

**EVALUACIÓN DE LA FRAGILIZACIÓN POR REVENIDO DE UN
ACERO 2¼ Cr-1Mo**

JAIME EDUARDO BELTRAN CAICEDO



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO-QUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2012**

**EVALUACIÓN DE LA FRAGILIZACIÓN POR REVENIDO DE UN
ACERO 2¼ Cr-1Mo**

JAIME EDUARDO BELTRAN CAICEDO

**Trabajo de Grado presentado como requisito
parcial para optar el título de Ingeniero Metalúrgico**

Director

Profesor IVAN URIBE PEREZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO-QUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2012

DEDICATORIA

Este trabajo de grado se lo dedico a mi Dios y a la santísima Virgen María, por toda la fuerza y ayuda espiritual que me dieron en los momentos más

Difíciles.

A mi papá Carlos y a mi mamá Gloria, que dieron todo por mí, por su amor; porque me enseñaron muchos valores éticos y morales, a ser responsable, a ser humilde y por todo el amor que me han dado. Por ser excelentes padres educadores, forjadores de buenas personas. Los quiero muchísimo

A mis hermanos Carlos Augusto y Pilar por esa fuerza espiritual, por estar pendiente de mi, y por ser mis mejores amigos.

A todos mis familiares, por el amor que siempre me han tenido.

A la Universidad Industrial de Santander y a mi carrera de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de materiales, por la formación académica y en valores ético y morales

Termino diciendo que me siento muy feliz de terminar esta etapa de mi vida, que con mucho esfuerzo, dedicación y alegría logré.

Que orgullo me siento de ser Ingeniero Metalúrgico de la Universidad industrial de Santander UIS.

Llevare siempre en mi corazón a mi alma mater, la Universidad Industrial de Santander UIS y a mí querida Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

Empieza una nueva etapa, con ese mismo esfuerzo y dedicación llevare a cabo mis sueños.



Jaime Eduardo Beltran Caicedo

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, por toda la colaboración en este trabajo de grado.

A mi papá Carlos Y mamá Gloria y familiares por toda la comprensión y colaboración en esta etapa importante de mi vida.

Al profesor Iván Uribe Pérez, por la dirección del trabajo de grado y por todas las enseñanzas académicas.

Al profesor Afranio Cardona Granados por los buenos consejos y enseñanzas.

A todo el claustro de profesores de mi querida Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, por toda las enseñanzas académicas y en valores éticos y morales.

A los señores técnicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, por su importante colaboración que me dieron en toda mi carrera.

Al Grupo de Investigaciones en Corrosión, al profesor Dario Yesid Peña Ballesteros y al profesor Custodio Vasquez Quintero, por toda la colaboración que me dieron.

A la Escuela de Ingeniería Civil, por haber colocado a mi disposición la máquina de impacto.

A la Universidad Industrial de Santander, por toda la formación académica y humanística, para formarnos como profesional de calidad con valores éticos y morales.

A Fernanda Gamboa, por esa energía que siempre me dio en la realización de mi trabajo de grado, por ser una buena amiga.

A todos mis amigos y compañeros de universidad.

TABLA DE CONTENIDO

	INTRODUCCIÓN	13
1	DEFINICIÓN DEL PROBLEMA	15
2	OBJETIVOS	16
3	MARCO TEORICO	17
3.1	GENERALIDADES DE LOS ACEROS CROMO-MOLIBDENO	17
3.2	ACEROS AL CROMO	18
3.3	MICROESTRUCTURA	19
3.3.1	PRECIPITADOS	20
3.3.2	EVOLUCIÓN DE LOS PRECIPITADOS	24
3.3.3	FACTORES QUE AFECTAN LAS PROPIEDADES MECANICAS	30
3.4	TRATAMIENTO STEP COOLING	31
4	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	34
4.1	MATERIALES EMPLEADOS	34
4.1.1	EQUIPOS	34
4.2	METODOLOGIA APLICADA	35
4.2.1	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRA	35
4.2.2	ANALISIS DE LAS MUESTRAS	36
5	RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS	37
5.1	IDENTIFICACIÓN DE MUESTRAS	37
5.2	ANALISIS METALOGRAFICO	38
5.2.1	MICROESTRUCTURA TUBO NUEVO 9.0	38

5.2.2	MICROESTRUCTURA ACERO SERVICIO 9.1	40
5.3	FRAGILIZACIÓN POR REVENIDO ARTIFICIAL	41
5.4	FACTOR J SUCEPTIBILIDAD A LA FRAGILIZACIÓN	45
5.5	ENSAYO CHARPY	46
5.5.1	ANALISIS DE LAS FRACTURAS	54
6	CONCLUSIONES	59
	BIBLIOGRAFIA	61
	ANEXOS	64

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Morfología de la Bainita superior con carburos	19
Figura 2: Descripción esquemática de la descomposición del carburo M_2C con la temperatura y tiempo	21
Figura 3. Evolución de carburos precipitados en la microestructura, según Andrews	23
Figura 4. Evolución de carburos en la microestructura según Baker y Nutting	24
Figura 5 Evolución de carburos en un acero 21/4Cr-1Mo	27
Figura 6 Evolución de carburos en un acero 21/4Cr-1Mo a larga vida	28
Figura 7 Diagrama StepCooling	30
Figura 8. Diagrama CCT acero 21/4Cr-1Mo	31
Figura 9 Microestructuras tubo nuevo normalizado y revenido	38
Figura 10 Microestructuras tubo servicio	39
Figura 11. Microestructura acero nuevo fragilizado artificialmente	41
Figura 12. Comparación microestructuras acero en estado nuevo (normalizado y revenido) con las del acero envejecido en servicio y artificial.	43
Figura 13 Orientación probeta	45
Figura 14 Orientación charpy acero	45
Figura 15. Energía absorbida vs temperatura tubo fragilizado servicio	48
Figura 16. Energía absorbida vs temperatura stepcooling	49
	50

LISTA DE ANEXOS

Anexo A Ensayo charpy	64
Anexo B Tratamientos Térmicos	67

RESUMEN

TITULO:

EVALUACIÓN DE LA FRAGILIZACIÓN POR REVENIDO DE UN ACERO 2 ¼Cr-1Mo*.

AUTOR:

Jaime Eduardo Beltrán Caicedo.**

PALABRAS CLAVES: Fragilización por revenido, aceros cromo molibdeno, tenacidad, ensayo charpy, step cooling, TT54J

DESCRIPCIÓN

Los aceros Cromo-molibdeno, tienen una resistencia a alta temperatura debido a que tienen una microestructura ferrítico-bainítica o ferrítico perlítica, que resisten altos esfuerzos a alta temperatura si es ferrítico-bainítica o bajos esfuerzos con ferrítico perlítica. Con carburos precipitados en su matriz incrementando la resistencia a temperaturas de servicio.

Tubería de este acero, uno en estado de servicio, desmontado de la zona lateral de radiación de un horno, con 112.000h de operación a una presión de 28Kg/m² y a una temperatura de 570°C y otro en estado sin fragilizar, se tienen como material.

Como la transformación de los carburos y cambio de la morfología de la bainita revenida, es la causa por la que la tenacidad se reduce, se realiza un tratamiento térmico step cooling al acero sin fragilizar en estado normalizado y revenido para evaluar las condiciones de servicio, comparando la tenacidad al acero fragilizado en servicio con el fragilizado artificialmente por medio del ensayo charpy.

Los resultado del ensayo charpy indican que el tratamiento térmico de fragilización step cooling permite evaluar las condiciones de servicio, puesto que la energía de la parte superior E_{US} en la transición del acero fragilizado en servicio es cercana a la E_{US} a la del acero fragilizado artificialmente. El valor TT54J del acero fragilizado artificialmente es de 5°C mientras que el de servicio es de 24°C, un valor mayor al del step cooling donde muestra que el acero de servicio tiene más deteriorada la tenacidad que el artificial.

*Trabajo de pregrado

**Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales Director: Iván Uribe Pérez

. ABSTRACT

Assessment of Temper Embrittlement in 2 ¼ Cr-1Mo Steel *

Author:

Jaime Eduardo Beltran Caicedo **.

KEYWORDS: temper embrittlement, Chromium-molibdenum steels, toughness, charpy V-notch testing, TT54J.

Chromium-molibdenum steels have a temperature resistance due to have microstructure ferritic-bainitic and ferrite – perlitic, resist high stress to high temperatures the ferrite-bainitic or low stress to high temperature the ferrite-perlitic . The cause which has reduction in evolution of carbides precipitation in initial microstructure and degradation of the bainitic.

One steel pipe of service removed the lateral area of radiation of the furnace with 112.000 hours and to a temperature 570°C and pressure of 28Kg/m² and other unembrittlement steel with microstructure bainitic tempered which have material for analysis as evolution affect the toughness of material.

As the transformation of carbides and change the morphology of tempered bainite, is the reason why the toughness is reduced, thermal treatment is performed without step cooling weaken the steel in the normalized and tempered to assess the conditions of service, comparing the toughness steel embrittled in service, which has a duration of 233 hours with the steel artificially weakened by trial charpy.

The results charpy notch test indicate that the heat treatment step cooling allow asses the conditions of service post the energy upper shelf E_{US} in the transition of steel embrittled in service is closed to E_{US} artificially embrittled step cooling steel. The value TT54J artificially weakened steel is 5 ° C while the service is 24°C, a value greater than the cooling step which shows that the steel service has deteriorated over the artificial toughness

* Degree Project

**Faculty of Engineering Physics-chemical, School of Engineering Metallurgical and Sciences of Materials. Director: Iván Uribe Pérez

INTRODUCCIÓN

Los aceros de la serie Cr-Mo en la industria de refinación y petroquímica y de generación de energía en equipos que trabajan a temperaturas elevadas entre los 379-550°C, en las cuales comprenden: reactores, calderas, tubos de hornos incineradores, supercalentadores y tubos de hidrocracking.

Estos aceros presentan excelentes propiedades de resistencia a alta temperatura y a la corrosión combinada con una buena tenacidad. Estas propiedades son controladas por la microestructura que a su vez es controlada por el tratamiento térmico usado.

El acero generalmente en estos equipos permanece en servicio por largos periodos de tiempo, lo cual puede ocasionar un fenómeno de fragilización que conduce a la disminución progresiva de la tenacidad dependiendo del tiempo y la temperatura de operación.

La resistencia a alta temperatura de estos aceros, radica en la estabilidad de los carburos presentes. Una vez el material haya experimentado un sometimiento a alta temperatura a larga vida, el acero empieza a manifestar cambio en sus propiedades, debido al cambio de la morfología de los carburos aleados precipitados, debido a una evolución producida por la velocidad de difusión de los átomos por efectos del tiempo y la temperatura. Entonces como resultado de esas altas temperatura y de ese largo periodo de sometimiento, se encontrará mas de esas fases precipitada en los límites obteniendo esa aleación un grado más de fragilización.

La susceptibilidad de la fragilización por revenido depende también de la composición química, así lo definió Miyamo y Watanabe, lo describieron con el factor J.

$$J - Factor = (Mn + Si)(P + Sn) \times 10^4$$

Este factor es adimensional, y define la susceptibilidad de un acero Cr-Mo a tener fragilización por revenido. Este valor para aceros de baja aleación se encuentra entre 100-400. También para examinar la fragilización por revenido, se analiza el TT54J (temperatura de transición a 54J), a las probetas fragilizadas en servicio y a las fragilizadas artificialmente.

El objeto de este trabajo, nos permite conocer si un tratamiento artificial de envejecimiento StepCooling, puede simular la pérdida de propiedades que pueden haber ocurrido a un equipo en servicio. En tal sentido fue utilizado un tubo perteneciente a un horno de proceso de 12 años de servicio y a una temperatura en los 400 y 600°C y un tubo del mismo tipo de acero en estado nuevo.

1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

Es conocido que los aceros ferríticos del tipo Cr-Mo sufren un proceso de fragilización por revenido al ser sometidos a un prolongado tiempo en servicio en esos rangos de temperaturas de 350-700°C, en la cual conduce a una pérdida de la tenacidad consecuentemente a un serio compromiso de su integridad estructural y vida residual.

Lo anterior conduce a corroborar si el tratamiento térmico de envejecimiento artificial, evalúa realmente, las condiciones de servicio comparando la tenacidad de un acero envejecido en servicio y otro con tratamiento de envejecimiento artificial.

Como resultado de lo anterior se baja la tenacidad del material, la ductilidad, la resistencia mecánica ocasionando que se reduzca la vida en servicio del acero cambiando las condiciones de diseño con el que fue construido aumentando el riesgo para que ocurra una fractura frágil.

Con este trabajo de grado se investigó cómo son afectadas las propiedades mecánicas al verse afectadas la microestructura de los diferentes tipos de aceros (envejecido en servicio y artificialmente) y la temperatura de transición que tuvo lugar en estos aceros.

2. OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la fragilización por revenido de un acero 2 1/4Cr-1Mo envejecido en servicio y artificialmente.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

Realizar un tratamiento térmico que simule las condiciones de envejecimiento en servicio.

Evaluar la Fragilización por revenido de un acero 2 1/4Cr-1Mo en las dos condiciones por medio del ensayo charpy.

Evaluar las superficies de fractura de las muestras ensayadas.

3. MARCO TEÓRICO

3.1 GENERALIDADES DE LOS ACEROS CROMO-MOLIBDENO

La microestructura ofrece las propiedades mecánicas de los aceros Cr-Mo y dependen tanto de la composición química como de los tratamientos térmicos utilizados y posteriores sometimiento a altas temperaturas. De acuerdo a las velocidades de enfriamientos se pueden obtener varias microestructuras. Cabe notar que estas velocidades son utilizadas de acuerdo a lo que se necesita en propiedades. Si se escogen velocidades lentas, implica la formación de ferrita-perlita, en cuanto que a altas velocidades de enfriamiento se produce bainita y martensita. La temperatura de austenización de los aceros 21/4Cr-1Mo está entre los 920-1.016°C [1]. Los tratamientos térmicos para obtener las diferentes microestructuras son:

- Recocido: Comprende colocar el acero a temperatura de austenización durante cierto tiempo y dejarla enfriar en el horno, es decir a una velocidad lenta de enfriamiento para obtener un microestructura de ferrita y perlita.
- Normalizado y Revenido: Se realiza la misma austenización a las temperaturas anteriormente descritas durante cierto tiempo de sostenimiento y se deja enfriar al aire. Dependiendo de la velocidad de enfriamiento se puede obtener martensita o full bainita, dependiendo de la templabilidad que tenga éste. Después se realiza el revenido, calentando el material entre los 570-720°C. Se obtendría una martensita o bainita revenida, con diversos carburos precipitados.

