



**Instituto Politécnico Nacional**

**Escuela Superior de Ingeniería Química  
e Industrias Extractivas**

**Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales**

**Determinación de las propiedades  
de Termofluencia en un  
acero A387 Gr5 por medio de la  
Prueba de *Small Punch***

**Tesis para obtener el grado de Doctor en Ciencias en  
Metalurgia y Materiales**

**Presenta**

**M. en C. Arturo Ortiz Mariscal**

**Asesores**

**Dra. Maribel Leticia Saucedo Muñoz**

**Dr. Víctor Manuel López Hirata**



**México, D. F.**

**Enero 2018**



# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

## ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México siendo las 12:00 horas del día 6 del mes de Diciembre del 2017 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESIQIE para examinar la tesis titulada:

**"DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE TERMOFLUENCIA EN UN ACERO 5Cr-0.5Mo  
POR MEDIO DE LA PRUEBA SMALL PUNCH"**

Presentada por el alumno:

<u>ORTIZ</u>	<u>MARISCAL</u>	<u>ARTURO</u>							
Apellido paterno	Apellido materno	Nombre(s)							
Con registro: <table border="1" style="display: inline-table;"><tr><td>A</td><td>1</td><td>5</td><td>1</td><td>0</td><td>5</td><td>5</td></tr></table>			A	1	5	1	0	5	5
A	1	5	1	0	5	5			

aspirante de:

**DOCTOR EN CIENCIAS EN METALURGIA Y MATERIALES**

Después de intercambiar opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

### LA COMISIÓN REVISORA

Directores de tesis

 DR. VÍCTOR MANUEL LÓPEZ HIRATA	 DRA. MARIBEL LETICIA SAUCEDO MUÑOZ
 DR. JOSÉ ORTIZ LANDEROS	 DRA. LUCÍA GRACIELA DÍAZ BARRIGA ARCEO
 DR. HÉCTOR JAVIER DORANTES ROSALES	 DR. JORGE LUIS GONZÁLEZ VELÁZQUEZ
 <b>PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES</b>  M. EN E. DANTE REAL MIRANDA	

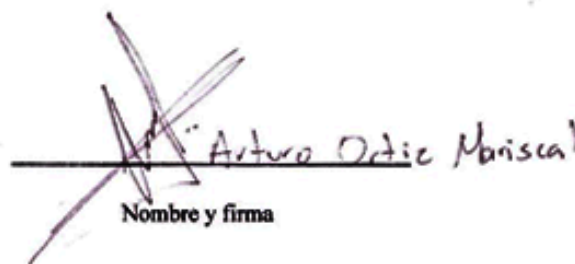


**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

**CARTA CESION DE DERECHOS**

En la Ciudad de México el día 11 del mes Diciembre del año 2017, el que suscribe M. en C. Arturo Ortiz Mariscal alumno del Programa de Doctorado en Ciencias en Metalurgia y Materiales con número de registro A151055, adscrito a Sección de Estudios de Posgrado e Investigación ESIOIE, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección de la Dra. Maribel L. Saucedo Muñoz y el Dr. Victor M. López Hirata y cede los derechos del trabajo intitulado Determinación de las Propiedades de Termofluencia en un Acero A387 Gr5 por medio de la Prueba Small Punch, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección arturoortizm@live.com.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

  
Nombre y firma

## Agradecimientos

Agradezco al Instituto Politécnico Nacional y a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, por haberme dado la oportunidad de aprender y formarme como profesionista en esta casa de estudios.

A la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación, al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología; así como al Programa PIFI del IPN; por su apoyo en estos años, sin el cual no hubiera sido posible realizar este trabajo de investigación.

Expreso mis más sinceras gracias y mi aprecio a la Dra. Maribel Leticia Saucedo Muñoz y el Dr. Víctor Manuel López Hirata; por su guía, paciencia, enseñanza y dedicación; durante todos estos años para poder terminar este trabajo de investigación.

Un agradecimiento especial al Prof. Komazaki por darme la oportunidad de ser miembro por un año en su laboratorio y por las facilidades recibidas para esta investigación. A Kagoshima University por acogerme durante mi estancia doctoral y permitirme utilizar sus instalaciones como un alumno más de su universidad.

Expreso mi aprecio a la M. en C. Sarahí Pacheco, al M. en C. Cesar Martínez, a la Ing. Karen Ledezma, a la Ing. Valeria Miranda, al Ing. Cristobal Escamilla, a la Ing. Tania Soriano, por su ayuda, amistad y apoyo estos años.

