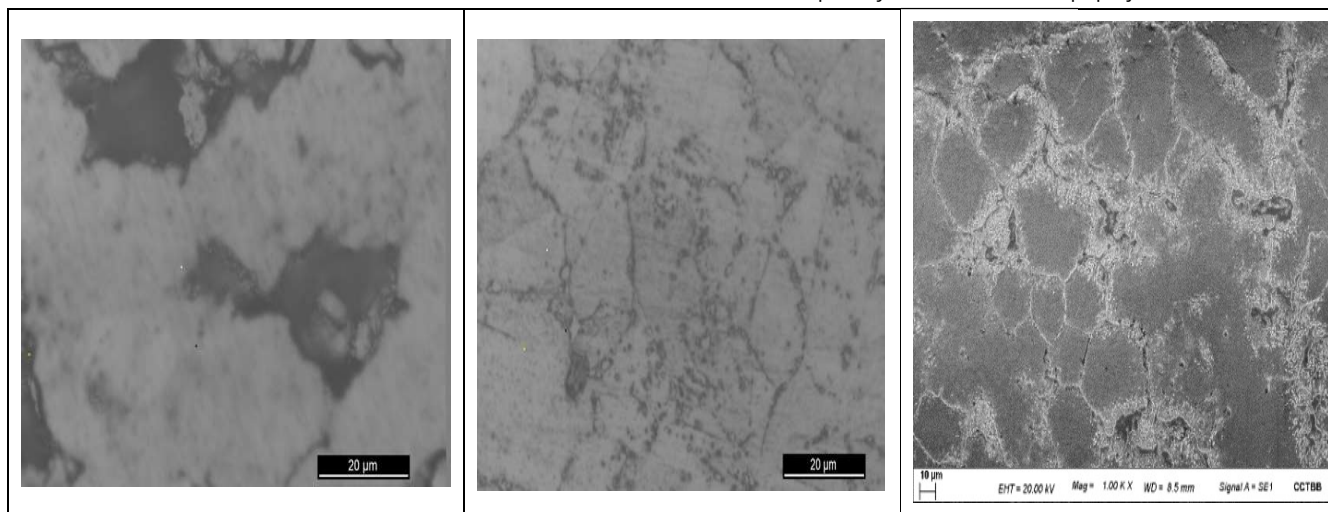


Figura 2: Microestructura de los materiales luego del ensayo de creep a 110 MPa y 1023 K : a) Inconel 601, b) Incoloy 800, y c) Hp modificado

En la figura 2 se muestra la micrografía, obtenida por microscopia electrónica, de la muestra de Hp modificado presentada en la figura 2.c; la misma evidencia como en los bordes de grano se ubica una densa red de carburos. De acuerdo al estudio realizado con EDX se determinó que los carburos complejos son de NiNbTi , de NiNbCr y carburos de Cr (C), que inhiben el avance de dislocaciones. Los precipitados secundarios de Cr_2C_6 en la aleación están uniformemente distribuidos en el interior de los granos.