- Temple y revenido: Después de austenitizar el material, se realiza el enfriamiento en un medio brusco para obtener martensita y luego se realiza el revenido para alivio de tensiones.

De acuerdo con el diagrama de enfriamiento continuo se pueden obtener cualquiera de las microestructuras con la velocidad de enfriamiento, desde la temperatura de austenización.

Los aceros ferríticos Cr- Mo son más resistentes a altas temperaturas, por lo tanto son utilizados en refinerías de petróleo, en la industria petroquímica, generación de energía, en tubería, intercambiadores de calor, tubos de supercalentadores y vasijas a presión. Lo principal de esta selección de aceros para estos equipos es la resistencia al creep, a la corrosión, y a diferentes formas de fragilización.

3.2 ACEROS AL CROMO

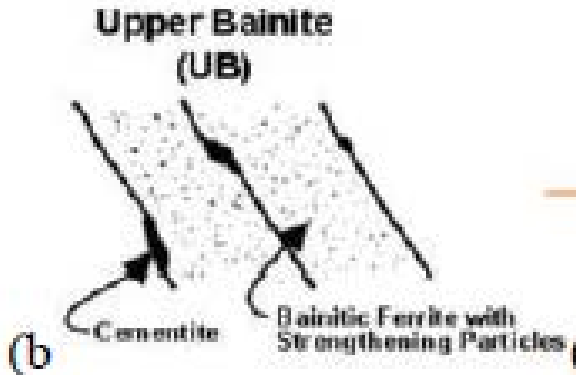
- **Acero 0.5 %Mo, 0.15%C:** usado para tubería y tubos de intercambiadores de calor a temperatura de 455°C. Más allá hay grafitización y esferoidización.
- **1.0 Cr-0.5Mo:** tubería, tubos de craqueo y tubería de caldera para servicio a 510 a 540°C. El 1.25 es casi lo mismo en la resistencia al creep.
- **2.25Cr-1Mo:** mejor resistencia a la oxidación y resistencia al creep. El 2.25Cr-1Mo es una aleación altamente favorecida para el servicio hasta 650°C sin presencia de hidrógeno a 480°C en ambiente de hidrogeno [2].

3.3 MICROESTRUCTURA

Los aceros Cr-Mo resistentes al creep son a menudo llamados por el nombre genérico aceros ferríticos resistentes al creep, pero poco contiene de ferrita en su microestructura. Este hecho se deriva que cuando son enfriados desde la temperatura de austenización, la estructura es cúbica centrada en el cuerpo. Varias microestructuras pueden aparecer, ferrita poligonal, ferrita, bainita y martensita. El efecto de la microestructura inicial en las propiedades a alta temperatura es fundamental. Sin embargo cambios importantes pueden ocurrir durante el servicio a alta temperatura. En diversos estudios llevados a cabo sobre microestructuras isotérmicamente obtenidas, como la ferrita, perlita, bainita o la transformación quizá retardada por la presencia del cromo, de esa caída desde la austenita, no ocurre en algún tiempo porque la martensita solo ocurre en aceros 9-12%Cr. Lo importante a la hora de seleccionar un material es la microestructura obtenida después del enfriamiento continuo.

Si se observa la figura 8, donde se relaciona el enfriamiento continuo, la velocidad de enfriamiento de un tubo de caldera es cuatro veces más lento que esa barra de diámetro igual a los tubos de pared. En las diferentes microestructuras encontradas en estos aceros Cr-Mo aparecen desde ferrita-perlita hasta martensita revenida en tubos de caldera, esta última para resistir altos esfuerzos a alta temperatura, no incrementan el contenido de ferrita poligonal en la microestructuras de martensita y bainita porque los tratamientos térmicos son seleccionados para que den una combinación de propiedades a corta vida con buena tenacidad y baja susceptibilidad de revenido. Por tanto la microestructura total bainita tiene una buena tenacidad y una baja susceptibilidad de revenido.

Figura 1 Morfología de la Bainita superior con carburos



Fuente Pasi Suikkanen [15]

3.3.1 PRECIPITADOS La resistencia a alta temperatura de varios aceros es controlada por los precipitados distribuidos en la microestructura las cuales varía de acuerdo a la composición química y tratamiento térmico utilizado. En la microestructura de bainita y martensita, los carburos que están en ellas son finos y están dispersos, son los que controlan las propiedades. En cambio en la ferrita poligonal, obtenida por recocido, se presentan los carburos crecidos, reduciendo la tenacidad inicial y aumentando que se fragilice por revenido.

En la bainita superior, los carburos son relativamente grandes y se presenta a un bajo Angulo del sublimite en comparación con la bainita inferior donde los carburos son finos y más dispersos en islas de ferrita. Lo que marca la diferencia entre los dos tipos de precipitados anteriormente descritos radica es en la velocidad de difusión del carbono a la temperatura de formación de la microestructura. La teoría que es aceptada dentro de la metalurgia física de estos aceros es que la resistencia a alta temperatura y en particular a la fragilización por revenido es en la reacción de las dislocaciones y la dispersión de carburos en la microestructura. Existe una interacción entre átomos de soluto y las dislocaciones. Después de que

se halla formado esa interacción, los átomos de carbono se difunden a largo de la dislocación formando los carburos. En el acero Cr-Mo, la relativa facilidad con que se forma la solución de cromo, molibdeno en austenita durante el tratamiento de solución, la ferrita lidera la supersaturación de los carburos que se forman fácilmente durante una simple operación de revenido.

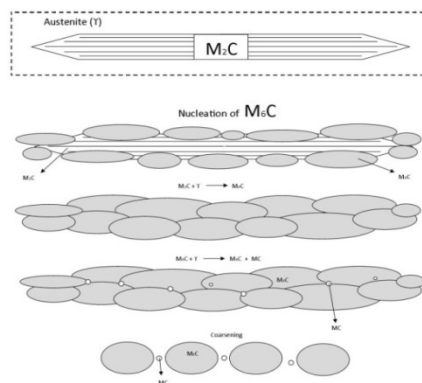
Diversos autores hacen sus explicaciones en cuanto a que el alto contenido de cromo tiene un efecto negativo en que el carbono reaccione con elementos formadores de carburos tales como el vanadio. Los investigadores han encontrado el papel de los carburos en la resistencia a alta temperatura en aceros de baja aleación y claramente resaltan la importancia de que los aceros dependen de los finos carburos aleados para esa resistencia. Esas partículas no solo impiden el movimiento de las dislocaciones sino también retarda la recuperación de la estructura reteniendo la resistencia. Adicionalmente el argumento de que para obtener una condición óptima es cuando los carburos tienen una pérdida de coherencia con la matriz desde que se obtiene una alta resistencia sacrificando valores de tenacidad y ductilidad, esto no es aceptable. Las condiciones para producir finos y numerosos carburos ocurre cuando los aceros son tratados térmicamente o colocados en servicio a temperaturas $0.4-0.5 T_m$ y tiene un contenido de carbono de 0.1-0.2% de carbono. En el caso del acero 21/4 Cr-1Mo esas condiciones son colocadas durante el tratamiento térmico del revenido pero más cuando se coloca en servicio a 460-600°C forma una óptima forma y distribución de precipitado [3].

A continuación se relacionan los diferentes carburos precipitados en la microestructura con matriz ferrítica:

- **CARBURO EPSILON** Tiene una microestructura cristalina hexagonal compacta, tiene una morfología de agujas y aparece en la primera etapa de revenido en aceros con un porcentaje de carbono de 0.2% de carbono.

- **CARBURO M_3C** Tiene una estructura cristalina ortorrómbica, similar a la de cementita, donde el cromo o el molibdeno tiene solubilidad limitada antes del revenido de este carburo. Cuando es sometido a revenido, su estabilidad termodinámica disminuye, disolviéndose en la matriz. Cuando se disuelve, este ofrece carbono para formar otros carburos más estables a mayores temperaturas. Si finalmente este carburo es disuelto, favorecerá el endurecimiento secundario, presentándose en microestructuras martensíticas con carburos finos.
- **CARBURO M_2C** tiene una microestructura hexagonal compacta, rico en molibdeno. Dentro de la evolución de los carburos, este es el primero en nuclear durante el tratamiento térmico o a la exposición a altas temperaturas, de ahí se deriva la tendencia a formar carburos por poseer molibdeno. Al comienzo los carburos son coherentes con la matriz pero con el tiempo de exposición no lo es, por el crecimiento que experimenta. El carburo tiene una buena solubilidad por el cromo o el vanadio; con la exposición a alta temperatura pierde estabilidad termodinámica y se enriquece de otros elementos presentes en una matriz ferrítica para evolucionar en otros carburos.

Figura 2: Descripción esquemática de la descomposición del carburo M_2C con la temperatura y tiempo.



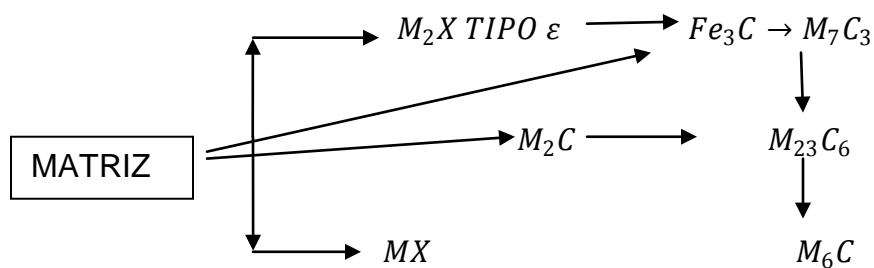
Fuente Luis Fernando Lemus [1]

- **CARBURO M_7C_3** Tiene estructura hexagonal compacta, rico en cromo con alta solubilidad del hierro y manganeso y una solubilidad de vanadio y molibdeno restringida de este precipitado. Su morfología es acircular en la matriz y globular en el borde de grano. La nucleación ocurre en la interface del carburo M_3C o en su interior. A medida que pasa el tiempo de sometimiento a alta temperatura este carburo M_3C se satura de cromo, quedando totalmente como M_7C_3 .
- **CARBURO $M_{23}C_6$** Este carburo es rico en cromo con una estructura cristalina cúbica de caras centrada en las caras, presenta alta solubilidad de hierro y manganeso. Está presente en un acero Cr-Mo en estado normalizado y revenido en una microestructura bainítica. Tiene una estructura globular tanto en el borde como en el interior del grano. Este carburo en los granos bainíticos se forma a expensa de los carburos M_7C_3 , M_3C , M_2C , creciendo en una interface de precipitado ricos en hierro y posteriormente crece a expensas de carburos donde se enriquece de cromo.
- **CARBURO M_6C** Tiene una estructura cubica centrada en las caras, es el que más tiene equilibrio del acero 21/4Cr-1Mo. Compuesto principalmente de hierro con un 40%. Nuclea en los límites de grano, específicamente en una interface de carburos en una matriz o a expensas del $M_{23}C_6$.

3.3.2 EVOLUCIÓN DE LOS PRECIPITADOS Cuando los aceros son expuestos a altas temperaturas durante largo tiempo, los precipitados experimentan una evolución en su estructura [1], en la cual ha sido objeto de estudios del acero 21/4Cr-Mo. Se presenta una variación en los resultados de fluencia en materiales iguales sometidos a alta temperatura debido a la evolución de los precipitados; también otros factores como historial térmico, composición química, temperatura de envejecimiento, variaciones térmicas, nivel de tensión [1].

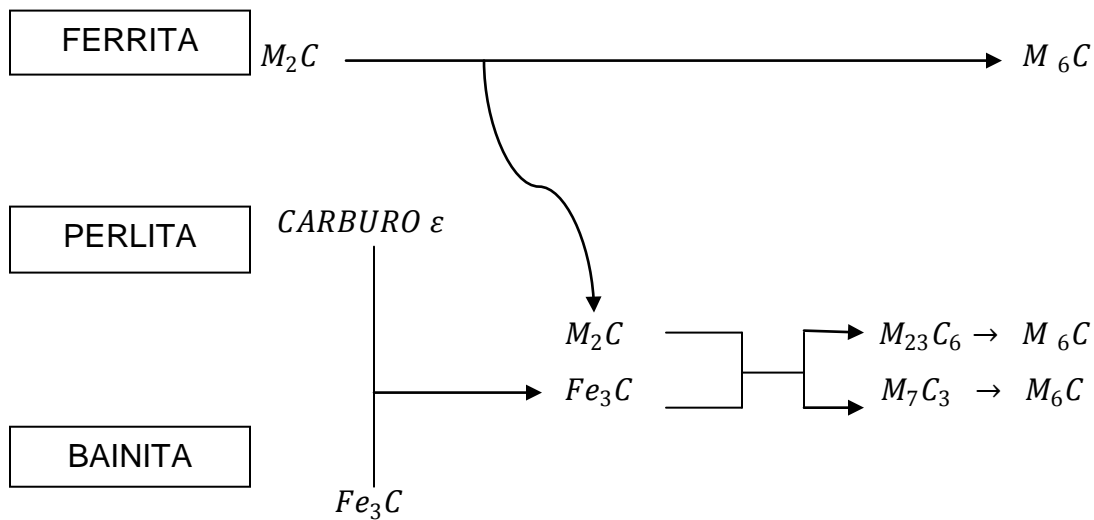
Diversos autores han propuesto inversas secuencias de evolución de los carburos.