A los profesores:

- Dra. Lucía G. Díaz Barriga Arceo
- Dr. José Laderos Ortiz
- Dr. Hector J. Dorantes Rosales
- Dr. Jorge L. González Velázquez

Por su asesoría y aportaciones a la realización del presente trabajo.

## Contenido

Resumen .....	i
Abstract .....	ii
Lista de Figuras .....	iii
Lista de Tablas .....	vi
Lista de Ecuaciones.....	vii
Introducción .....	1
I. Antecedentes teóricos.....	3
1.1 Aceros de baja aleación – Desarrollo histórico .....	3
1.1.1 Relación entre resistencia y tenacidad .....	3
1.1.2 Efecto de los elementos aleantes .....	4
1.2 Acero A387 .....	5
1.2.1 Acero A387 Gr5 y sus propiedades mecánicas.....	6
1.2.2 Propiedades de termofluencia.....	6
1.3 Prueba Uniaxial de Termofluencia .....	7
1.4 Prueba Small Punch de Termofluencia.....	8
1.4.1 Geometría del espécimen para la prueba Small Punch .....	10
1.5 Historia de la Prueba Small Punch .....	10
1.6 Estudios aplicados a la Prueba Small Punch.....	11
1.7 Estudios recientes de la Prueba Small Punch.....	12
1.8 Situación de la Prueba Small Punch en Japón.....	13
1.9 Relaciones útiles para el estudio de la termofluencia.....	16
1.9.1 Termofluencia por difusión .....	18
1.9.2 Deslizamiento por el límite de grano .....	18
1.9.3 Energía de activación para el estado estacionario de termofluencia.....	19
1.9.4 Predicción de propiedades de largos periodos de tiempo .....	19
1.9.5 Relación Monkman-Grant.....	20
1.9.6 Comportamiento de la termofluencia – nueva perspectiva.....	21
1.10 Método Calphad .....	23

1.10.1 Thermo-Calc .....	24
II. Motivación .....	26
2.1 Objetivos específicos .....	26
III. Metodología Experimental.....	27
3.1 Material.....	27
3.1 Pruebas de Termofluencia.....	29
3.2 Envejecido del material.....	31
IV. Metodología Numérica.....	32
V. Resultados .....	35
5.1 Pruebas de termofluencia en el material original.....	35
5.1.1 Pruebas de termofluencia Uniaxial.....	35
5.1.2 Pruebas de termofluencia por la técnica Small Punch .....	37
5.2 Pruebas de termofluencia en el material envejecido.....	39
5.2.1 Material envejecido por 100 h.....	39
5.2.2 Material envejecido por 300 h.....	39
5.2.3 Material envejecido por 1000 h.....	39
5.3 Coeficiente $F/\sigma$ experimental para el acero 5Cr-0.5Mo.....	43
5.4 Comportamiento plástico y de deformación a 600 °C del acero 5Cr-0.5Mo .....	43
5.5 Método de Elementos Finitos (FEM) aplicado a termofluencia.....	47
5.5.1 Gráficas de Termofluencia .....	47
5.5.2 Coeficiente $F/\sigma$ calculado por FEM.....	49
5.6 Microestructura y copas del estado original y estados envejecidos .....	51
5.6.1 Microestructura antes de las pruebas de termofluencia .....	51
5.6.2 Copas de especímenes ensayados por la prueba Small Punch .....	52
5.7 Pruebas de dureza Vickers .....	55
VI. Análisis de resultados .....	56
6.1 Relación entre la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial.....	56
6.1.1 Coeficientes $F/\sigma$ del acero 5Cr-0.5Mo .....	56
6.1.2 Ecuación Monkman-Grant del acero 5Cr-0.5Mo.....	59

6.1.3 Validación de resultados experimentales de la prueba Small Punch.....	61
6.2 Efecto del envejecido sobre las propiedades de termofluencia .....	62
6.2.1 Reducción de la resistencia a la ruptura.....	62
6.2.2 Ley de Norton-Bailey y su relación con la deformación del material .....	64
Conclusiones.....	67
Referencias Bibliográficas.....	68
Productos de investigación.....	72