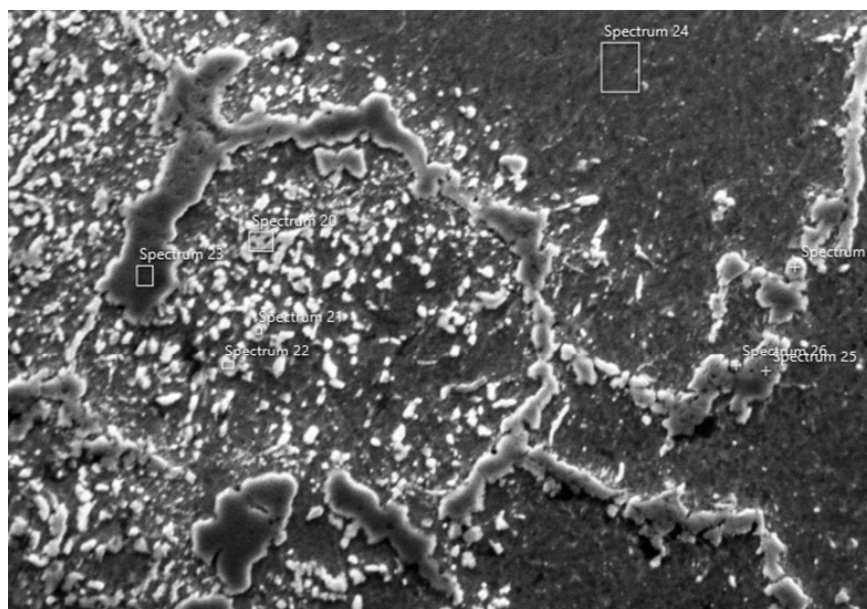


Figura 4: Microestructura correspondiente al Hp modificado a 1020 K y a la tensión de 110 MPa (4200x)



Conclusiones

En este trabajo, a partir del estudio del comportamiento al creep de los aceros: Incoloy 800 (30 Ni – 20 Cr), Inconel 601 (60 Ni – 25 Cr) y el acero de la serie HP (25 Cr – 35 Ni) se puede concluir que:

A partir de la determinación de las velocidades de deformación para cada ensayo se observó que el acero Hp modificado con el agregado de Nb y Ti es el que presenta menor velocidad de deformación y por lo tanto mayor resistencia al creep.

El Inconel 600 es más resistente que el Incoloy 800 debido a su mayor contenido de Níquel; pero esto no equipara al efecto de los aleantes en el acero Hp modificado que conforman la fase γ' .

Del análisis de los coeficientes de tensión y de la energía de activación se deduce que el mecanismo dominante en los tres casos es el creep por movimiento de dislocaciones. El mayor valor de n , que se observa en el Hp modificado, se debe a la gran cantidad de carburos precipitado que actúan como obstáculos impidiendo su movimiento y provocando el apilamiento de las dislocaciones en los mismos. Este fenómeno también se ve reflejado con los valores obtenidos para la energía de activación.

Del estudio de la evolución cinética de los materiales se encontró, en el acero Inconel, la formación de cavidades en bordes de grano; mientras que en el Incoloy se observó una gran precipitación de partículas tanto a nivel intragranular como en bordes de grano. Finalmente, en el acero HP se evidencio la presencia de placas de carburos complejos y la importante concentración de ellos en los bordes de grano, que impiden el avance de las dislocaciones durante la deformación.

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) presentados y de la Fundación Hermanos Agustín y Enrique Rocca, que permitió la realización de este trabajo.

Referencias

- Evans R. and Wilshire B., (1985), “Creep of metals and alloys”. The Institute of Metals, England. ISBN: 978-1-62708-340-9
- de Almeida L., Ribeiro A., Le May I., (2003). Microstructural characterization of 25Cr–35Ni centrifugally cast steel furnace tubes. *Mater. Charact.* 49, 219–229. doi: 10.1016/S1044-5803(03)00013-5
- Kassner M. E., Teresa Perez-Prado M., (2004). *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, 2nd Ed., Elsevier.
- Molina R., González G., Pender G., Moro, L., (2018), Checking of the uniformity of results of simultaneous creep testing equipment. *Revista Materia*, 26 N.02. doi:10.1590/S1517-707620180002.0358
- Viswanathan R., (1989), *Damage Mechanisms and life Assessment of High Temperature Components*, International Metals, Park Ohio, USA. <https://doi.org/10.31399/asm.tb.dmlahtc.9781627083409>
- Voicu R., Lacazea J., Andrieu E., Poquillona D., Furtado J., (2009), Creep and tensile behavior of austenitic Fe–Cr–Ni stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, 510-511, 185-189. doi: 10.1016/j.msea.2008.04.098.
- Whittaker M., Harrison W., Christopher D., Rae C. and Williams S., (2017), Creep deformation by Dislocation movement in Waspaloy. *Materials*, 10, 61, 1 – 14, doi: 10.3390/j.ma.10010061.