

Evolución microestructural in-situ a alta temperatura de depósitos de soldadura de aceros 9Cr con diferentes contenidos de boro

Ariel Burgos¹, John Jairo Hoyos^{2,3},
Hernán Svoboda⁴, Estela Surian⁵

¹ Universidad Nacional de Lomas de Zamora, Facultad de Ingeniería, Camino de Cintura y Juan XXIII, (1832) Lomas de Zamora, Buenos Aires, Argentina.

² Laboratorio de Caracterización y Procesamiento de Metales (CPM), Laboratorio Nacional de Nanotecnología (LNnano), Centro Nacional de Investigación en Energía y Materiales (CNPEM), Campinas 13083-970, São Paulo, SP, Brasil.

³ Grupo Procesos Metalmeccánicos Eco-eficientes. Corporación ECOGESTIONAR, Medellín, Colombia.

⁴ GTSyCM³, INTECIN, Facultad de Ingeniería - Universidad de Buenos Aires - CONICET, Av. Las Heras 2214 (1427) ciudad Autónoma de Buenos Aires (CABA), Argentina - Av. Rivadavia 1917, Ciudad Autónoma de Buenos Aires (CABA), Buenos Aires, Argentina.

⁵ Investigadora y consultora independiente, Ciudad Autónoma de Buenos Aires (CABA), Buenos Aires, Argentina.
e-mail: arielburgo@gmail.com

ABSTRACT

New alloys have been developed for enhancing the performance of the equipment used in thermoelectric power generation industry. With the objective of increasing the creep resistance of these materials, changes in the content of some microalloying elements were carried out. Boron bearing in creep strength enhanced 9Cr steel (CSE9Cr) welds improved martensite stabilization through precipitates. Mechanical properties are achieved after post weld heat treatments (PWHT). In this work, microstructural evolution of samples subjected to hot tensile test (HTT) was studied by means of in-situ X-Ray Diffraction (XRD) to determine the effect of boron in CSE9Cr welds on their mechanical properties at elevated temperatures. All weld metal coupons were welded using two experimental flux-cored wires with two levels of boron (20 and 60 ppm). A single post weld heat treatment was applied to each composition. HTT at different temperatures and initial strain rate were performed while the microstructure evolution was monitoring by in-situ XRD. Mechanical properties and XRD microstructural parameters were correlated. HTT results were extrapolated using correlation theory HTT-Creep and Larson-Miller parameterization. It was found that the higher boron in the weld metal decreased the rate of strength loss at elevated temperatures.

Keywords: creep strength enhanced 9Cr steel, FCAW, in-situ XRD, high temperature mechanical properties.

RESUMEN

La industria de generación termoeléctrica busca incrementar el rendimiento de sus máquinas a través del desarrollo de nuevas aleaciones. Para aumentar la resistencia al creep de los materiales empleados en estos equipos de construcción soldada se ha modificado el contenido de algunos microaleantes, tanto en los materiales base como en el metal de soldadura. La optimización de los niveles de boro en los depósitos de soldadura de aceros 9Cr con resistencia al creep mejorada (CSE9Cr) persigue estabilizar la martensita reduciendo la velocidad de degradación de los precipitados formados. Estas microestructuras pueden ser alcanzadas luego de aplicar un tratamiento térmico de post soldadura (PWHT). En este trabajo se estudió la evolución microestructural in-situ de muestras sometidas a ensayos de tracción en caliente (HTT) con el objeto de determinar el efecto del contenido de boro en depósitos de soldadura de aceros CSE9Cr sobre las propiedades mecánicas a elevadas temperaturas. Se soldaron cupones de metal de aporte puro (MAP) con dos alambres tubulares flux-cored experimentales conteniendo diferentes niveles de boro (20 y 60 ppm). Se aplicó el mismo PWHT a cada composición. Se realizaron ensayos de HTT a diferentes velocidades de deformación inicial y temperaturas, analizando mediante difracción de rayos-X (XRD) in-situ la evolución microestructural. Se correlacionaron datos de propiedades mecánicas con parámetros microestructurales obtenidos de XRD. Se extrapolaron los resultados de HTT aplicando la teoría de correlación HTT-Creep y de parametrización Lar-

son-Miller. Se encontró que el mayor contenido de boro disminuyó la tasa de pérdida de resistencia del metal de soldadura a elevadas temperaturas.

Palabras clave: aceros 9Cr con resistencia al creep mejorada, FCAW, XRD in-situ, propiedades mecánicas a alta temperatura.

1. INTRODUCCIÓN

El desafío de las nuevas plantas de generación termoeléctrica es elevar la temperatura y la presión del vapor dentro de su ciclo termodinámico para poder incrementar su rendimiento, reduciendo por lo tanto el costo asociado al combustible y las emisiones de CO₂ al medioambiente. Para un rango de funcionamiento a temperaturas de entre los 625-650° C y presiones que rondan los 30-35 MPa, se requiere la utilización de aceros resistentes al creep con 9%Cr. Dado que los equipos donde se emplean estos materiales son de construcción soldada, la soldabilidad es relevante y el desarrollo del metal de aporte para su unión busca mejorar la composición química y adecuar los tratamientos térmicos post soldadura (PWHT) ya que las propiedades finales son alcanzadas luego de su aplicación.

La microestructura, la composición química, la historia térmica y los mecanismos de endurecimiento actuantes son los factores que controlan las propiedades mecánicas de las soldaduras de aceros 9Cr con resistencia al creep mejorada (CSE9Cr). La degradación de la microestructura comienza cuando es alcanzada la velocidad mínima de creep provocada principalmente por el movimiento de las dislocaciones, por cuanto es imperante contar con suficientes obstáculos que retarden dichos movimientos y reduzcan por consiguiente la velocidad mínima de creep del material.