Figura 3. Evolución de carburos precipitados en la microestructura, según Andrews



Fuente Tesis de doctorado LEMUS, L.F. COPPE/UFRJ[1]

Figura 4. Evolución de carburos en la microestructura según Baker y Nutting



Fuente BAKER, R., NUTTING, J

El investigador Andrews, propuso una ruta en la que detalla cuatro caminos de evolución de los carburos con el tiempo y la temperatura. De acuerdo al diagrama, hay la posibilidad de que dos precipitados nucleen de forma independiente, y así de esta forma hay factibilidad de que en algún periodo de tiempo puedan coexistir. De acuerdo al acero, dependiendo del número de etapas que tenga, puede que no acelere durante la evolución de los precipitados. Después de estar sometido a altas temperatura a larga vida, un carburo M_6C será un paso final de evolución, en la cual este precipitado requiere la presencia de Molibdeno y hierro para su formación.

Baker y Nutting estudiaron la formación de carburos durante un tratamiento térmico de revenido a diferentes tiempos. En la figura anterior se especifica la trayectoria de la transformación de los carburos de un acero normalizado y revenido, en las microestructuras ferrita, bainita y perlita [1].

A partir de estudios realizados en tubo de aceros Cr-Mo envejecidos en servicio, entre 40.000 y 160.000 hora a una temperatura promedio de 542 °C con una presión de 17.4MPa, encontraron contradicciones a los anteriores diagramas de evolución donde el final de la evolución de los carburos no termina en M_6C sino concluye en la formación del $M_{23}C_6$, por tener más estabilidad, por los análisis de contenido de carbono con 0.20%.

Cuando el acero 21/4Cr-1Mo es sometido a 500°C, cuando se realiza los tratamientos térmicos de normalizado y revenido, la microestructura experimenta un cambio en la cual consiste en la difusión de átomos sustitucionales e intersticiales para promover la formación de carburos con elementos aleantes a fin de obtener una alta resistencia a alta temperatura, evitar el ablandamiento cuando se realice el revenido y evitar el movimiento de las dislocaciones. El anterior fenómeno es lo que se llama Endurecimiento Secundario.

En primera medida debido a esta difusión de átomos, se produce la precipitación de la cementita y de carburos metálico como el M_2C .

Cuando el acero es sometido a temperaturas de servicio a larga vida los carburos empiezan a crecer y a transformarse, debido a la difusión de los átomos. Empiezan a aparecer carburos de los tipos MC como: M_2C , M_3C , M_7C_3 , $M_{23}C_6$ e M_6C que tienen diferente estructura cristalina, composición química y una forma de cómo se ubican en la microestructura y una eficacia de impedir el movimiento de las dislocaciones.

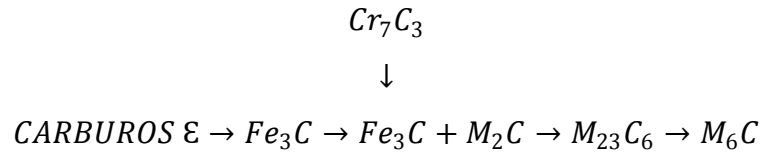
Cuando los carburos se forman a partir de la solución sólida se forma una coherencia entre los precipitados y la matriz de dislocaciones; después de un determinado tiempo de exposición a alta temperatura, se vuelven los carburos incoherentes con esa matriz de dislocaciones, permitiendo que se movilizan. Esto producido por el mecanismo de difusión de los átomos de soluto en esa atmósfera de dislocaciones y por la difusión de esos mismos átomos que forman parte de esas atmósferas.

En los aceros de baja aleación se presenta carburos aciculares Mo_2C en una matriz ferrítica y una fase bainítica incluyendo variaciones estequiométricas M_2C_3 y M_{23}C_6 . El carburo M_3C al realizarle al acero el tratamiento térmico de relevo de esfuerzo desaparece proporcionando al acero buena resistencia a la fluencia. Pero estas fases son metaestables de tal manera que cuando se somete a altas temperaturas ocurren alteraciones, causando una reducción en la resistencia a alta temperatura y reduciendo la resistencia a la fluencia teniendo lugar una afectación por 20 años a rangos de temperaturas entre los 400 y 600°C [4].

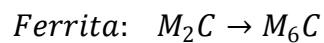
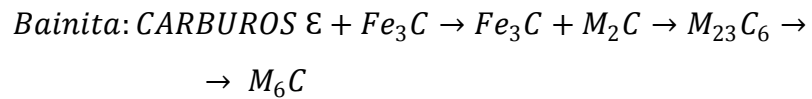
A continuación se muestra la secuencia de transformación de carburos producidos a diferentes temperaturas que ocurren en servicio:

- Formación de los carburos en la microestructura del acero 21/4Cr-1Mo normalizado y revenido

Figura 5 Evolución de carburos en un acero 21/4Cr-1Mo



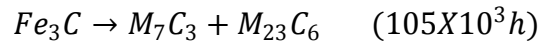
- Transformación de los carburos sometidos a alta temperatura



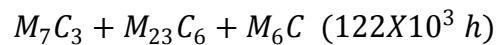
Fuente Tesis de Doctorado Mauricio Barreto UFRJ [22]

En la familia de los aceros ferríticos, como por ejemplo el 1Cr-0.5Mo sometido desde 105×10^3 a 122×10^3 horas a as de 520°C presenta una secuencia de transformación de carburos precipitados en los límites de grano.

Figura 6 Evolución de carburos en un acero 21/4Cr-1Mo a larga vida



↓



Fuente Tesis de Doctorado LEMUS, L.F UFRJ [1]

El análisis conducente a esta transformación es que el carburo M_6C obtenido a $122 \times 10^3 h$ precipitado en los límites de grano, puede afectar el efecto del endurecimiento por deformación, ya que posee muchos átomos de molibdeno, su nucleación y crecimiento lo hace apartir del carburo M_2C disolviendolo en la microestructura, obteniendo un carburo grande debilitando la estructura.

1. En el acero 21/4Cr-1Mo con una microestructura ferrítico-perlítica, sometido a más de 18 años de servicio, a una presión de 540°C, **con** una presión interna de 17.4MPa, estableció la siguiente forma de transformación de los carburos:

En ferrita: $M_2C \rightarrow M_{23}C_6$

En perlita: $M_3C \rightarrow M_7C_3 \rightarrow M_7C_3 + M_2C \rightarrow M_{23}C_6 + M_2C + M_{23}C_6$

3.3.3 FACTORES QUE AFECTAN LAS PROPIEDADES MECANICAS Los factores de servicio como la exposición a alta temperatura y a ambiente pueden alterar las propiedades mecánicas a elevada temperatura provocadas por cambios metalúrgicos como esferoidización, grafitización, descarburización y carburización. También dependiendo del sometimiento a alta temperatura y a la ambiente sufren fenómenos de fragilización en los aceros ferríticos usados a alta temperatura, mecanismos como el de Fragilización por Revenido, fragilización de martensita revenida, fragilización por creep, fragilización por hidrogeno [2].

Los factores que afectan las propiedades mecánicas del acero son:

- Naturaleza del mecanismo de endurecimiento
- Microestructura
- Tratamiento térmico
- Composición de la aleación

▪ **MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO** Tiene que ver con varios tipos de endurecimientos que afectan las propiedades a alta temperatura, como el refinamiento del tamaño de grano, endurecimiento por precipitación, endurecimiento por solución sólida. De todos el que contribuye más a la tenacidad es el tamaño de grano.

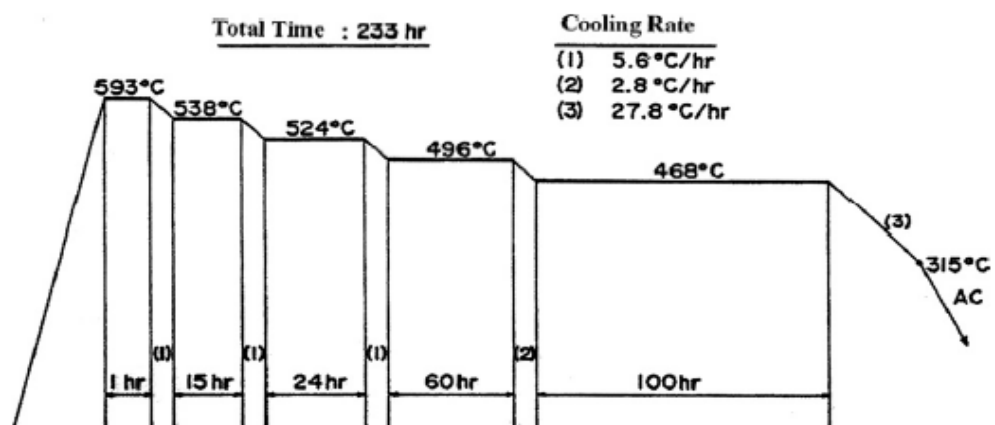
En aceros cromo-molibdeno la resistencia al creep es dado por una combinación de solución sólida y efectos de precipitación. En las primeras etapas de los dos tipos de endurecimiento, el que contribuye más a la resistencia es el efecto de solución sólida pero conforme avanza el tiempo el que contribuye más es endurecimiento por precipitación, especialmente por la formación de carburos M_2C en aceros que contengan molibdeno. Con el tiempo el efecto del mecanismo de endurecimiento por precipitación es reducido debido al crecimiento de los carburos difundiendo dentro de la estabilidad de la estructura pero debilitándola. De todas

formas los mecanismos de endurecimiento son inestables a altas temperaturas, con el incremento aumenta la velocidad de difusión de los átomos solutos de las atmosferas de dislocaciones, mientras que al mismo tiempo se dispersan los átomos de las atmosferas haciendo que las dislocaciones se muevan más fácilmente. En el endurecimiento por precipitación ocurre que por el incremento se disuelven los carburos precipitados, obteniendo como resultado unos movimientos de dislocaciones de manera fácil porque no se anclan, para que se amarren e impedir su movimiento. A temperaturas intermedias pueden volverse gruesos y comienzan a ser menos efectivos el movimiento de las dislocaciones.

3.4 TRATAMIENTO STEP COOLING

En la investigación de este acero, para evaluar su tenacidad, es necesario determinar que susceptibilidad de fragilización por revenido tiene y qué relación existe con las diferentes temperaturas en la cual es sometido en servicio.

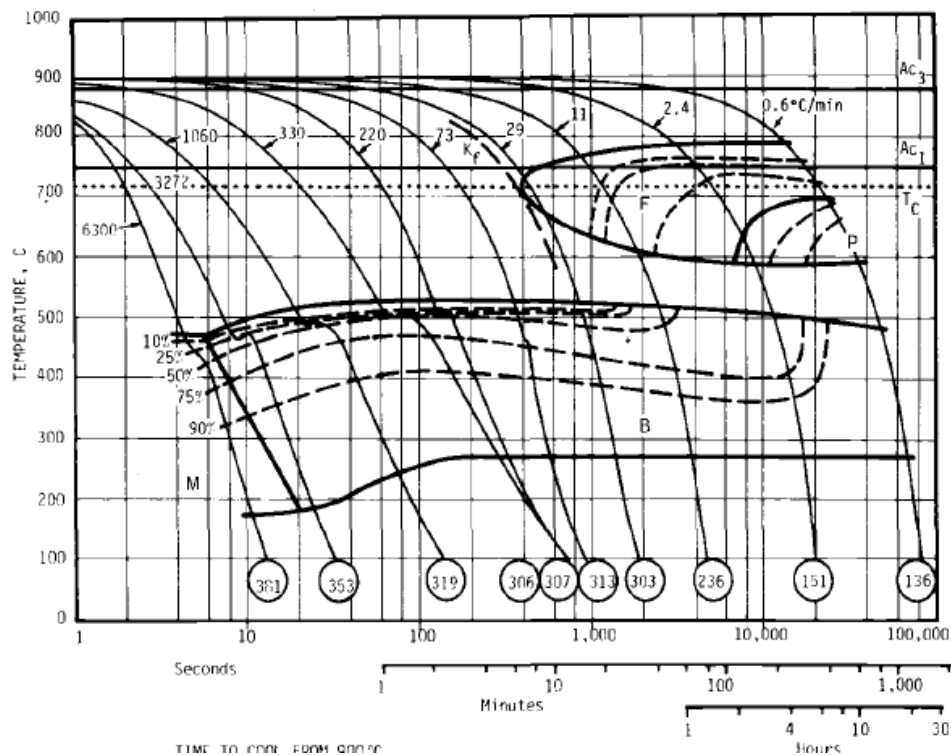
Figura 7 Diagrama StepCooling



Fuente API RP 934 (2008) y API 959 (1982) [5] [6]

La susceptibilidad por revenido en cada acero al Cr-Mo, es dependiente de su microestructura, de la composición química y de los tratamientos térmicos. Este último implica la temperatura de austenización y de la velocidad de enfriamiento, porque debido a estos dos es que se obtienen diferentes microestructuras donde sus microconstituyentes marca la diferencia en propiedades, como a resistencia alta temperatura y el tiempo de servicio [7].

Figura 8. Diagrama CCT acero 21/4Cr-1Mo



Fuente. Libro Application of 21/4Cr-1Moon Steel for Thick – Wall Pressure Vessels, ASTM STP 755 pag 347.

De acuerdo al diagrama CCT de la figura, de acuerdo a las velocidades de enfriamiento, se puede obtener bainita total en un rango de velocidades de 3300 a 30 °C. En ésta ultima marca la velocidad de enfriamiento límite para la formación

de ferrita. Recordando que la ferrita tiene baja resistencia a la fluencia y si tenemos ferrita-bainita, la resistencia y tenacidad se van a reducir [7].

Otro factor importante en la susceptibilidad a la fragilización por revenido radica en la temperatura de austenización. Entre más alta la temperatura mayor va a ser la resistencia a alta temperatura, en otras palabras va a ser menos susceptible a fragilizarse. Dicha temperatura va a variar dependiendo de los sometimientos a alta temperatura o de los tratamientos térmicos que le hayan hecho, de tal forma que puede que la microestructura final además de la bainita tenga otras fases como ferrita, colonias de martensita, o se disuelvan los carburos de hierro.

En pocas palabras para tener una baja susceptibilidad de fragilización en lo posible debemos tener, una microestructura con bainita revenida con sus carburos aleado como el M_2C , M_7C_3 , y $M_{23}C_6$.