## Resumen

El acero 5Cr-0.5Mo es una aleación ferrítica usado en la industria energética y petroquímica como material de tuberías, intercambiadores de calor y como contenedores a presión. Por su contenido de Cr y Mo, en la matriz ferrítica se encuentran precipitados finos base Cr-Mo; distribuidos homogéneamente y estos le otorgan sus buenas propiedades de tensión. Su óptima resistencia a la termofluencia la obtiene al exponerse a temperaturas de trabajo de 350-600 °C y a una máxima presión de 30 MPa. Su tiempo de vida esperado para este acero es de 250,000 h bajo estas condiciones. El presente trabajo tiene como objetivo evaluar las propiedades de termofluencia del acero 5Cr-0.5Mo en el estado original y distintos tiempos de envejecido mediante la prueba de Small Punch. Las muestras de este acero se envejecieron isotérmicamente a 600 °C; por tiempos de envejecido de hasta 1000 h. La principal técnica de caracterización de la termofluencia fue la prueba de Small Punch usando una geometría de discos tipo TEM de  $\Phi 3.0 \times 0.25$  mm. Los resultados de las pruebas de termofluencia se compararon con resultados de pruebas uniaxiales en termofluencia a 600 °C. Se utilizó la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido para analizar la microestructura del estado original y los estados envejecidos antes de las pruebas de termofluencia. También se utilizó esta técnica para caracterizar los especímenes ensayados por la prueba Small Punch y algunas copas fueron seccionadas para analizar la deformación del espécimen tras la prueba y la distribución de los precipitados. Se utilizó el Método de Elementos Finitos (FEM) mediante el software ABAQUS CAE para obtener la relación  $F/\sigma$  calculada entre la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial. Se realizaron pruebas de dureza Vickers para conocer la dureza general del material en el estado original y estados envejecidos antes de la prueba. Los resultados indicaron que existe un coeficiente  $F/\sigma$  experimental entre ambas pruebas de 0.63 y un coeficiente calculado de 0.49. El coeficiente experimental con un valor de  $F/\sigma = 0.63$ , mostró un buen ajuste. La resistencia a la ruptura se redujo al aumentar el tiempo de envejecido del material y se observa que el material aumentó su ductilidad a causa de la menor densidad de precipitados.



## Abstract

The 5Cr-0.5Mo steel is a ferritic steel used in energy and petrochemical industries as tubing materials, heat exchangers and pressure vessels. Due to its Cr-Mo content, the ferritic matrix has fine precipitates based Cr-Mo homogeneously distributed, granting to the material its tensile properties. Its optimal creep resistance is obtained at a temperature range between 350-600 °C and pressures around 30 MPa. The expected life of this material is around 250, 000 h under those conditions. The purpose of this study is to determine the creep properties of the 5Cr-0.5Mo steel in the as-received as well as different aged conditions using the Small Punch technique at 600 °C. The aged samples were isothermally treated at 600 °C under different aging times up to 1000 h. The main characterization technique to analyse the creep properties was the Small Punch technique using TEM disks of  $\Phi 3 \times 0.25$  mm. It was used the Scanning Electron Microscope to characterize the microstructure of the as-received and aged conditions before the creep tests. Also, this technique was used in order to characterize the tested SP specimens, their deformation and the distribution of the precipitates. The Finite Element Method (FEM) was applied using the ABAQUS CAE software, in order to obtain the calculated  $F/\sigma$  coefficient between the Small Punch and Uniaxial tests. The Vickers hardness test in the microstructure before creep tests was analysed in all conditions. The results showed an experimental coefficient of  $F/\sigma$  equals to 0.63 and a calculated  $F/\sigma$  coefficient of 0.49. The experimental coefficient  $F/\sigma = 0.63$  showed the best fit. The rupture strength was reduced as an effect of the increase in aging time and the ductility increased due to the lower density of precipitates.