Una microestructura de pre-servicio martensítica conteniendo obstáculos que retarden el movimiento de las dislocaciones tales como bordes de sub-granos, dislocaciones libres dentro de los sub-granos y carburos del tipo M₂₃C₆ y MX finamente dispersos, sumados a los efectos de endurecimiento por solución sólida del Mo y W en la matriz, contribuyen a mejorar la resistencia al creep de este metal de soldadura [1]. Los mecanismos de endurecimiento actuantes atribuidos a estos obstáculos son:

1. Endurecimiento por dislocaciones: la presencia de sub-estructuras de dislocaciones son un fuerte impedimento al creep del material ya que se necesita de suficiente energía como para poder desarticular la red que éstas conforman. Por sí sola esta red no genera un endurecimiento significativo, se requiere de su combinación con mecanismos de endurecimiento por partículas para lograr una reducción efectiva de la velocidad mínima de creep [1].
2. Endurecimiento por partículas: partículas en segundas fases (M₂₃C₆ y MX) proveen de un buen anclaje a las dislocaciones retardando el inicio de su movimiento. Ellas reducen la velocidad con la que esta sub-estructura de dislocaciones se desarticula reteniendo por más tiempo los mecanismos de endurecimiento por dislocaciones. En condiciones de creep, estas partículas se engrosan y coalescen perdiendo toda su capacidad de retención. De acuerdo a la velocidad con que estas partículas se degradan se tendrá una reducción de la velocidad mínima de creep [2].
3. Endurecimiento por solución sólida: W y Mo en solución sólida con la matriz retardan por sí solos la degradación de microestructura en ausencia de los mecanismos de endurecimiento por dislocaciones y por partículas [1]. Durante el creep, estos átomos tienden a difundir hacia los M₂₃C₆ ya que son formadores de carburos, debilitando la matriz y contribuyendo a la degradación de estas microestructuras.

Se reporta en la literatura que el agregado de boro a la composición química de estos aceros, estabiliza los carburos del tipo M₂₃(C)₆ [3-6]. Una velocidad de engrosamiento baja para este tipo de carburos, disminuiría el movimiento de dislocaciones provocando una caída en la velocidad mínima de creep y el aumento en los tiempos de rotura del material. El boro agregado para el caso, podría estar relacionado con dos mecanismos que intervienen en el control del engrosamiento de estas partículas. Por un lado, durante el creep, la difusión de átomos sustitucionales (Mo y W – elementos formadores de carburos) hacia los M₂₃C₆ podrían estar influenciados por la presencia de pequeñas cantidades de boro que interactúen con las vacancias en la matriz y que probablemente ralenticen esta difusión [7]. Sin embargo, la cantidad de boro encontrada en la matriz es muy baja y su máxima concentración se la halla en los M₂₃C₆, siendo posiblemente esta baja solubilidad la responsable de una merma en la velocidad de engrosamiento de los mismos [5]. La influencia de diferentes elementos sobre la velocidad de engrosamiento se rige principalmente por coeficientes de difusión y fracciones molares de equilibrio en la matriz y en los precipitados [5]. Si la solubilidad del boro en la matriz es suficientemente baja, el boro podría ser el elemento regulador de la velocidad en lugar del Mo y W [5].

Los PWHT empleados para estos materiales, consisten en el revenido de la estructura martensítica a una temperatura por debajo de A_{C1} [8]. Existen estudios donde también se han aplicado tratamientos térmicos

alternativos a estos aceros CSE9Cr que involucran un solubilizado. Con ellos, se busca a través de un aumento de la temperatura de solubilizado y la aplicación de un doble revenido a temperaturas más bajas [8], lograr una mayor cantidad de obstáculos que refuercen los mecanismos de endurecimiento.

La necesidad de obtener datos de resistencia al creep en tiempos cortos, ha provocado la búsqueda de alternativas a este ensayo, siendo el ensayo de tracción en caliente (HTT) una buena opción. Basados en la premisa que las deformaciones plásticas características son las mismas en ambos ensayos (HTT-resistencia al creep), existen trabajos que correlacionan los resultados de ambos siendo éstos una aproximación satisfactoria con cierto grado de precisión [9-13].

Actualmente, son pocos los consumibles que ajustan la composición química de sus depósitos a los CSE9Cr, la gran mayoría se encuentran en plena etapa de desarrollo y en la literatura no se reportan trabajos sistemáticos con alambres tubulares experimentales para soldar bajo el proceso flux cored arc welding con protección gaseosa (FCAW-G) en donde se analicen el efecto del contenido de boro en el metal de soldadura.

En este trabajo se estudió el efecto del contenido de boro sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de metal de aporte puro (MAP - depósito de consumible sin dilución con el metal base) de soldaduras de un acero CSE9Cr para el servicio a alta temperatura. Para las soldaduras se emplearon alambres tubulares con variación del contenido de boro respecto de un alambre comercial aplicando el proceso FCAW-G. Se utilizó una matriz de ensayos de HTT a distintas temperaturas y velocidades de deformación y para una de las condiciones de ensayo se analizó la evolución microestructural mediante difracción de rayos-X (XRD) in-situ proveniente de una fuente de luz sincrotrón.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Soldaduras

Se soldó un cupón de MAP según norma ANSI/AWS A5.29/A5.29M:2010 [14], depositando cinco capas con una secuencia de 2, 2, 2, 2 y 3 cordones en cada una, con un alambre tubular del tipo “flux cored” de 1,2 mm de diámetro y bajo protección gaseosa de Ar-20%CO₂, de formulación experimental. El enmantecado sobre el metal base, utilizado para disminuir la dilución del metal aportado con el metal base, fue confeccionado con el mismo consumible. Las soldaduras se realizaron con corriente continua en polaridad electrodo positivo (DCEP), en posición bajo mano y con un caudal de gas de 20 l/min. La longitud libre de alambre fue de 12 a 15 mm. En la Figura 1 se observa el esquema constructivo del cupón de MAP elaborado.