De acuerdo con los parámetros anteriormente descritos, para evaluar la susceptibilidad a la fragilización por revenido, se utiliza el tratamiento térmico como se muestra en el diagrama de la figura 3, que tiene una duración de 233 horas. Consiste en que el acero es sometido a unas etapas de temperaturas de sostenimiento y unas de enfriamiento, con el fin de experimentar el comportamiento de la microestructura del acero, es decir como es la transformación de los carburos y como se degrada los microconstituyentes. Al final se espera una microestructura alterada, microconstituyentes en menor proporción en la cual se consigue estimar el estado en que se puede comportar el acero en servicio. Porque según a los cambios que ocurran se puede estimar la susceptibilidad a la fragilización por revenido del acero Cr-Mo. En el caso del presente trabajo de investigación, se puede detectar la susceptibilidad a fragilizarse de un acero 21/4Cr-1Mo en un tubo en estado nuevo y en un tubo que estuvo en servicio por medio de la energía absorbida que muestra cuando tiene un corte del 50%.

4. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.1 MATERIALES EMPLEADOS

El material a utilizar consta de tubos sin costura fabricado en acero 21/4Cr-1Mo clasificado según norma ASTM A200 grado T22, en la cual fueron suministrados por la empresa TSEC-LTD-Brasil. Consta de dos tubos, uno envejecido en servicio y otro en estado sin fragilización.

Tabla 2 Composición química acero 21/4Cr-1Mo ASTM A200 grado T22

ACERO ASTM T22						
C	Si	Mn	Cr	Mo	P	Sn
0.12	0.3	0.45	2.25	1.0	0.013	0.002

Fuente TSEC-Ltd. Brasil

4.1.1 EQUIPOS Para la realización de las pruebas se utilizaron los siguientes equipos:

- **Microscopio óptico**, marca OLYMPUS.
- **Maquina Cortadora**, marca Buehler.
- **Muflas**, laboratorio de Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC).
- **Péndulo de Impacto**, del laboratorio de Resistencia de Materiales, Escuela de Ingeniería Civil (Edificio Alvaro Beltrán pinzón).

NUMERO DE PROBETAS

El número de probetas consta de:

- Análisis Metalografico: Consta de 25 probetas, sacadas del tubo de servicio, del tubo de acero nuevo sin fragilizar artificialmente, para identificación microestructural y el tratamiento step cooling preliminar.
- Tratamiento Térmico de Fragilización StepCooling: Después de que el cupón (tubo sin envejecer) se le identificara la microestructura, se realizó tratamiento para fragilizarlo artificialmente según la figura 7.
- Ensayo de Impacto: A los tubos fragilizados en servicio y artificial, se mecanizan para obtener probetas charpy, que de acuerdo con la norma ASTM E23 y ASTM A370 consta de 8 a 12 probetas. Se sacaron 10 de cada tubo.

4.2 METODOLOGIA APLICADA

La metodología aplicada es la siguiente:

4.2.1 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS Dentro de la revisión bibliográfica, se estudiaron las normas ASTM E23, A370, E3, sobre la preparación de las probetas y procedimiento ensayo charpy, preparación de ensayos mecánicos y preparación metalográfica respectivamente.

- Preparación metalográfica: Se realiza corte de una sección transversal de los tubos para sacar probetas, realizar el montaje en baquelita y realizar el desbaste en lijas 80,120, 150, 180, 240, 320, 400, 600 y 1200. Después del desbaste se realiza el pulido fino y grueso con alumina 3μ y 0.5μ respectivamente. Finalmente ataque con nital al 2% con 40 segundos.

- Se ejecuta el tratamiento térmico de normalizado de los tubos en estado nuevo a 920 °C por 3 horas y enfriamiento en aire, Seguido de un tratamiento térmico de revenido a 690°C por 3 horas.
- Probetas Ensayo de Impacto: Se mecaniza en taller de mecanizados industriales de Bucaramanga probetas charpy. Como el espesor es de 9mm, se escogen el tamaño sub-zise de acuerdo a las dimensiones de las normas ASTM E26 y A370.

4.2.2 ANALISIS DE LAS MUESTRAS

- Análisis metalográfico: Se realiza análisis metalografico de las probetas obtenidas, de los dos tubos para analizar previamente qué microestructura tienen. Al de servicio se analizó que tipo de microestructura tiene, y al tubo sin fragilizar se le hizo microscopía óptica. También se analiza la microestructura del acero sin fragilizar en estado normalizado y revenido y después de la fragilización artificial.
- Análisis de fractura: Se realiza este análisis para observar cómo fue el modo de corte de las probetas impactadas al acero envejecido en servicio y artificial. Se realiza en la lupa marca OLYMPUS.
- Análisis de Impacto: Se realizó el ensayo charpy según la norma ASTM E23 y A370, donde se especifican los pormenores del impacto, el procedimiento para obtener la curva transición dúctil frágil a las siguientes temperaturas: para el acero fragilizado artificial -30, -10, -2, 5, 24, 60, 88, 97, 100 °C. y para el acero de servicio -30, -10, -2, 5, 24, 60, 77 97,100.

5. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

5.1. IDENTIFICACIÓN DE MUESTRAS

Las muestras de acero del trabajo de grado en cuestión, consta de unos tubos sin costura fabricado en acero 21/4Cr-1Mo clasificado según la norma ASTM A200 grado T22. Las muestras fueron suministradas por la empresa TSEC-Ltd. Brasil.

Los tubos, que en este caso lo vamos a denominar cupones donde se van a extraer probetas para los análisis pertinentes, tienen ciertas características y vienen identificados con una nomenclatura.

Tabla 1 Identificación de Material

IMAGEN	CARACTERISTICAS
	Tubo de acero 2 1/4Cr-1Mo, en estado nuevo y designado por el numero 9.0. Este tubo se corto en dos mitades quedando lo cupones correspondientes para realizarle el envejecimiento artificial. También se extrajeron probetas para la realización de metalografías.
	Tubo de acero 2 1/4Cr-1Mo, en estado ENVEJECIDO EN SERVICIO y designado por el número 9.1. De este cupón se sacaron diversas probetas para realizarle metalografía. Fue extraído de la zona lateral de radiación del horno en una refinera en Brasil. Tiene 25 años de operación a una presión de 28Kg/m ² a 570°C.

5.2 ANALISIS METALOGRÁFICO

Al observar la metalografía de los dos tipos de cupones, se observa que tiene una matriz ferrítica con un microconstituyente bainítico.

5.2.1 MICROESTRUCTURA TUBO NUEVO 9.0

La microestructura de este acero en estado sin fragilizar presenta una microestructura normalizada y revenida obteniendo bainita total con carburos precipitados. En ella se visualiza carburos dispersos, en la cual es característica de que es un acero con propiedades a alta temperatura, puesto que los carburos incrementan la resistencia a altas temperaturas de revenido, incrementando la temperatura de servicio.

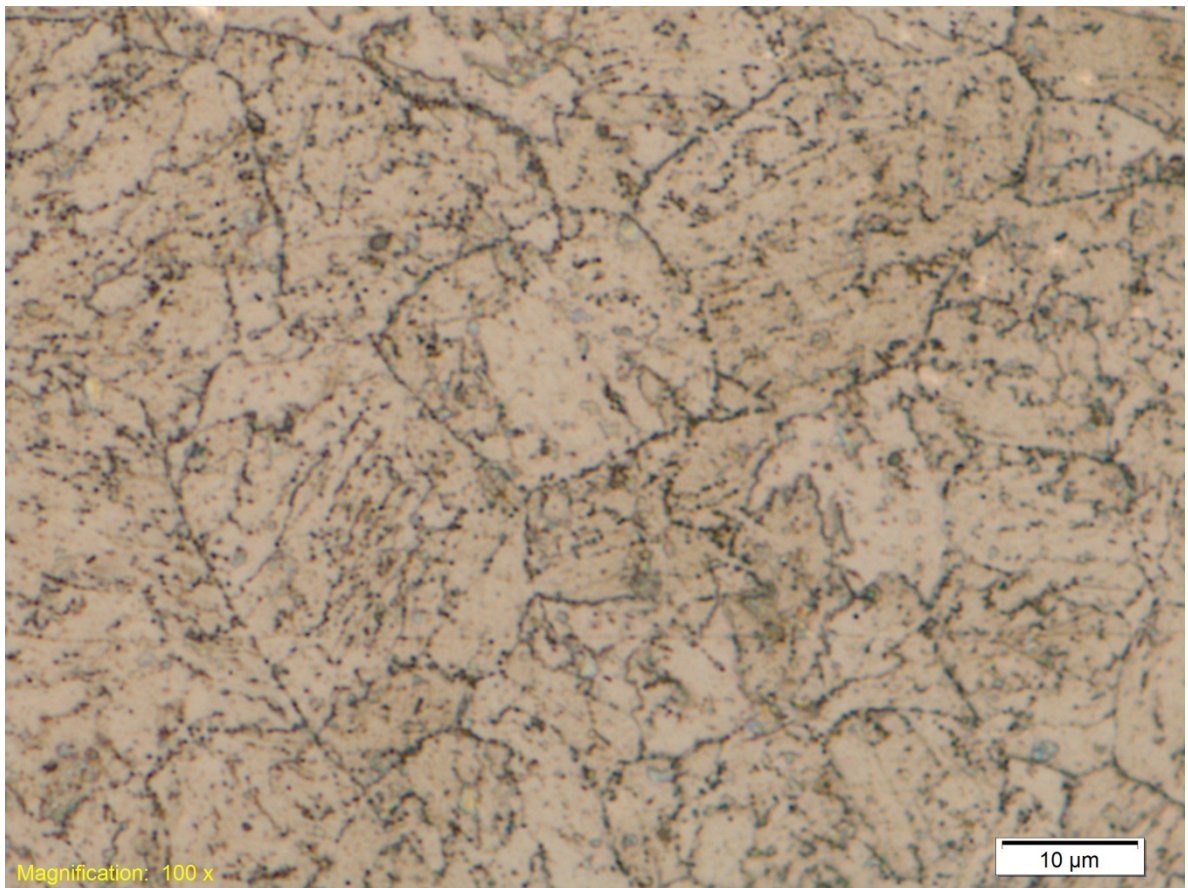
- **TRATAMIENTOS TERMICOS**

Para este acero que se sometió a una fragilización por revenido artificial, se necesitaba una microestructura inicial para realizar posteriormente las comparaciones metalográficas con la que quede después de la fragilización artificial. Por lo tanto se realizó un normalizado y revenido para tener una microestructura inicial, ya que no teníamos dato de la microestructura de entrega, es decir cual tratamiento térmico tenga.

- **NORMALIZADO** El acero fue austenizado a 920°C por 3 horas y enfriado en el aire. Se utilizó esta temperatura y este tiempo de sostenimiento para, según el diagrama CCT, obtener una microestructura totalmente bainítica en una matriz ferrítica.

- **REVENIDO** El revenido se realizó a 690°C para reducir tensiones residuales producidas por el normalizado y precipitar los carburos necesarios para que el acero obtenga una resistencia adecuada. En la microestructura se observa una matriz ferrítica con una bainita revenida con finos carburos aleados que le da la resistencia a alta temperatura, ya que este endurecimiento secundario producido a altas temperaturas de revenido hace que sea resistente a esas temperaturas de servicio en el tiempo de servicio.

Figura 9 Microestructuras tubo nuevo normalizado y revenido



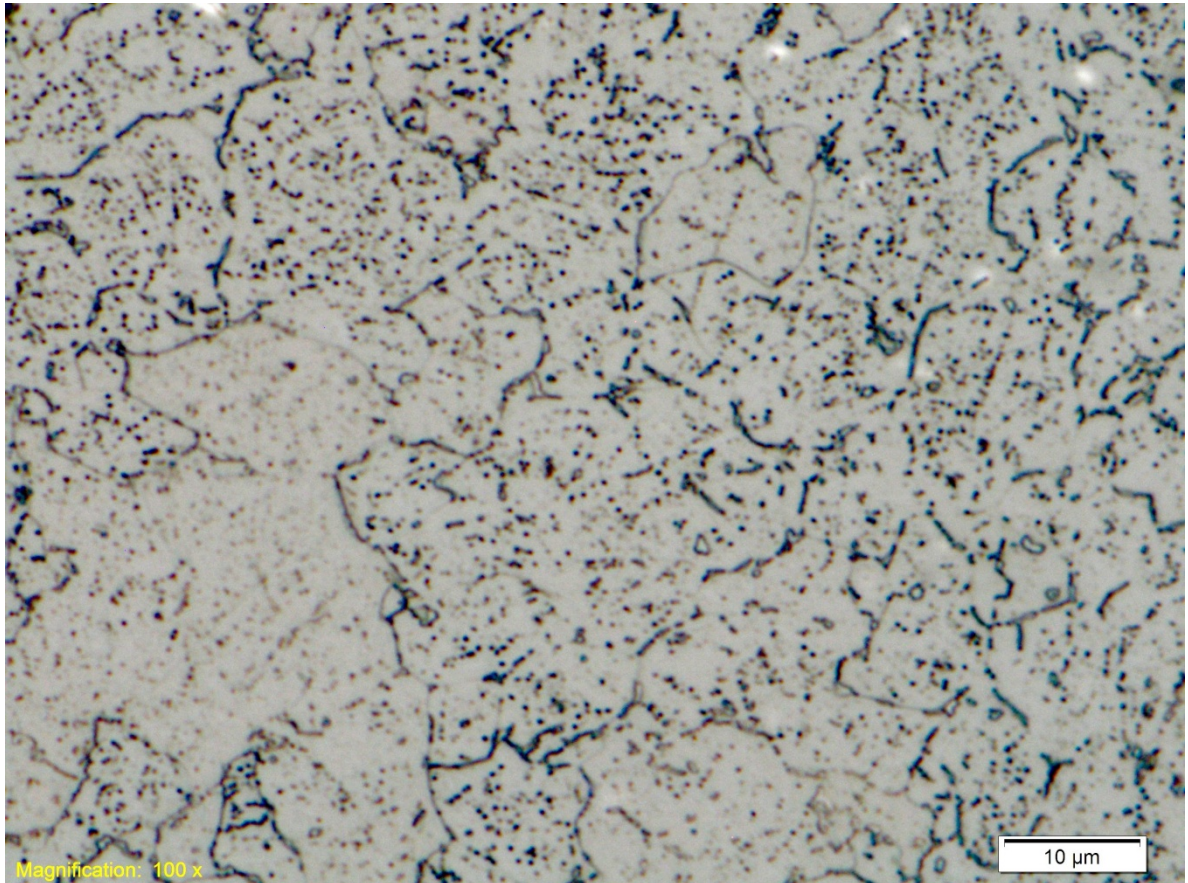
Bainita revenida nital 2%

2000X

Fuente autor

5.2.2 MICROESTRUCTURA ACERO SERVICIO 9.1

Figura 10 Microestructuras tubo servicio



**Bainita con carburos precipitados en el el limite de grano
2000X**

nital 2%

Fuente autor

En esta microestructura se muestran los granos delimitados con una bainita aparentemente en estado degradado. También se observan carburos con una morfología distinta a la de un acero en estado nuevo, puesto que este estuvo en servicio aproximadamente 12 años de funcionamiento, donde es sometido a altas temperaturas, al ritmo de trabajo (aumento y disminución de temperaturas, paradas) los carburos crecen, evolucionan cambiando de morfología, haciendo que micro estructuralmente se aumente la velocidad de difusión de los átomos en las atmósferas de dislocaciones afectando la resistencia a altas temperaturas, es decir, hace que sea más fácil el movimiento de las dislocaciones y de manera macroscópica puede producirse rotura frágil.