## Lista de Figuras

Figura	Nombre	Página
1	Efecto de la composición del acero en el compromiso entre resistencia a la cedencia y tenacidad.	4
2	Distintos grados del acero A387.	5
3	Gráfica de Esfuerzo ( $\sigma$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) de 500, 550, 600 y 650 °C para el acero 5Cr-0.5Mo.	7
4	Probeta con dimensiones de la Prueba de Termofluencia convencional.	8
5	Prueba Small Punch de Termofluencia: (a). Dado de prueba y (b) Curva de Deflexión ( $\delta$ )-Tiempo ( $t$ ).	9
6	Gráfica relacionando el Coeficiente $\alpha$ con la Dureza (HV).	13
7	Geometría del espécimen usado en la prueba Small Punch.	14
8	Módulos que comprenden la estructura de Thermo-Calc.	24
9	Metodología experimental a seguir en este proyecto de investigación.	27
10	Máquina de Pruebas de Termofluencia de Small Punch.	28
11	Microdurómetro marca Future Tech.	28
12	Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM6300.	29
13	Metodología seguida para Pruebas de Termofluencia.	30
14	Metodología numérica a usar en esta propuesta de tesis.	32
15	Modelo simétrico al eje para simular por FEM la prueba Small Punch, 1) Especimen, 2) Balín, 3) Dado superior y 4) Dado inferior.	33
16	Gráfica de Deformación ( $\epsilon$ ) – Tiempo ( $t$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo obtenida por la Prueba Uniaxial.	36
17	Gráfica de Velocidad de Deformación ( $\dot{\epsilon}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) en el acero 5Cr-0.5Mo por la Prueba Uniaxial.	36
18	Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) en el acero 5Cr-0.5Mo ensayado por Small Punch.	38
19	Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 100 h.	40
20	Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 300 h.	41
21	Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ )-Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 1000 h.	42

Figura	Nombre	Página
22	Gráfica de (a) doble eje de Carga ( $F$ ) – Esfuerzo ( $\sigma$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo y (b) Esfuerzo ( $\sigma$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) ensayado a 600 °C en el estado original.	44
23	Gráfica de Esfuerzo Real ( $\sigma_{real}$ ) contra Deformación Real ( $\epsilon_{real}$ ) a 600 °C para el acero 5Cr-0.5Mo.	45
24	Gráfica de Esfuerzo Real ( $\sigma_{real}$ ) contra Deformación plástica ( $\epsilon_{plast}$ ) del acero 5Cr-0.5Mo a 600 °C.	46
25	Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) – Tiempo ( $t$ ) comparando resultados experimentales y de FEM a 85.3N.	48
26	Análisis de esfuerzos equivalentes ( $\sigma_{eq}$ ), (a) filas de nodos analizados en el modelo de simulación y (b) gráfica de esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Posición Radial (R) y (c) Zona de mayor esfuerzo.	50
27	Gráfica de Esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) obtenida por el análisis FEM.	50
28	Gráfica de Esfuerzo en el Estado Estacionario ( $\sigma_i$ ) contra Carga ( $F$ ).	51
29	Microestructura del (a) Estado Original y estados envejecidos por (b) 100, (c) 300, (d) 1000 h, y (e) Espectro EDS de precipitados.	53
30	Resultados de las fases presentes en el acero 5Cr-0.5Mo a 600 °C.	54
31	Copias de los especímenes ensayados por la prueba Small Punch en el estado (a) original y estados envejecidos por (b) 100, (c) 300 y (d) 1000 h.	54
32	Gráfica de dureza Vickers del acero 5Cr-0.5Mo en el estado original y sus estados envejecidos.	55
33	Gráfica de (a) Esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) y (b) Esfuerzo ( $\sigma_o$ ) contra Tiempo de Ruptura ( $t_R$ ).	58
34	Gráfica de (a) Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) - Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ )/Mínima velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ) y (b) Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ).	60
35	Gráfica de Mínima Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para el estado original y estados envejecidos del acero 5Cr-0.5Mo.	61
36	Gráfica de Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) para pruebas realizadas a 67.5 N en todas las condiciones de envejecido por la prueba Small Punch.	63
37	Gráfica de Carga ( $F$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para el estado original y todos los estados envejecidos.	63
38	Gráfica de Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) – Carga ( $F$ ) para el estado original y todas las condiciones de envejecido en el acero 5Cr-0.5Mo.	65

Figura	Nombre	Página
39	Puntas de especímenes ensayados a 75 N por la prueba Small Punch, (a) Estado Original y (b) 1000 h de envejecido.	65
40	Gráfica de Número de densidad y Radio promedio ( $r_{avg}$ ) contra Tiempo de envejecido ( $t$ ).	66

## Lista de Tablas

Tabla	Nombre	Página
1	Composición química del acero A387 Gr5.	6
2	Requerimientos de tensión para placas de Acero A387 Gr5.	6
3	Propiedades mecánicas utilizadas en la simulación por FEM para modelar la termofluencia para la prueba Small Punch.	34
4	Propiedades obtenidas en la prueba de tensión a 600 °C.	45
5	Comparación de $\delta_M$ obtenida experimentalmente contra $\delta_M$ obtenida por FEM.	47
6	Mecanismos de deformación en aceros ferríticos.	64