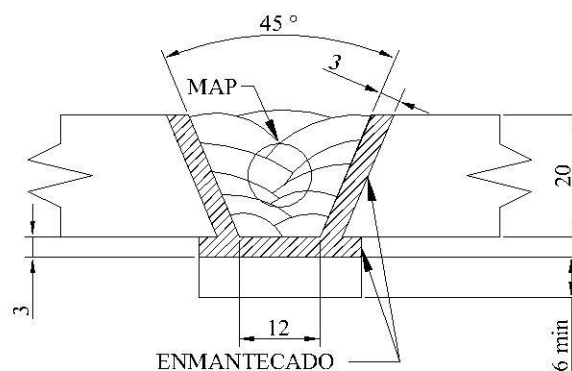


Figura 1: Probeta de MAP según ANSI/AWS A5.29/A5.29M:2010. Dimensiones en mm.

La temperatura de precalentamiento y de entre pasadas fue de 240° C +/- 10° C. La Tabla 1 muestra el promedio de los parámetros de soldadura usadas, así como el calor aportado calculado.

Tabla 1: Promedio de los parámetros de soldadura usados.

ID	NÚMERO DE CAPAS	NÚMERO DE CORDONES	CORRIENTE [A]	VOLTAJE [V]	VELOCIDAD DE SOLDADURA [mm/s]	CALOR APORTADO [kJ/mm]
20	5	11	218	31,0	5,6	1,2
60	5	11	200	31,5	5,7	1,0

Los MAP fueron radiografiados para determinar la calidad de los depósitos.

2.2 Composición química

Sobre cortes transversales de los MAP se determinaron las composiciones químicas de los depósitos por espectrometría de emisión óptica (OES), en la zona de la última capa depositada.

2.3 Tratamientos Térmicos Post Soldadura

Sobre muestras de MAP se aplicó un PWHT alternativo a los convencionales de revenido [15,16] consistente en un solubilizado a una temperatura de 1100° C durante una hora y doble revenido a 660° C durante 3 horas cada uno. El objetivo de este PWHT fue obtener una microestructura más estable en el creep conteniendo mayor densidad de dislocaciones y una más alta fracción en volumen de precipitados finos del tipo MX. El PWHT alternativo aplicado fue previamente utilizado con éxito por Yin Y. F et al. [8] en aceros similares, en condición de laminado.

2.4 Ensayos de tracción en caliente (HTT)

Se mecanizaron probetas en la dirección transversal al cordón de soldadura según la norma ASTM E 8M-01 [17] escalando su geometría de acuerdo con requerimientos específicos del equipo utilizado (Figura 2). Dichas probetas se ensayaron a 600 y 625° C y a velocidades de deformación inicial de $1,39E^{-02}$; $2,78E^{-03}$; $2,78E^{-04}$ y $5,56E^{-05}$ 1/s. Los ensayos fueron realizados en un simulador termomecánico Gleeble® 3S50 no convencional, que se encuentra montado sobre una línea de luz sincrotrón. La medición de la temperatura se llevó a cabo a través de termocuplas soldadas al cuerpo de la muestra y la deformación se registró en base al desplazamiento de marcas en la longitud calibrada (extensómetro laser).

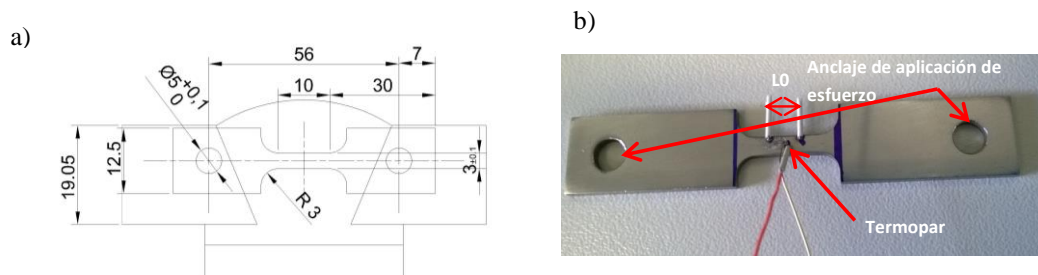


Figura 2: a) plano dimensionamiento y esquema de la posición de extracción probeta plana de tracción en caliente (HTT) - dimensiones en mm, b) probeta instrumentada.

2.5 Difracción de rayos-X (XRD) in-situ

Para la condición de 625°C y $5,56E^{-05}$ 1/s de deformación inicial del ensayo de HTT, adicionalmente se analizó la evolución microestructural mediante XRD in-situ. Se tomaron adquisiciones cada 10s de XRD desde el inicio de la rampa de deformación de la probeta y hasta la rotura de la misma, en una posición fija de $2\theta=30,5^\circ$ (ubicación del centro del goniómetro), logrando monitorear un ángulo de aproximadamente 20° de amplitud, registrando la evolución de dos planos difractantes de la matriz α -Fe (planos 110 y 200).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Soldaduras

En la Figura 3 se puede observar una macrografía de un corte transversal del cupón soldado. De acuerdo con la norma AWS A5.29/A5.29M:2010 [14], se registró un bajo nivel de defectos macroscópicos (poros, inclusiones de escoria, fisuras, etc.) como se pudo corroborar también en la radiografía del cordón completo.