5.3 FRAGILIZACIÓN POR REVENIDO ARTIFICIAL

Cuando un material que está en equipos que trabajan a altas temperaturas como en una refinería de petróleo, en una planta de generación eléctrica, plantas de fertilizantes, industria nuclear, debido al tiempo de servicio, tienden a sufrir deterioro en las propiedades mecánicas por el cambio en la microestructura por el continuo sometimiento a altas temperaturas, produciendo una variación en la morfología de los precipitados, como el crecimiento en los carburos, que la difusión de los átomos de las atmósferas de las dislocaciones aumente produciendo una mayor movilidad de ellas.

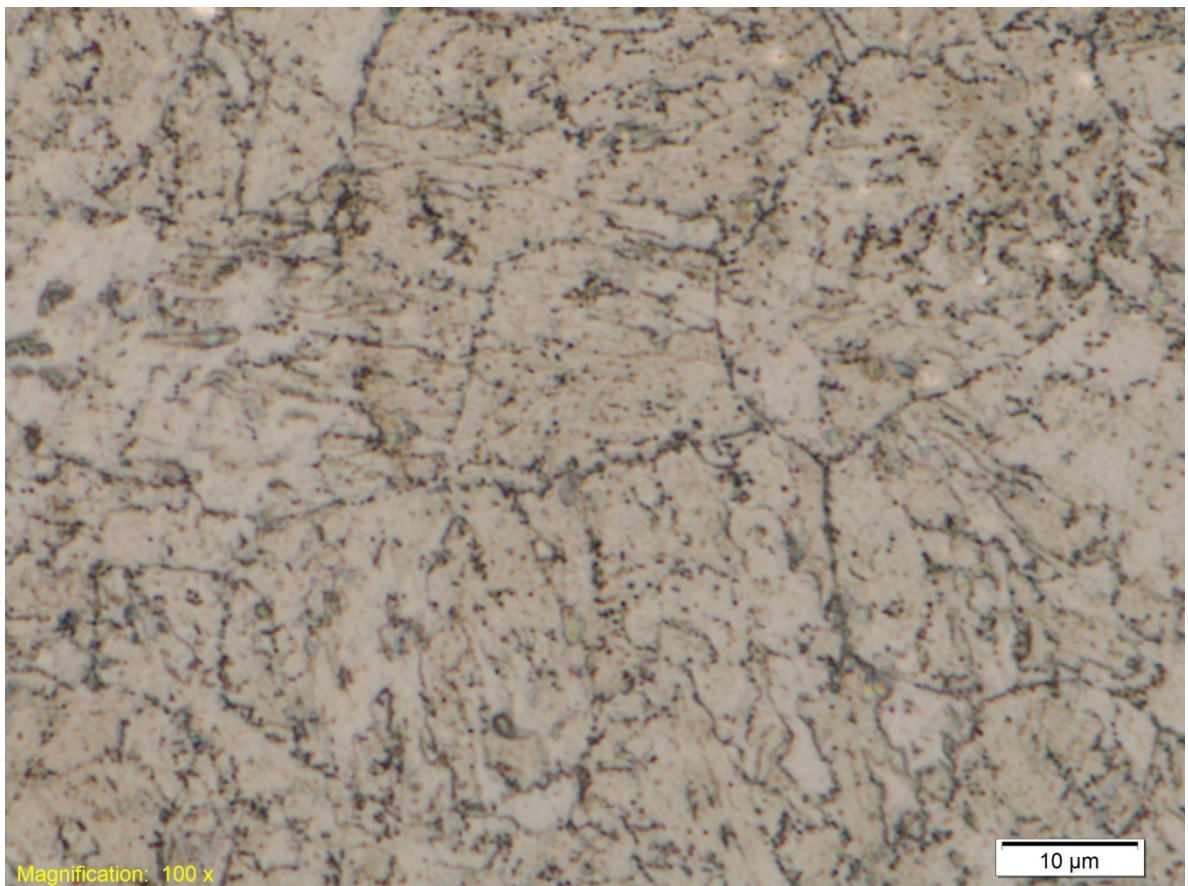
Pero ésta fragilización se obtiene en rangos de trabajo de 450 a 680 °C, y a temperatura ambiente (paradas de trabajo) a más de 100.000 horas donde si se intentara realizar a escala de laboratorio llevaría mucho tiempo, el cual es imposible. Por lo tanto se llevó a un tratamiento térmico especial donde se simula ese tiempo de trabajo en la industria y que provoca el efecto del cambio microestructural afectando directamente las propiedades mecánicas a esas

temperaturas. El tratamiento térmico que a se hace alusión se denomina StepCooling.

Este tratamiento térmico, como se aprecia en la figura, consiste en un calentamiento a 593°C y comienza una serie de sostenimientos y enfriamientos a una determinada velocidad completando 233horas en la mufla del Grupo de Investigación en Corrosión (GIC).

Para causar que los carburos se transformen, cambien de morfología en la siguiente secuencia, como se describió en la sección 3.4.

Figura 11. Microestructura acero nuevo fragilizado artificialmente



2000X Bainita nital 2%

Fuente autor

La microestructura del acero en estado de servicio, figura 10, se observa la degradación de la bainita, por cuenta del sometimiento a alta temperatura a larga vida como lo muestra la figura. Presenta partículas de carburos en donde se observan más dispersos en la matriz ferrítica y también delimitando los límites de grano. Con respecto a la fragilización artificial, al calentar a 593°C, mantener el acero a esa temperatura durante un tiempo determinado y enfriar a cierta velocidad de enfriamiento a otro rango de temperatura y así sucesivamente en el tratamiento stepcooling, de la figura 3. En la figura 11 se evidencia un cambio en la morfología de los carburos, más crecidos como consecuencia de estar mantenidos a esas temperaturas y esas velocidades de enfriamiento causando difusión de átomos de soluto, tanto de las atmósferas de dislocaciones como los átomos de ellas causando fácilmente el movimiento de las dislocaciones.

El fenómeno del cambio de la morfología de los carburos se traduce en que microestructuralmente ellos se transforman como lo indica el numeral causando un crecimiento de ellos dentro de la matriz ferrítica siendo menos efectivo el impedimento del movimiento de las dislocaciones.

Al realizar las comparaciones de las microestructuras del acero fragilizado en servicio y el fragilizado artificialmente con el acero normalizado y revenido, se observa que la bainita sufrió degradación, y los límites de grano se observan contorneados por los carburos, totalmente crecidos, globulizados, una muestra de la evolución de su morfología tanto de servicio sometido a 112.000h (12 años) y el fragilizado artificialmente por 233h por medio del step cooling, como lo muestra la figura 12.

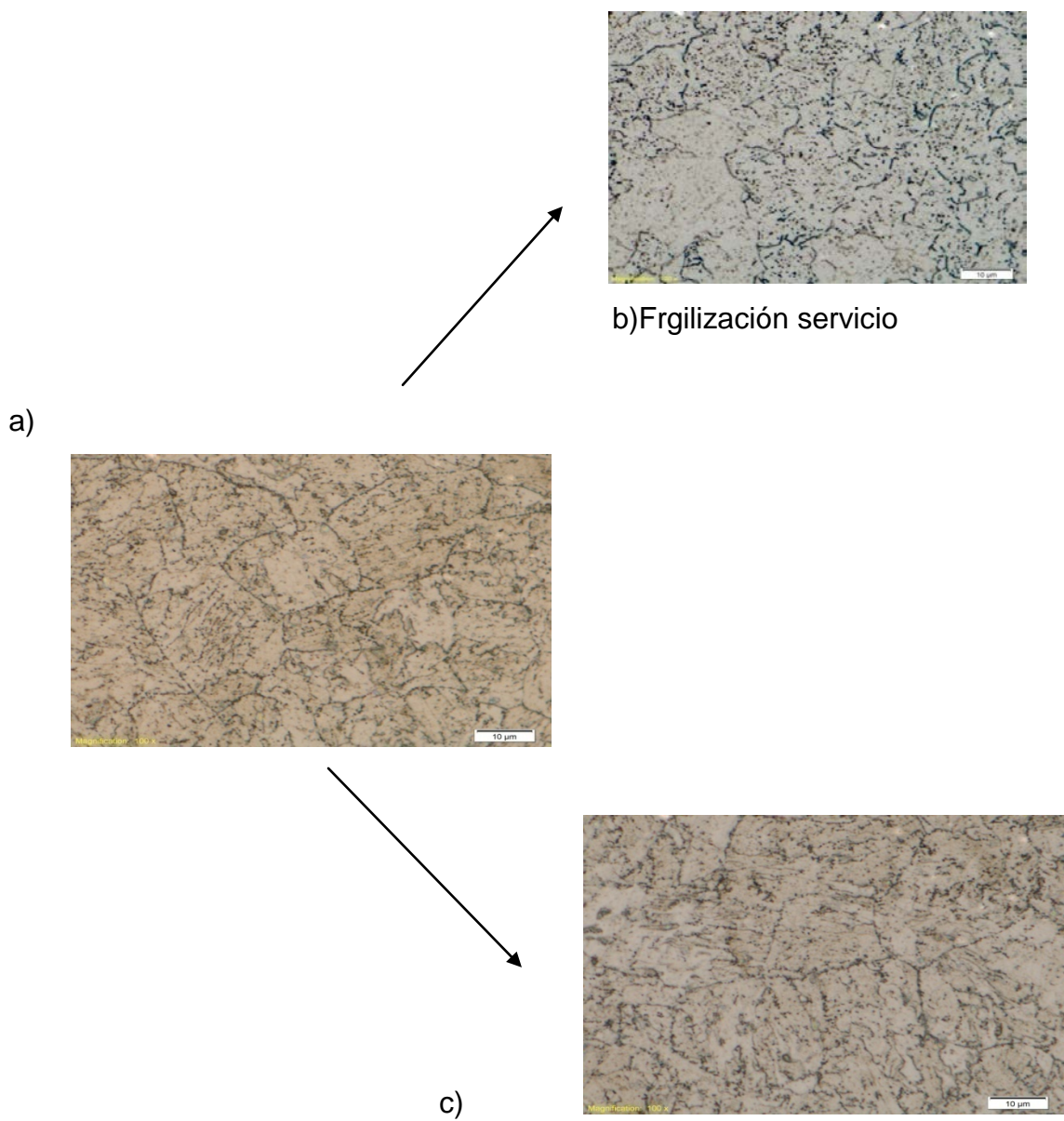
Figura 12. Comparación de microestructuras del acero en estado nuevo (normalizado y revenido) con las del acero envejecido en servicio y artificial

a) Normalizada y revenida. 2000X . Nital 2%

b) Fragilización servicio. 2000X . Nital 2%

c) Fragilización artificial. 2000X . Nital 2%

Fuente. Autor



5.4 FACTOR J SUCEPTIBILIDAD A LA FRAGILIZACIÓN

De acuerdo a la composición química del acero, este tiene una susceptibilidad a la fragilización por revenido, propuesto por Watanabe y Miyamo.

$$J - Factor = (Mn + Si)(P + Sn) \times 10^4$$

Evaluando los valores en la ecuación:

$$J - Factor = (0.45 + 0.3)(0.013 + 0.002) \times 10^4 = 112.5$$

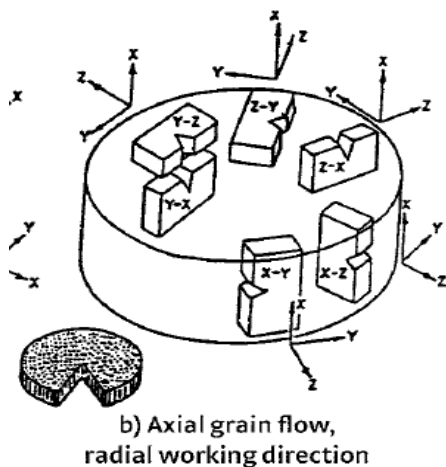
En las diferentes tablas de composición de aceros Cr-Mo, los valores del carbono tienen un valor máximo, al igual que el azufre, el silicio y fósforo. Los demás valores son nominales. Al revisar el valor J para nuestro acero objeto de estudio, registra un valor de 112.5. Como este valor está en función de la composición química, y al revisar otras composiciones de aceros Cr-Mo, este valor tiende a ser medio comparado con otras composiciones. Si observamos en la bibliografía, el contenido de azufre de éste acero tiene un valor medio aproximadamente comparado con otros aceros Cr-Mo con altos porcentajes. Esto significa que el acero 21/4Cr-1Mo de los tubos sí tiene una susceptibilidad a fragilizarse, pero en un nivel medio, debido a que otros aceros poseen valores altos de azufre. De acuerdo a los niveles de impurezas, estos provocan un debilitamiento en el límite de grano, sumando así a la formación de fases frágiles causando fragilización. Pero no solo está en reducir el porcentaje de las impurezas, también radica en manejar los valores del contenido de manganeso y silicio, ya que estos en mayor porcentaje ayudan a la difusión de los elementos de impurezas. De modo que si

bajamos los niveles del manganeso (Mn) y silicio (Si), vamos a tener una menor susceptibilidad de fragilización. Lo que haya de estos Mn y Si, pueden formar compuestos con el hierro (Fe), causando incremento en la fragilización por revenido.