## Lista de Ecuaciones

Ecuación	Nombre	Página
1	Coeficiente $F/\sigma$ experimental para geometrías de $\Phi 8.0 \times 0.5$ mm.	14
2	Coeficiente $F/\sigma$ experimental para geometrías de $\Phi 3.0 \times 0.5$ mm.	14
3	Ecuación de Andrade para definir la curva de termofluencia.	16
4	Ecuación ideal de Garofalo para termofluencia.	16
5	Ecuación de Orowan-Bailey para acomodamiento y aniquilación de dislocaciones.	17
6	Modelo de Gittys para dislocaciones en una red tridimensional.	17
7	Ecuación de la Velocidad de termofluencia en el estado estacionario.	17
8	Ley de potencia para la Velocidad de termofluencia propuesta por Wu-Sherby.	18
9	Ecuación de termofluencia por difusión a altas temperaturas y bajos esfuerzos.	18
10	Ecuación de la termofluencia de Coble.	18
11	Ecuación del estado estacionario de termofluencia tipo Arrhenius.	19
12	Ecuación del parámetro Sherby-Dorn.	19
13	Descripción logarítmica del parámetro Sherby-Dorn en función de $\theta$ .	19
14	Descripción logarítmica del parámetro Sherby-Dorn en función de $t_R$ .	19
15	Ecuación del parámetro de Larson-Miller.	20
16	Relación lineal de Monkman-Grant para termofluencia por la prueba Uniaxial.	20
17	Relación lineal de Monkman-Grant para termofluencia por la prueba Small Punch.	20
18	Relación lineal modificada de Monkman-Grant para termofluencia por la prueba Uniaxial.	21
19	Relación lineal modificada de Monkman-Grant para termofluencia por la prueba Small Punch.	21
20	Simplificación de la relación lineal de Monkman-Grant para ambas pruebas de termofluencia.	21

Ecuación	Nombre	Página
21	Ecuación de conversión de Velocidades de termofluencia entre pruebas.	21
22	Ley de Norton-Bailey.	22
23	Relación de la Mínima velocidad de deformación y el tiempo para alcanzar el mínimo.	22
24	Relación de la deformación en el mínimo, tiempo en el mínimo y la mínima velocidad de deformación.	22
25	Relación de la región de aceleración hacia la ruptura.	23
26	Coeficiente $F/\sigma$ experimental del acero 5Cr-0.5Mo.	43
27	Coeficiente $F/\sigma$ calculado por FEM del acero 5cr-0.5Mo.	49
28	Ecuación de Monkman-Grant del acero 5Cr-0.5Mo para la prueba Small Punch.	59
29	Ecuación de Monkman-Grant del acero 5Cr-0.5Mo para la prueba Uniaxial.	59
30	Ecuación de conversión entre pruebas de termofluencia para las mínimas velocidades en el acero 5Cr-0.5Mo.	59
31	Relación de Carga ( $F$ ) contra Tiempo de Ruptura ( $t_R$ ).	62

## Introducción

Los aceros Cr-Mo son ampliamente usados en la industria petroquímica y plantas productoras de energía como materiales de tubería para altas temperaturas (350 – 600 °C) y para altas presiones (15 – 30 MPa). Este conjunto de aceros se espera que resistan al menos 250 000 h de servicio. <sup>(1)</sup>

La aleación 5Cr – 0.5Mo (A387 Gr5) es un acero con máximo 0.15%C; se usa en tuberías en la industria petroquímica e intercambiadores de calor, operando a temperaturas hasta de 455 °C. Arriba de 455 °C, la esferoidización y la grafitización incrementa la posibilidad de falla en servicio. <sup>(2)</sup>

Los principales usos de esta aleación son:

- Tuberías de transporte de vapores.
- Tuberías en la industria petroquímica.
- Intercambiadores de calor.

La microestructura del acero A387 Gr5 consiste en una matriz ferrítica con estructuras similares a perlita. La microestructura presenta carburos dispersos en la matriz de la forma  $M_{23}C_6$ . Tras exponerse a varias horas de servicio, los precipitados que tienden a formarse son de la forma  $M_2C$ ,  $M_3C$  y  $M_7C_6$ . Para todos los carburos, la M es la parte metálica, siendo los elementos principales Fe, Cr o Mo en combinación. <sup>(1)</sup>

Para determinar las propiedades mecánicas en termofluencia se utiliza la *Prueba Uniaxial de Termofluencia*. Esta prueba se rige por el estándar JIS Z 2271, el cual determina que el tamaño miniatura de probeta es de  $\Phi 6.00 \times 90.00$  mm. La prueba se lleva a cabo en una máquina de tensión que aplica una carga constante en un ambiente controlado dentro de un horno. Los resultados son graficados y se determina el ciclo de vida del material a partir de las curvas de deformación contra tiempo. <sup>(3)</sup>