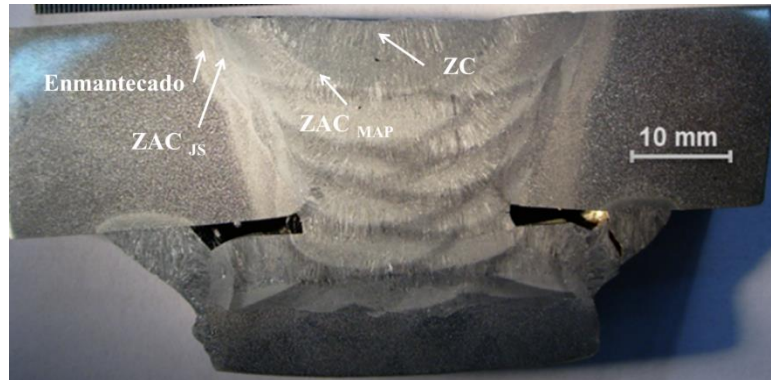


Figura 3: Macrografía del cupón de MAP. ZC – zona columnar; ZAC_{MAP} – zona afectada por el calor en la unión de dos cordones dentro del MAP; ZAC_{JS} – zona afectada por el calor en la unión con el enmantecado.

3.2 Composición química del MAP

La Tabla 3 muestra los resultados del análisis químico obtenido sobre la superficie de la última capa depositada (capa N° 5) de cada cupón. Ambas composiciones químicas poseen la base de un metal de soldadura del tipo T/P92 comercial con el contenido de boro restringido a 20 ppm (20) y 60 ppm (60). Las diferencias con el material base T/P92 se encuentran en el Ti, que ingresa a la composición como residual producto del rutilo (óxido de titanio) utilizado para la formación de escoria de protección de la piletta líquida durante el proceso de soldadura FCAW-G y el Co que es agregado para mejorar las propiedades de dureza e impacto a temperatura ambiente dado su control en la formación de la fase δ -ferrita durante la solidificación [18]. En cuanto a los requisitos máximos del contenido de Mn+Ni (1,5% en peso) está relacionado con que las combinaciones de estos elementos tienden a bajar la temperatura A_{C1} aproximándola a la temperatura de PWHT y posibilitando con esto la formación de martensita fresca (PWHT sub-críticos - por debajo de A_{C1}) [14].

Tabla 2: Composición química de los MAP (% en peso).

ID	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Co
20	0,12	0,9	0,36	0,007	0,017	9,33	0,49	0,51	0,86
60	0,12	0,9	0,36	0,007	0,016	9,24	0,46	0,53	0,85

ID	Nb	Cu	W	V	N	B (ppm)	Al (ppm)	Ti (ppm)	Mn+Ni
20	0,05	0,08	1,89	0,21	0,052	20	10	300	1,39
60	0,05	0,08	1,83	0,21	0,059	60	10	300	1,36

Puede verse que las composiciones químicas de ambos depósitos son similares, excepto por el contenido de boro, de acuerdo a lo previsto.

3.3 Ensayos de tracción en caliente (HTT)

En la Tabla 3 muestra los resultados (tensión máxima y tiempo a la tensión máxima) obtenidos de los ensayos de HTT para ambas composiciones químicas y las distintas condiciones de ensayo (Temperatura y velo-

cidad de deformación).

Puede verse como tendencia que la tensión máxima aumenta con la velocidad de deformación y disminuye con la temperatura. A su vez, la muestra 20 mostró valores de tensión máxima mayores que la 60 en casi todos los rangos de velocidades analizados salvo a bajas velocidades de deformación inicial y altas temperaturas en donde la muestra 60 mejora la performance. En cuanto a los tiempos a carga máxima la muestra 20 mostró siempre mayores valores que la 60.

Con el objetivo de obtener una aproximación a parámetros de creep que caractericen el comportamiento de este material en servicio, se utilizó la teoría de correlación de HTT-Creep [9-13]. En ella se destaca que al igual que ocurre en la etapa secundaria de creep donde se registra una compensación de fenómenos de endurecimiento y recuperación que provocan una velocidad de deformación constante, en un ensayo de HTT fenómenos similares se verifican cuando se alcanza la tensión máxima en el material. En este punto la tensión, la velocidad de deformación y la temperatura son constantes (antes del comienzo de la estricción).

Las hipótesis sobre las que se basa este planteo son las siguientes:

1. La velocidad de deformación impuesta en el ensayo de HTT se correlaciona con la velocidad mínima de creep alcanzada en un ensayo de rotura al creep (CRT) a la misma temperatura y tensión aplicada.
2. La tensión máxima alcanzada en el ensayo de HTT se correlaciona con la tensión aplicada en un ensayo de CRT a la misma temperatura.
3. El tiempo en que se alcanza la tensión máxima en HTT se correlaciona con el tiempo necesario para provocar la rotura de la muestra en un ensayo de CRT a igual tensión y temperatura.

Los datos obtenidos de los ensayos de HTT fueron parametrizados según modelo de Larson–Miller para llevarlos a escenarios de creep empleando la Ecuación (1).

$$P_{LM} = T \cdot (C + \log t) \cdot 10^{-3} \quad (1)$$

donde P_{LM} es el parámetro de Larson-Miller, T es la temperatura [K], t es el tiempo [h] y C es una constante característica del material que se obtiene a partir de curvas de isotensión en ensayos de creep [19].

Para la parametrización con el modelo de Larson-Miller se utilizó un valor de la constante C mayormente aplicado en la bibliografía para metal de aporte puro de soldaduras T/P92, de similar composición a las aquí utilizadas [19]. Existe una dependencia lineal del valor C con los tiempos de duración con que se quiere estimar la parametrización [19]. Se eligió para este caso un valor de $C=30$ normalmente aplicado para duraciones de 105 h. La Tabla 3 muestra los resultados para el parámetro de Larson-Miller obtenidos.

Tabla 3: Propiedades mecánicas a temperaturas elevadas de ambas composiciones químicas (HTT y parametrización).