5.5 ENSAYO CHARPY

Para evaluar la tenacidad de este material en forma tubular, de acuerdo a la norma ASTM E23 y A370, se decidió sacar las probetas charpy del espesor del tubo en la dirección longitudinal y la orientación de la entalla es en la dirección transversal. Se sacaron probetas charpy subestandar debido a que el espesor de aproximadamente 9mm, no se podía sacar las probetas tamaño completo. La probetas sub zise tiene unas dimensiones de 55x10x5 mm.

Figura 13
Orientación probeta



Fuente. Norma ASTM E23

Figura 14 Orientación charpy acero



Fuente. Autor

Para este caso, se escogió por conveniencia la orientación X-Y, donde el eje X corresponde a la dirección longitudinal del tubo, el eje Y es la dirección normal a los ejes X y Z, y el eje Z representa la dirección transversal, que coincide con la dirección de la fuerza de trabajo principal.

Tabla 4 DATOS ENERGIA DE IMPACTO ACERO SERVICIO

T (°C)	ENERGIA DE IMPACTO (Kg-m)	ENERGIA DE IMPACTO SIN FRICCIÓN(Kg-m)	ENERGIA DE IMPACTO SIN FRICCIÓN (J)
-30	2.75	2.5	24.51
-10	3.25	3	29.41
-2	5	4.75	46.58
5	5.25	5	49.03
24	5	4.75	46.58
60	7.75	7.5	73.54
77	8.25	8	78.45
97	8	7.75	76.00
100	8.5	8.25	80.90

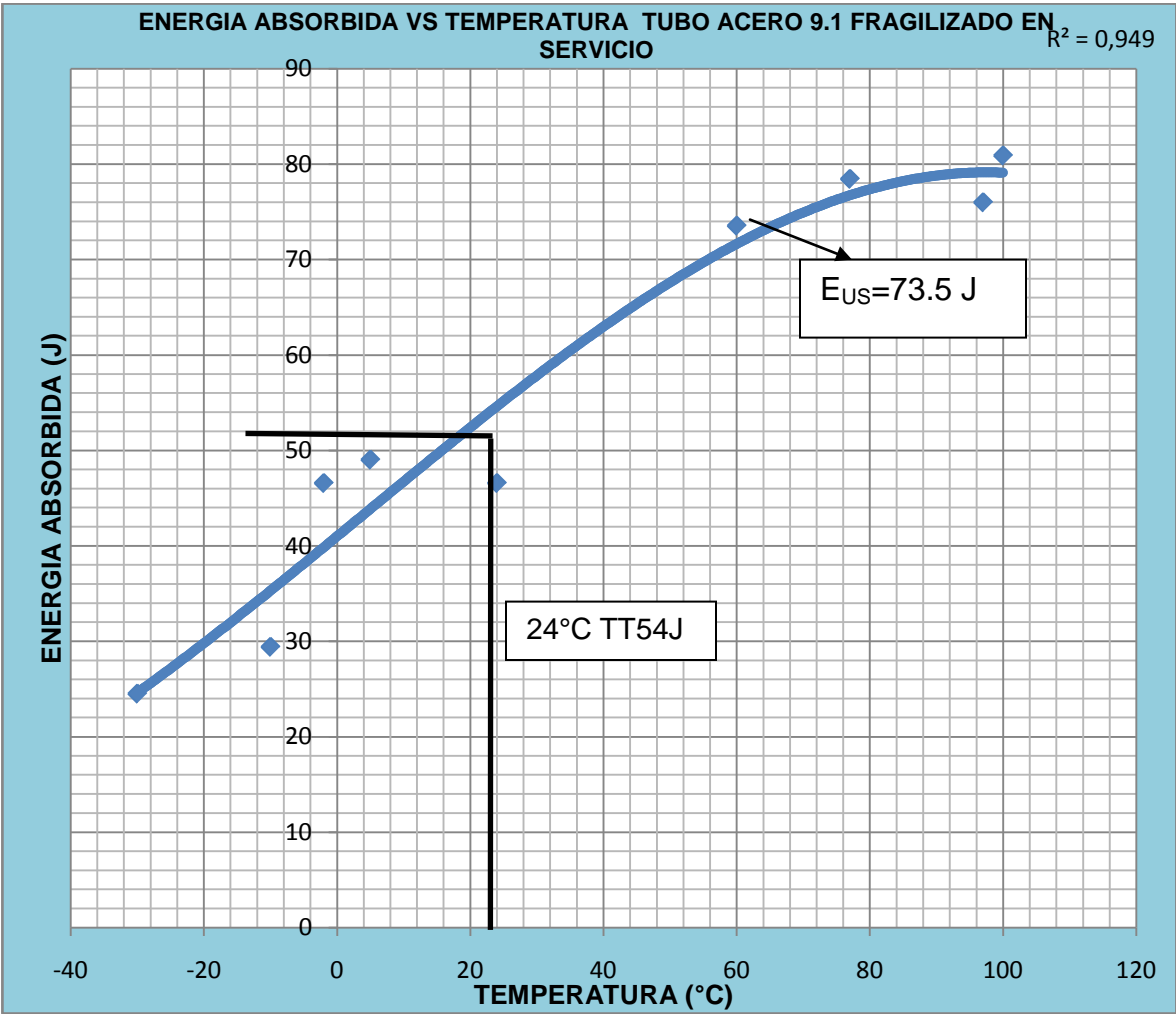
Tabla 5 DATOS ENERGIA DE IMPACTO ACERO FRAGILIZADO ARTIFICIALMENTE

T (°C)	ENERGIA DE IMPACTO (Kg-m)	ENERGIA DE IMPACTO SIN FRICCIÓN(Kg-m)	ENERGIA DE IMPACTO SIN FRICCIÓN (J)
-30	2,75	2,5	24,51
-10	4,75	4,5	44,12
-2	5,25	5	49,03
5	5,75	5,5	53,93
24	8	7,75	76,00
60	8,75	8,5	83,35
88	8,75	8,5	83,35
97	9	8,75	85,80
100	8,75	8,5	83,35

Tabla 6: DATOS DE TEMPERATURA DE TRANSICIÓN A 54J Y ENERGIA PARTE SUPERIOR

ESTADO FRAGILIZACIÓN TUBO	TT _{54 J} (°C)	PARTE SUPERIOR ENERGIA ABSORBIDA, E _{US} (J)
SERVICIO	24	73.5
ARTIFICIAL	5	76

Figura 15. Energía absorbida vs temperatura tubo fragilizado servicio



Fuente. Autor

Figura 16. Energía absorbida vs temperatura stepcooling

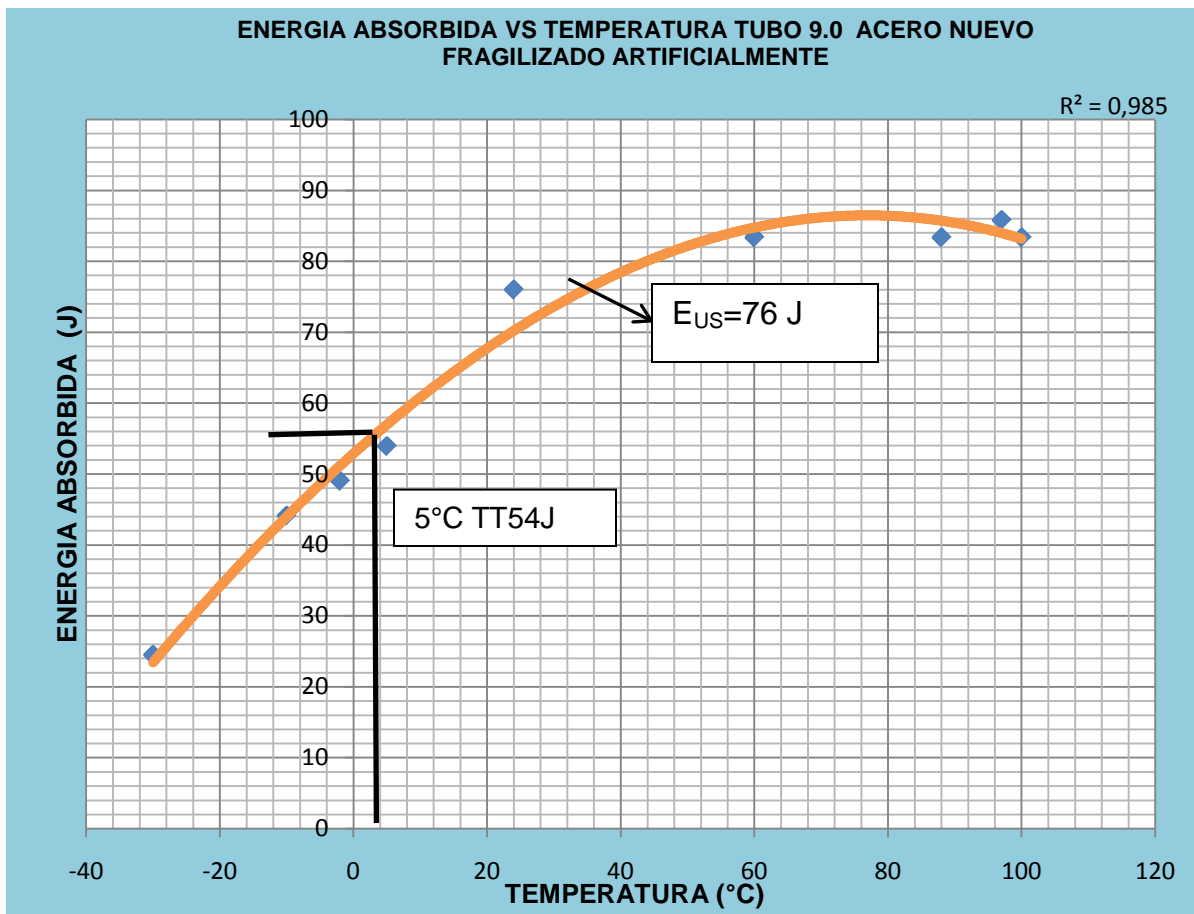
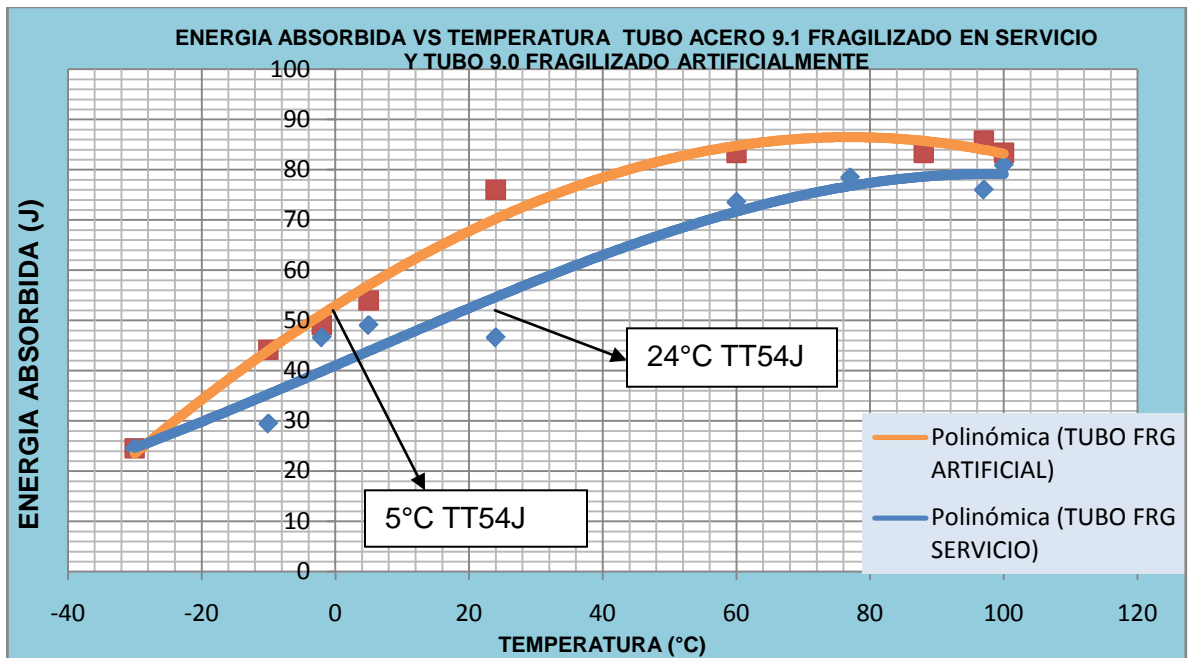
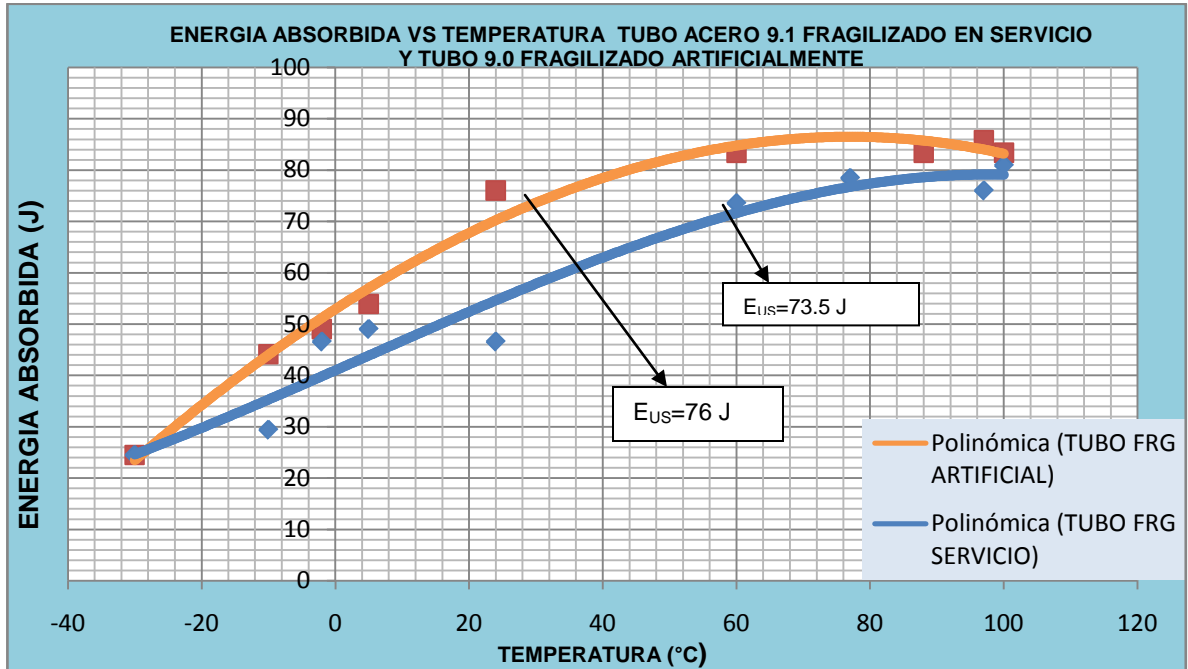


Figura 17. Energía absorbida vs temperatura acero servicio y artificial



Al analizar las tablas de los dos aceros, en el estado fragilizado en servicio y el que fue fragilizado artificialmente, se observan valores mayores de energía en la segunda que en la primera.