ID	TEMPERATURA	VELOCIDAD DE DESPLAZAMIENTO	VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN INICIAL (ξ)	TIEMPO DE ROTURA ($R_{m_{max}}$)	TENSIÓN MAX. (R_m)	PARÁMETRO DE LARSON-MILLER ($C=30$)
	[°C]	[mm/s]	[1/s]	[s]	[MPa]	
20	625	5	1,39E-02	5,1	471	24,4
	625	1	2,78E-03	13,7	502	24,8
	625	0,1	2,78E-04	142	458	25,7
	625	0,02	5,56E-05	687	416	26,3
	650	5	1,39E-02	3,2	487	24,9
	650	1	2,78E-03	13,1	443	25,4
	650	0,1	2,78E-04	164	381	26,5
	650	0,1	2,78E-04	110	406	26,3
	650	0,02	5,56E-05	772	271	27,1

ID	TEMPERATURA	VELOCIDAD DE DESPLAZAMIENTO	VELOCIDAD DE DE-FORMACIÓN INICIAL (ξ)	TIEMPO DE ROTURA (Rm _{max})	TENSIÓN MAX. (Rm)	PARÁMETRO DE LARSON-MILLER (C=30)
60	625	5	1,39E-02	4,7	496	24,3
	625	1	2,78E-03	13,9	478	24,8
	625	1	2,78E-03	15,1	462	24,8
	625	0,1	2,78E-04	128	408	25,6
	625	0,02	5,56E-05	548	379	26,2
	650	5	1,39E-02	2,7	470	24,8
	650	1	2,78E-03	12,4	382	25,4
	650	0,1	2,78E-04	109	356	26,3
	650	0,02	5,56E-05	564	333	27,0

A partir de ello, convirtiendo los valores de resistencia HTT (Rm) en tensiones aplicadas en un ensayo de creep (CRT), se obtuvieron las curvas mostradas en la Figura 4, para ambas composiciones químicas analizadas.

El PWHT alternativo aplicado mejoró notoriamente las propiedades del metal de soldadura en comparación a lo reportado para soldaduras T/P92 [19] con PWHT convencional [15,16] donde en ensayos CRT a una tensión de aproximadamente 250 MPa se registró un *PLM* = 27. Considerando el *PLM* a temperatura constante un indicador de los tiempos de rotura, para una dada tensión, las muestras 20 alcanzaron mayores tiempos de duración en gran parte del rango analizado. Sin embargo, las muestras 60 a tensiones por debajo de los 350 MPa, alcanzarían mayores tiempos que las 20. Esto pone de manifiesto que las muestras 60 en tiempos prolongados de exposición se muestran como las más resistentes, cuestión que podría traducirse en una disminución de la velocidad mínima de creep.

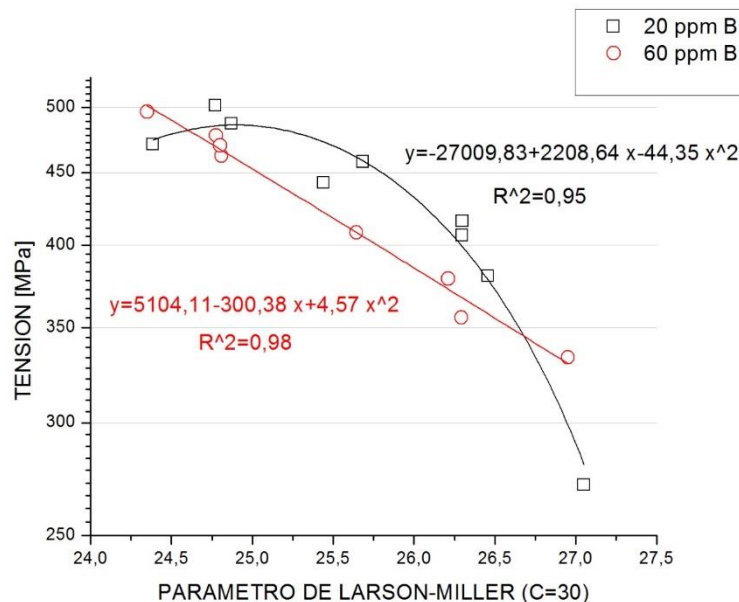


Figura 4: Parametrización con el modelo de Larson-Miller de las dos composiciones química analizadas

3.4 Difracción de rayos-X (XRD) in-situ

La figura 5 muestra las curvas tensión-deformación en ensayos de HTT a 625°C y 0,02 mm/min de velocidad de deformación, para las dos composiciones analizadas. Podemos observar que ambas composiciones presen-

tan similar comportamiento siendo que la muestra 60 registra menores tensiones alcanzadas. Esta cuestión podría relacionarse con las diferentes microestructuras de partida obtenidas a partir de los PWHT's aplicados, cuestión que también se correlacionó con la dureza medida (muestras 20 – 352 HV1Kg; muestras 60 – 324 HV1Kg).

En la Figura 6 se observa la composición de espectros de DRX y datos termomecánicos, a una misma escala de tiempos. En los DRX podemos apreciar la evolución microestructural con la deformación aplicada de los dos picos característicos de la matriz martensítica (α -Fe), en los planos 110 y 200. Durante el calentamiento la red de la fase martensítica se expande a mayores valores de espaciado interplanar (d-spacing). Cuando la deformación comienza, esta tendencia se revierte y la red comienza a estrecharse hasta el punto donde se alcanza la tensión máxima, de aquí en adelante comienza la estricción y el estado de tensión pasa a ser triaxial. Es de notar que cualitativamente la muestra 60 presenta un estrechamiento menor de acuerdo al desplazamiento de los picos de los planos difractantes observados, por cuanto podríamos inferir una menor deformación de la red por parte de esta estructura.

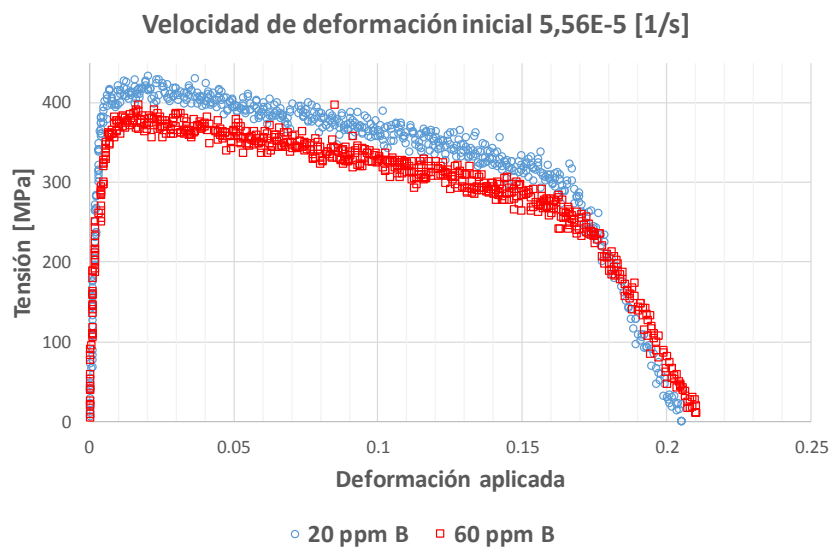


Figura 5: Diagramas de tensión-deformación de las dos composiciones química analizadas

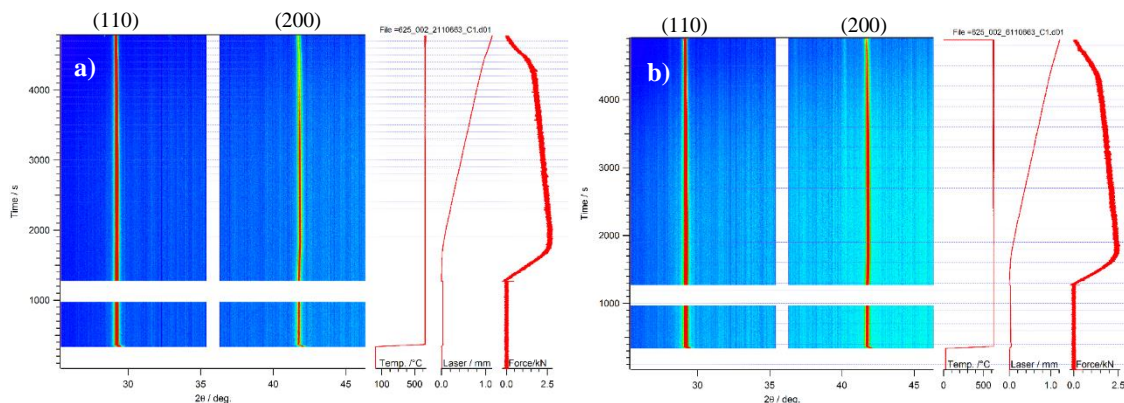


Figura 6: Evolución microestructural durante el ensayo de HTT con XRD in-situ: a) 20, b) 60.

Los datos de XRD fueron convertidos a distancia interplanar de la matriz α -Fe y luego se calculó la deformación del espaciado cristalino (Deformación de la red) provocada como consecuencia de la deformación impuesta a la probeta (Deformación aplicada).

En la figura 7 se puede observar cómo evolucionó la deformación de la red respecto de las tensiones alcanzadas por la probeta durante el ensayo y hasta la estricción tomando los planos 110 y 200 de la matriz

como representativos de toda la estructura. La respuesta de deformación de la red puede ser dividida en tres períodos, un período elástico donde las deformaciones son proporcionales a las tensiones alcanzadas y una segunda región donde comienzan a producirse las deformaciones plásticas (movimiento de dislocaciones) [20] de manera diferenciada en cada muestra. Por último, una tercera etapa donde se observa que la tensión aumenta y luego la red comienza a distenderse [20].

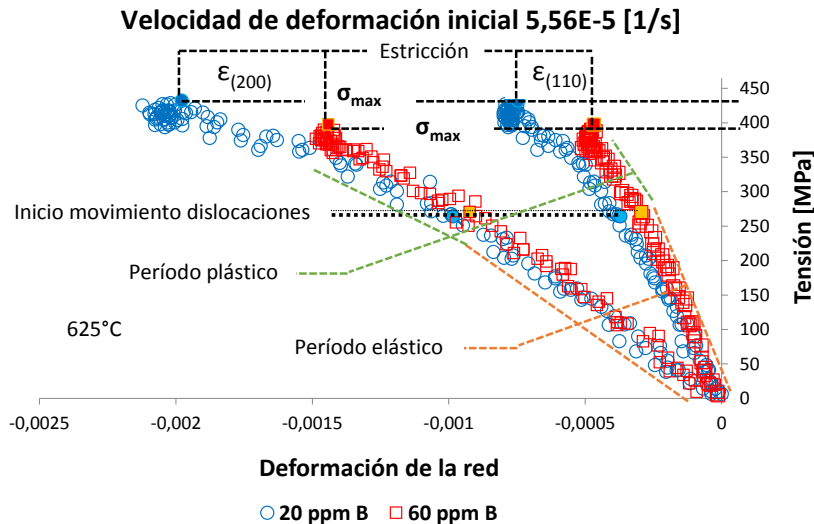


Figura 7: Tensión vs. deformación de la red cristalina en el ensayo de HTT a 625°C y 0,02 mm/min de las dos composiciones químicas analizadas (planos 110 y 200).

Se puede observar que la microestructura 60 se deforma plásticamente a un ritmo menor hasta alcanzar el punto de relajación. Esta cuestión podría estar asociada en principio a menor ductilidad de la matriz. En la Figura 8 los datos de deformación de red fueron graficados en función de la deformación aplicada. Se puede observar una región de proporcionalidad entre la deformación cristalina y la aplicada. Posteriormente la deformación de la red comienza a estabilizarse dando lugar al movimiento de dislocaciones [21]. Se puede considerar que el movimiento de dislocaciones en ambas muestras comienza prácticamente con el mismo grado de deformación aplicada viendo que para el caso de la muestra 60 este punto es alcanzado con menor grado de distorsión elástica de la red (mayor módulo elástico) tal como se puede corroborar también en la Figura 7 a partir de la pendiente de la recta bajo este mismo período. A partir de este punto la deformación plástica se presenta con el mismo comportamiento en ambas composiciones.