En la tabla 4 de valores del acero de servicio, se observa que a bajas temperaturas, por lo menos debajo de los -10°C , se evidencia una reducción importante de la energía absorbida mostrando así, que tiene una forma de ruptura frágil en comparación con las energías absorbidas por encima de los 60°C , donde se registran altos valores tendiendo a una fractura dúctil, evidenciando que entre -10 y 60°C existe una transición dúctil frágil reflejada en la figura 15 y la tabla de fracturas No 7.

En la figura 15 de impacto versus temperatura del acero de servicio se observa que en el rango de transición, la mitad de ese rango correspondiente a 54 Joules del 50% de la transición dúctil-frágil es 24°C . Lo que indica que el acero después de que baje esa temperatura el mecanismo cambia de coalescencia de microvacíos a clivaje.

La tabla 5 registra los valores de energía absorbida del acero con fragilización artificial, donde se observa que a menos de -30°C los valores en la energía empiezan a disminuir y a partir de 24°C empieza a aumentar. Nótese que según la tabla 6 de fracturas se registra totalmente dúctil, fibrosa, poco cristalina a partir de 24°C y -30°C registra una fractura frágil, con rasgaduras, plana. Entre estos valores -30 y 24°C existe una transición dúctil-frágil. Hay un cambio de mecanismo frágil, es decir absorbió poca energía, hubo una cierta deformación pero no tan significativa como por encima de esta temperatura, que se observa una alta energía absorbida mostrando un comportamiento dúctil, produciendo una deformación plástica. Al encontrar la mitad de la transición de dúctil a frágil donde hay un 50% de corte fibroso, la figura 16 indica que ocurre en 5°C . Es decir que a partir de este momento hay una alta probabilidad de que ocurra una fractura frágil

aproximadamente porque este acero se fragilizo artificialmente, simulando las condiciones de servicio y temperatura a las condiciones reales.

El que presente un $TT_{54} J$ mayor el acero de servicio que el de fragilizado artificial obedece a que la microestructura del acero fragilizado artificialmente es normalizada y revenida, es decir, antes del stepcooling la microestructura era bainita revenida, con muy pocas regiones de ferrita con presencia de carburos aleados que impiden el movimiento de las dislocaciones. La bainita revenida en su totalidad da una excelente resistencia a alta temperatura y la ferrita posee pobres propiedades mecánicas a las temperaturas. En cambio el acero en servicio además de la bainita con el alto grado de degradación por el tiempo de servicio, muestra unos carburos grandes, coalescidos, en donde las dislocaciones se pueden mover con gran facilidad produciendo deformaciones mayores.

Igualmente Se observa en la figura 17 del acero de servicio y artificial, se observa que la energía de la parte superior de ellas, tienen valores cercanos, a diferentes temperaturas, lo que indica que el acero envejecido artificial por medio del step cooling da las condiciones aproximadas de fragilización en servicio, teniendo estos valores de energías cercanos. También es claro, que como se muestra en la figura, las energías del tubo de servicio son menores a las del artificial, ya que este fue fragilizado por medio del tratamiento step cooling, pero las dos curvas son cercanas, lo que permite inferir que la degradación microestructural de los dos tubos fueron casi las mismas, es decir la fragilización por revenido del acero en estado nuevo (normalizado y revenido) fue casi igual al de servicio.

5.5.1 ANALISIS DE LAS FRACTURAS

Al haber realizado el análisis de la temperatura de transición de dúctil a frágil, esto también es reflejado en la forma en que fracturo a dichas temperatura.

El acero en servicio registra un cambio en el modo de la fractura de dúctil a frágil entre -2 y 24°C y el fragilizado artificial tiene un cambio de fractura frágil a dúctil desde aproximadamente -10 y 5°C

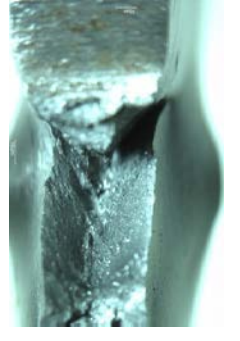
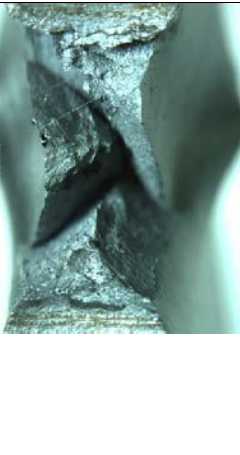
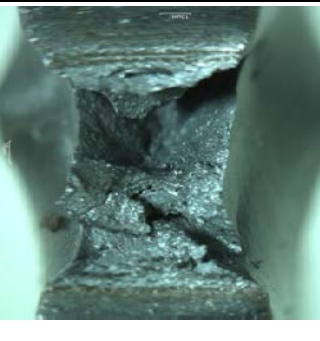
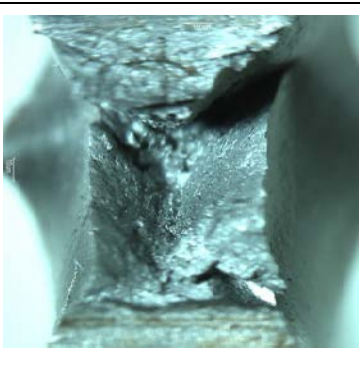
A la susceptibilidad de absorber bajas energías con el decrecimiento de la temperatura de servicio o de ensayo, este cambio de energía va acompañado de un cambio en el modo de fractura, es decir, que existe una transición dúctil - frágil en la cual la fractura es fibrosa y que pasa a cristalino. La temperatura de transición es un valor importante, porque define el cambio en el modo de fractura y que es causado por un mecanismo predominantemente de corte a uno causado por clivaje.

TABLA 7 CUADRO COMPARATIVO FRACTURAS ACERO SERVICIO

-10°C			Las fracturas presentan un corte de tipo frágil, donde se evidencia huecos y hendiduras en la parte plana de la fractura y cerca a la entalla se observa el inicio de la fractura. Presenta un aspecto cristalino.
-2°C			En esta temperatura en la parte plana se caracteriza por tener un mecanismo frágil, caracterizado por las hendiduras y cerca de la entalla se observa la iniciación de la fractura frágil. Presenta un aspecto cristalino.
5°C			Fractura frágil, posee hendiduras más profundas y una iniciación de la fractura con una muesca. Presenta un aspecto cristalino.
24°C			Al analizar estas fracturas, se observa la parte central, una fractura frágil, sin hendiduras, y cerca a la entalla se registra el inicio de la fractura. Muy poco cristalino la fractura y próximo a romper de manera dúctil.



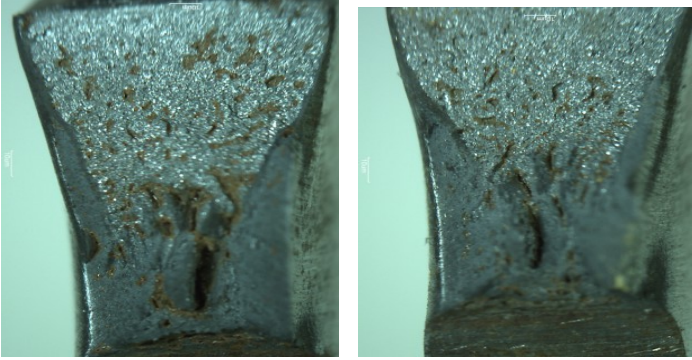
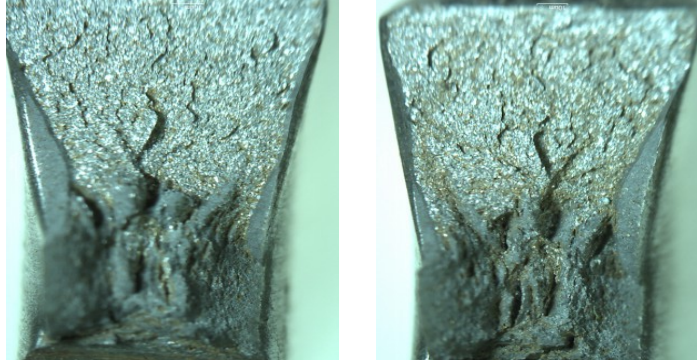
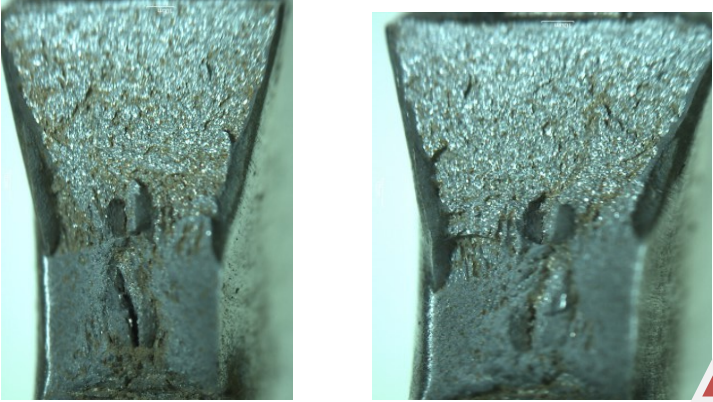

TRANSICIÓN DUCTIL-FRÁGIL

60°C		<p>En esta fractura cambia totalmente el modo de fractura, de cristalino pasa totalmente a fibroso. No se separó en dos partes la probeta charpy. No hay señales de hendiduras.</p>
77°C		<p>Al seguir aumentando las temperaturas, la fractura es totalmente fibrosa, es decir rompe de una manera dúctil, absorbiendo más energía como lo muestra la tabla de resultados de este tipo de acero.</p>
97°C		<p>Al aumentar las temperaturas se observa una apariencia fibrosa con un corte cercano al 100% de ductilidad..</p>
100°C		<p>Apariencia fibrosa, corte del 100 %,</p>


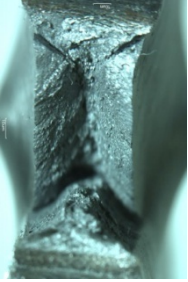
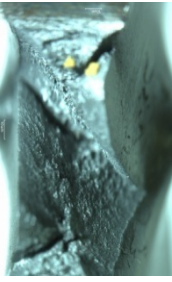
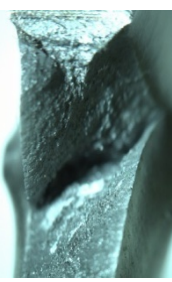
2X

Fuente autor

TABLA 8 CUADRO COMPARATIVO FRACTURAS TUBO ACERO NUEVO 9.0

-10°C		<p>Se observa en la parte plana una fractura frágil, sin presencia de hendiduras. Cerca al inicio de la fractura se evidencia el modo en que se fractura. Tiene un aspecto cristalino después del inicio de la fractura.</p>
-2°C		<p>Tiene una parte con hendiduras, con aspecto más cristalino, siendo un corte de mecanismo frágil. El inicio de la fractura se registra con más relieve que la anterior.</p>
5°C		<p>Fractura frágil, no posee hendidura y el inicio de la fractura no presenta tanto relieve. La parte central de las fractura es mas plana, es decir por la ausencia de las hendiduras como si estuviera a punto de cambiar el modo de la fractura. Presenta un aspecto cristalino.</p>
24°C		<p>Se presenta un cambio en la fractura, resultó de manera dúctil. Presenta una fractura fibrosa. Hay una transición de la fractura.</p>



60°C		<p>La fractura es de forma fibrosa, no se separó en dos. Indica que ya está en la parte superior de la curva transición dúctil frágil, en la parte dúctil.</p>
	<div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>88°C</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>97°C</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>100°C</p> </div> </div>	<p>En las fracturas de las tres temperaturas, se observa una fractura totalmente fibrosa, con un corte del 100%. Lo que evidencia un corte dúctil, al comparado con la tabla 6 de los valores de energía absorbida a altas temperaturas son altas que a menores.</p>

2X

Fuente autor

6. CONCLUSIONES

- Se realizó un Tratamiento Térmico llamado StepCooling, en la cual se simuló las condiciones en cuanto a temperatura y tiempo de servicio en la industria en el que, según las microestructuras, cambio la morfología tanto del microconstituyente bainita en una matriz ferrítica como los carburos.
- La tenacidad del material del acero envejecido en servicio, es menor comparado con el material fragilizado artificialmente. La razón es que en servicio las condiciones son más severas (112.000h) teniendo más tiempo para que tanto la bainita se degrade y los carburos crezcan y cambien su morfología. También lo registra la temperatura de transición de dúctil-frágil a 24°C frente a 5°C del envejecido artificialmente, una temperatura relativamente baja que le da más seguridad del acero a seguir en servicio en cambio el de servicio que se fragiliza a temperatura ambiente, volviendo peligrosa una parada en planta, puede ocurrir una fractura frágil catastrófica.
- Las fracturas muestran que hay una transición dúctil frágil en ambos tubos. El de servicio registra un cambio de fractura de cristalino a fibroso a temperatura ambiente y el tubo en estado normalizado y revenido (nuevo) también se observó un cambio de fibroso a cristalino.
- El valor de la temperatura de transición indicó, en ambos tubos, que es el 50% de corte en las probetas charpy.