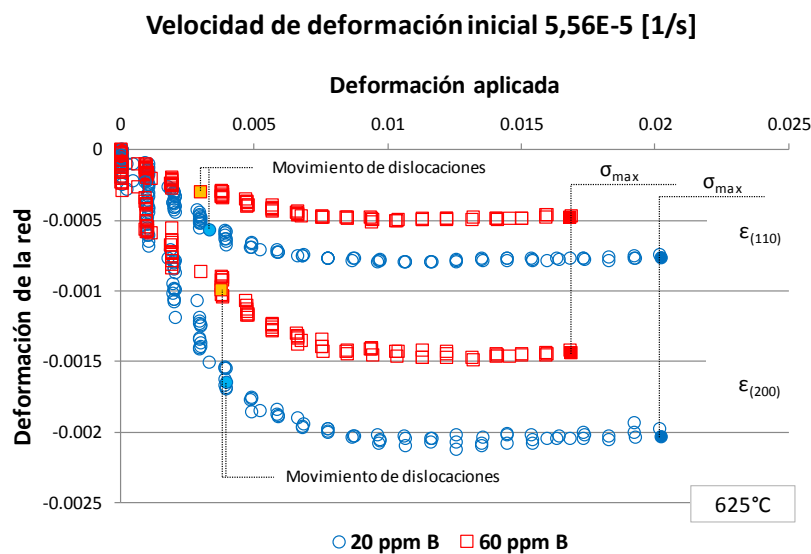


Figura 8: Deformación aplicada vs. deformación de la red cristalina en el ensayo de HTT a 625°C y 0,02 mm/min de las

dos composiciones analizadas (planos 110 y 200).

La deformación aplicada al material provocará un aumento de la densidad de dislocaciones y sus efectos serán la disminución del tamaño de los dominios coherentes de difracción (tamaño de la cristalita) y una variación en el espaciado cristalino de una cristalita a otra (microtensiones). Esta situación quedará reflejada en el ancho del pico difractado, más específicamente en el ancho integral del pico. A partir de los datos de XRD se obtuvieron resultados del ancho integral de pico. La Figura 9 muestra la variación del ancho integral B en función del tiempo para el período elastoplástico del ensayo y hasta alcanzar la tensión máxima.

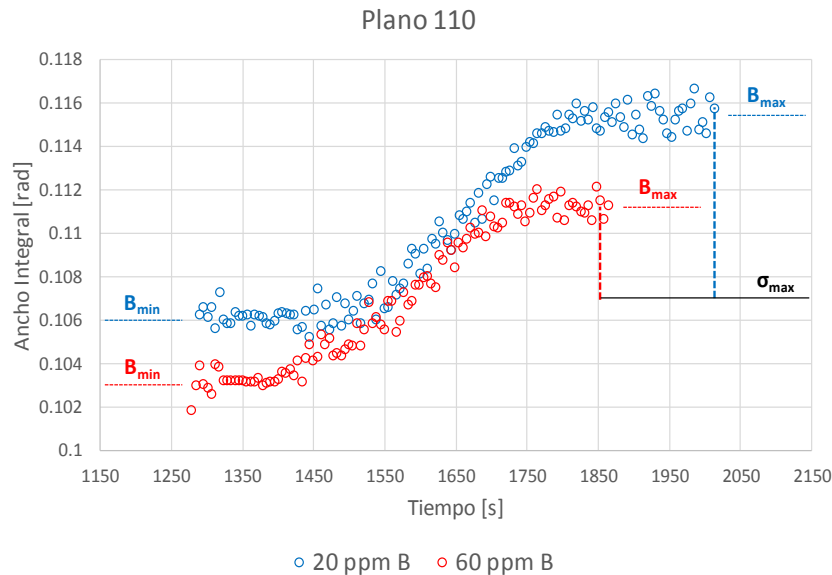


Figura 9: Variación del ancho integral del pico de difracción con respecto al tiempo en ambas composiciones analizadas (planos 110 y 200).

Se puede identificar un máximo y un mínimo, así como un mismo comportamiento en ambas composiciones, diferenciado solo por el valor inicial de este parámetro. La muestra 20 no solo presenta un mayor valor inicial del ancho integral de pico, sino que luego de la deformación elastoplástica el incremento alcanzado es levemente superior. Esto podría estar indicando un mayor incremento en la densidad de dislocaciones, siendo esta una de las posibles causas de la mayor tensión alcanzada durante el ensayo.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se encontró que el aumento del contenido de boro de 20 a 60 ppm a la composición química del metal de aporte puro de soldaduras de aceros CSE9Cr generó una matriz menos elástica, alcanzando tensiones máximas por debajo de las de las muestras con 20 ppm de boro asociado a una microestructura de partida diferente producto de los PWHT's aplicados.

Las muestras con 20 ppm de boro en su composición registraron una mayor distorsión de la red cristalina y un incremento por encima de las de 60 ppm de boro en la densidad de dislocaciones como consecuencia de la deformación aplicada.

Las muestras con 60 ppm de boro en su composición mostraron su mejor performance a tiempos prolongados de ensayo, cuestión que podría implicar una disminución de la velocidad mínima de creep en ensayos de CRT a tiempo mayores a los aquí explorados.

La utilización de ensayos de HTT junto a metodologías de parametrización de creep se muestra como una matriz de ensayo robusta para aproximar en tiempos cortos datos de fluencia lenta.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a METRODE PRODUCTS LTD – UK, por la fabricación y provisión del consumible

utilizado, a AIR LIQUIDE Argentina por la donación de los gases de soldadura, a CONARCO-ESAB por la realización de los análisis químicos y a los laboratorios de procesamiento y caracterización de metales del LABORATORIO NACIONAL DE NANOTECNOLOGÍA (LNnano) y de LUZ SINCROTRÓN (LNLS) integrante del CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIÓN EN ENERGÍA Y MATERIALES (CNPEM) de Brasil por la realización de los ensayos de tracción en caliente con DRX in situ provenientes de una fuente de luz sincrotrón y la composición química. Reconocen además a la ANPCyT por el soporte financiero, al programa BecAr 2013 “Estadías cortas en el exterior para doctorandos en ciencia, tecnología e innovación productiva” de la PRESIDENCIA DE LA NACIÓN ARGENTINA por la beca otorgada para la realización de los estudios en Brasil y a la UNIVERSIDAD NACIONAL DE LOMAS DE ZAMORA por el financiamiento del mecanizado de las probetas.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] MARUYAMA, K. *et al.*, “Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel”, *ISIJ International*, v. 41, n. 6, pp. 641–653, Feb. 2001.
- [2] ABE, F. *et al.*, “Mechanisms for boron effect on microstructure and creep strength of ferritic power plant steels. *Energy Materials*, v. 4, n. 4, pp. 166-175, Ene. 2012.
- [3] VISWANATHAN, R. *et al.*, “U.S. program on materials technology for Ultra-Supercritical Coal Power Plants”, *Journal of materials engineering and performance*, v. 14, n. 3, pp. 281-292, Jun. 2005.
- [4] ABE, F. *et al.*, “Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature”, *Materials Science and Engineering*, v. A378, pp. 299–303, Oct. 2004.
- [5] HÄTTESTRAND, M., ANDRÉN, H.-O., “Boron distribution in 9 – 12% chromium steels, *Materials Science and Engineering*, v. A270, pp. 33–37, Jun. 1999.
- [6] HORIUCHI, M. *et al.*, “Improved utilization of added B in 9Cr heat-resistant steels containing W”, *ISIJ International*, v. 42, Supplement, pp. S67-S71, 2002.
- [7] HALD, J., STRAUB, S., “Materials for Advanced Power Engineering”, *Forschungszentrum Jülich GmbH*, Jülich, 1998, pp. 155.
- [8] YIN, Y. F., FAULKNER, R. G., MORRIS, P.F., *et al.*, “Modelling and experimental studies of alternative heat treatments in Steel 92 to optimize long term stress rupture properties, *Energy Materials*, v. 3, n. 4, pp. 232-242, Sep. 2008.
- [9] BUENO, L. O., SOBRINHO, J. F. R., *et al.*, “Correlation between creep and hot tensile behaviour for 2.25Cr 1Mo steel from 500°C to 700°C Part 1: An Assessment According to usual Relations Involving stress, temperature, strain rate and Rupture Time”, *Revista Matéria*, v.7, n. 3, pp. 1098-1108, 2012.
- [10] BUENO, L. O., SOBRINHO, J. F. R., *et al.* “Correlation Between Creep and Hot Tensile Behaviour for 2.25Cr-1Mo Steel from 500°C to 700°C. Part 2: An Assessment According to Different Parameterization Methodologies”, *Revista Matéria*, v.10, n. 3, pp. 463 – 471, 2005.
- [11] BUENO, L. O., DIAS, C.R.F., *et al.*, “Equivalência entre dados de tração a quente e fluência para o cobre comercial puro. Parte 2: análise por diferentes metodologias de parametrização”, *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, v.8, n. 2, pp. 80-85, 2011.
- [12] MORETO, J. A., CASTRO, D. B. V., BUENO, L. O., *et al.*, “Correlação de dados de tração a quente e fluência para a liga Kanthal A1”, *Metallurgy and Materials*, v. 64, n. 2, pp. 181-186, 2011.
- [13] SREENIVASAN, P. R. “Hot Tensile data and creep properties derived there form for 316l (N) stainless steel with various nitrogen contents”, *Procedia Engineering*, v. 55, pp. 82 – 87, 2013.
- [14] ANSI/AWS A5.29/A5.29M:2010, “Specification for Low-Alloy Steel Electrodes for Flux Core Arc Welding”, *American Welding Society*, 2010.
- [15] ASTM A213 / A213M-15c, “Standard specification for seamless ferritic and austenitic alloy-steel boiler, superheater, and heat-exchanger tubes”, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, 2015.
- [16] ASTM A335 / A335M-15a, “Standard specification for seamless ferritic alloy-steel pipe for high-temperature service”, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, 2015.
- [17] ASTM E8 / E8M-15a, “Standard test methods for tension testing of metallic materials”, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, 2015.
- [18] FAULKNER, J., WILLIAMS, J. A., GONZALEZ SANCHEZ, E., *et al.* “Influence of Co, Cu and W on microstructure of 9%Cr steel weld metals”, *Material Science and Technology*, v. 19, pp. 347-354, 2003.

- [19] ZHANG, Z., HOLLOWAY, G., MARSHALL, A., *et al.*, “Properties of T/P92 steel weld metals for ultra supercritical (USC) power plant”, Metrode Products Limited, UK.
- [20] PAN X., *et al.*, “Temperature and particle size effects on flow localization of 9–12%Cr ferritic/martensitic steel by in situ X-ray diffraction and small angle scattering”, *Journal of Nuclear Materials*, v. 398, n. 1/3, pp. 220-226, 2010.
- [21] ZHANG G., MO, K., MIAO, Y., *et al.*, “Load partitioning between ferrite/martensite and dispersed nanoparticles of a 9Cr ferritic/martensitic (F/M) ODS steel at high temperatures”, *Materials Science and Engineering A*, v. 637, pp. 75-81, 2015.