- En el tratamiento térmico de fragilización artificial Step Cooling, al comparar los resultados de energía absorbida, tanto en la temperatura de transición a 54J y la energía de la parte superior (E_{US}), simula las condiciones de envejecimiento en servicio, puesto que el resultado de (E_{US}) tanto del acero fragilizado en servicio como el artificial tuvieron valores cercanos como lo indica la figura y la tabla.

BIBLIOGRAFIA

[1] LEMUS, L.F., INFLUENCIA DA MICROESTRUTURA NA INTERAÇÃO DO HIDROGENIO COM O AÇO 2.25Cr-1Mo ENVELHECIDO, Tesis de Doctorado Universidad Federal de Rio de Janeiro, Julio de 2011, PAGES 11-20.

[2] AMERICAN SOCIETY FOR METALS HANDBOOK. Properties and Selection of Iron, Steels and High Performance Alloys. Ed digital PDF. United States of America: ASM Vol1. Pages 943-960.

[3] J. OBR, BSc, AIM, F.R. BEGKITT, Met, MIM, and G.D.FAWKES., The Physical Metallurgy of Chromium – Molybdenum steels for Fast Reactor Boilers, *Ferritic Steels for Fast Reactor Steam Generators*, London, 1978, pages: 91-109.

[4] RIGUEIRA, G., ESTUDO DO ENVELHECIMENTO DE AÇOS 2,25Cr-1Mo COM ESTRUTURA FERRITAPERLITA E FERRITA-BAINITA A PARTIR DA QUANTIFICAÇÃO DE CARBONETOS, Tesis de Maestría Universidad Federal de Rio de Janeiro, Julio de 2010, Págs. 1-25.

[5] AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, Characterization Study of Temper Embrittlement of Chromium Molybdenum Steels , United States: API 959 May 1982.

[6] _____. MATERIAL AND FABRICATION OF 21/4Cr-1Mo, 21/4Cr-1Mo1/4V, 3Cr-1Mo, and 3Cr-1Mo-1/4V STEEL HEAVY WALL PRESSURE VESSELS FOR HIGH TEMPERATURE High-pressure Hydrogen Service,. United States: API RP 934 A 2ed, may 2008.

[7] Swift, R. A., "Effects of Composition and Heat Treatment on the Mechanical Properties of 300-mm-Gage 2'ACr-1Mo Steel Plate," *Application of 2'4Cr-1Mo Steel for Thick-Wall Pressure Vessels. ASTM STP 755*, G. S. Sangdahl and M. Semchyshen, Eds., American Society for Testing and Materials, 1982, pp. 166-188.

- [8] Calvo, V. M., Ruiz, R. R., and Mitani, Yoshito, "Case Study on Hydrocracking Reactor Inspection after an Emergency Sliutdown," *Application of 2'ACr-IMo Steel for Thick-Wall Pressure Vessels. ASTM STP 755*, G. S. Sangdahl and M. Semchyshen, Eds., American Society for Testing and Materials, 1982, pp. 326-339.
- [9] Wada, Tsuguyasu and Eldis, G. T., "Transformation Characteristics of 21/4Cr-IMo Steel," *Application of 2'4Cr-IMo Steel for Thick-Wall Pressure Vessels, ASTM STP 755*. G. S. Sangdahl and M. Semchyshen, Eds., American Society for Testing and Materials, 1982, pp. 343-362.
- [10] Sato, Shingo, Matsui, Susumu, Enami, Teiichi, and Tobe, Toshikazu, "Strength and Temper Embrittlement of Heavy-Section 2V4Cr-IMo Steel," *Application of 21/4iCr-IMo Steel for Thick-Wall Pressure Vessels. ASTM STP 755*. G. S. Sangdahl and M. Semchyshen, Eds., American Society for Testing and Materials, 1982, pp. 363-382.
- [11] Hossein ARABI, Shamseddin MIRDAMADI and A. R. ABDOLMALEKI., Temper Embrittlement Sensitivities of 3Cr–1Mo and 2.25Cr–1Mo Low Alloy Steels, Iran: *ISIJ International*, Vol. 47 (2007), No. 9, pp. 1363–1367.
- [12] YONG YANG, YIREN CHEN, KUMAR SRIDHARAN, and TODD R. ALLEN., Evolution of Carbide Precipitates in 2.25Cr-1Mo Steel during Long-Term Service in a Power Plant , *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2010, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, VOLUME 41A, JUNE 2010—1441*.
- [13] A. D. B. GINGELL, H. K. D. H. BHADESHIA, D. G. JONES, K. J. A. MAWELLA., Carbide precipitation in some secondary hardened steels, *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE 32 (1997) 4815 – 4820*.
- [14] J. Janovec., M. Svoboda., A. V'yrostkov., A. Kroupa., Time–temperature–precipitation diagrams of carbide evolution in low alloy steels, *Materials Science and Engineering*, 11 April 2005, A 402 (2005) 288–293.
- [15] SUIKKANEN, P., DEVELOPMENT AND PROCESSING OF LOW CARBON BAINITIC STEELS, Finland: *FACULTY OF TECHNOLOGY, DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING, UNIVERSITY OF OULU*, Pag 25-75.

- [16] AMERICAN SOCIETY TESTING AND MATERIALS, Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing Of Metallic Materials, United States: ASTM E23-07.
- [17] _____ Standard Test Methods and Definition for Mechanical Testing of Steel Products, United States: ASTM A370-10.
- [18] _____ Standard Specification for Steel Forgings, General Requirements, United States: ASTM A788/A788M-10.
- [19] _____ Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM E3.
- [20] BAKER, R. G., NUTTING, J., "The tempering of 2¼-1Mo steel after quenching and normalizing", Journal of the Iron and Steel Institute, v. 192, pp. 257-268, July, 1959.
- [21] ANDREWS, K., HUGHES, H. "Hexagonal carbide and nitride phases and their occurrence in some alloy steels", ISIJ International, v. 202, pp. 304-311, 1959.
- [22] BARRETO, M., NOVA GERAÇÃO DE AÇOS FERRÍTICOS Fe-Cr-W(V) - ANÁLISE DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO SOB CONDIÇÕES DE FLUÊNCIA, tesis de doctorado, Universidad Federal de Rio de Janeiro, julio de 2007, págs. 17-26.

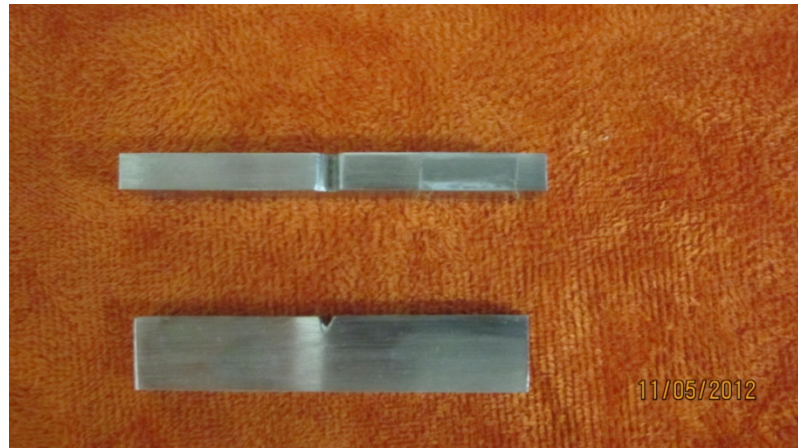
ANEXO A ENSAYO CHARPY

Figura A1. Maquina de Ensayo de Impacto marca TREBEL de la Escuela de Ingeniería Civil (Edificio Alvaro Beltran Pinzón)



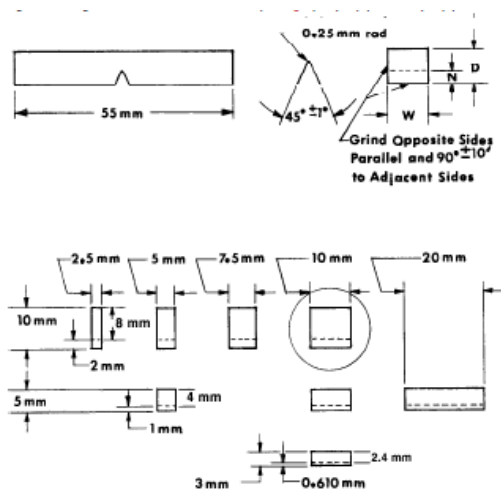
Fuente Autor

Figura A2. Probetas charpy tipo sub-zise extraídas del espesor de los tubos



Fuente Autor

Figura A3. Figura con las dimensiones de las probetas charpy subzis



Nota: 1—Circled specimen is the standard specimen (see Fig. 1).

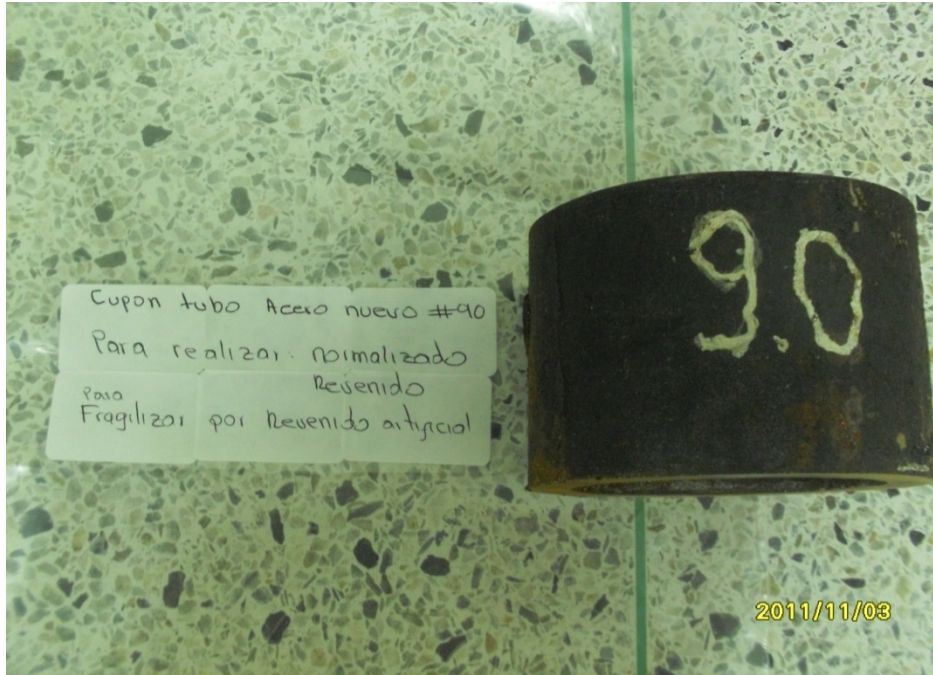
Nota: 2—Permissible variations shall be as follows:

Cross-section dimensions	$\pm 1\%$ or ± 0.075 mm, whichever is smaller
Radius of notch	± 0.025 mm
Ligament length	± 0.025 mm
Finish requirements	2 μ m on notched surface and opposite face; 4 μ m on other two surfaces

FIG. A3.1 Non-Standard Charpy (Simple-Beam) (Type A) Impact Test Specimens

Fuente ASTM E23 pag 13 anexo A3

Figura A4 Identificación de tubo acero nuevo para fragilizar artificialmente



Fuente Autor

Figura A5 Montaje para ensayo charpy a diferentes temperaturas



Fuente: autor

ANEXO B TRATAMIENTOS TERMICOS

Figura A6 Mufla del GIC de rampas donde se realizo la fragilización artificial

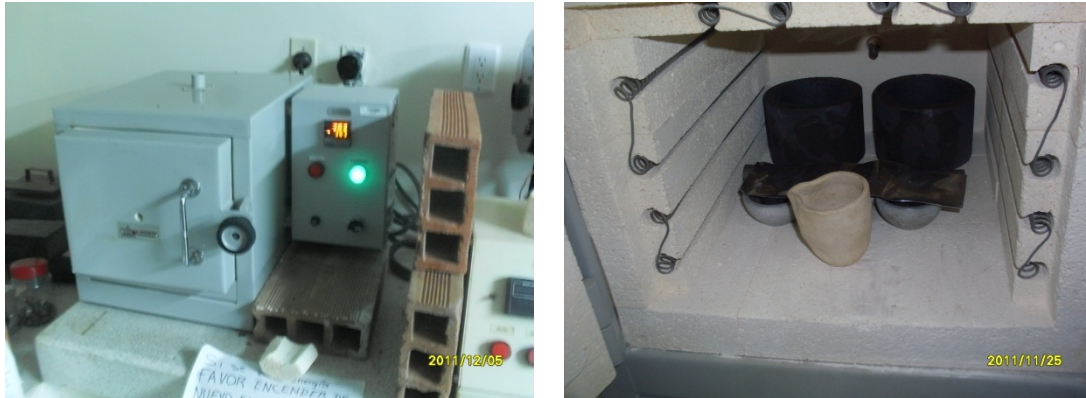


Figura A7 Mufla del Laboratorio de Pirometalúrgia Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Edificio Planta de Aceros Álvaro Quiroga Correa, de rampas donde se realizó el normalizado y el revenido.