La termofluencia es la deformación plástica que sufre un material cuando es sometido a alta temperatura y durante largos periodos de tiempo, aun cuando la tensión aplicada sea menor que su coeficiente de resistencia a la fluencia. Este proceso es causado por el movimiento de las dislocaciones; cuya velocidad incrementa en la temperatura cristalina debido a la difusión. La caracterización mecánica estándar para evaluar la termofluencia siempre es destructiva y son necesarios especímenes grandes para ser maquinados. Principalmente, para considerar productivo cualquier método de



evaluación del deterioro de propiedades mecánicas, este debe reunir las siguientes características: volumen limitado del material de prueba, evaluación local, evaluación de componentes en operación y métodos de evaluación simples con aplicación en condiciones extremas. Por lo anterior, es conveniente evaluar con pruebas que requieran especímenes miniatura y que estos mismos sean extraídos de un componente en servicio. <sup>(4)</sup>

La Prueba Small Punch (Small Punch Test) usa tradicionalmente especímenes cuadrados de 10 x 10 x 0.5 mm y es considerada como prueba cuasi no destructiva. <sup>(5)</sup> En esta prueba el espécimen es firmemente fijado entre dos dados esféricos y es deformado hasta fallar en una cavidad de 4 mm, usando un indentador semiesférico de 2.5 mm de diámetro. La carga aplicada es graficada contra la deflexión del punto central del espécimen. La curva presenta cuatro zonas de importancia para el análisis: (I) Zona elástica, (II) Zona plástica, (III) Zona de membrana y (IV) Zona de fractura que incluye el punto máximo de carga. Gracias a los datos obtenidos en la gráfica, se obtienen los parámetros de esfuerzo de cedencia y resistencia a la tensión, entre otra información de las propiedades mecánicas del material. Esta prueba es aplicada en tres distintos modos que determinan: tenacidad a la fractura, temperatura de transición dúctil-frágil y propiedades de termofluencia. <sup>(6;7)</sup>

Cuando el acero A387 Gr5 C2 se encuentra en servicio a altas temperaturas, la presencia de precipitados fragilizan el material y este llega a fallar en largos periodos de exposición. Por lo anterior, el objetivo de este trabajo es *“Determinar las propiedades de termofluencia con la Prueba Small Punch en un acero A387 Gr5 C2 y relacionar el comportamiento mecánico con los cambios microestructurales obtenidos por envejecimiento artificial”*.

## I. Antecedentes teóricos

Los metales puros son materiales esenciales para el desarrollo de la industria, pero su uso en aplicaciones de condiciones extremas no es el más adecuado. Por ello, las aleaciones han beneficiado a la industria que requiera materiales para este tipo de condiciones; temperaturas desde  $-195.8\text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , además de trabajar en ambientes ácidos u oxidantes. Aunque las aleaciones están diseñadas para soportar distintas condiciones de uso, su exposición prolongada a esos ambientes cambia sus propiedades mecánicas, reduciendo su ciclo de vida útil.

### 1.1 Aceros de baja aleación – Desarrollo histórico

El uso del acero fue enormemente diversificado en el siglo 19 en aplicaciones militares, tales como cascos para barcos. El consumo del acero tanto como para usos civiles como militares creció tremendamente en los inicios del siglo 20.

A inicios de ese siglo, los aceros fueron escogidos principalmente sobre la base de su resistencia a la tensión sin considerar la soldabilidad o la tenacidad; esto hacia que las estructuras de acero fueran remachadas. El contenido típico de carbono en ese tiempo se encontraba alrededor del 0.3% y la composición máxima de elementos aleantes no superaba el 1%. Este tipo de composición química se mantuvo por muchos años: el Mauritania; construido en 1907, fue construido con un acero que tiene una composición química similar al acero usado en el Harbour Bridge de Sydney.

Para mediados del siglo 20, el sistema de remachado se sustituyó por soldadura, lo cual degradó localmente las estructuras de acero empleadas y requirió de aceros con más tenacidad intrínseca a lo largo de la línea de soldadura. Esta consideración llevó al entendimiento de controles más rigurosos de elementos fragilizantes como el sulfuro y el fósforo. Esto orilló a que el coeficiente Mn/S fuera un factor importante en la selección de aceros para usos específicos.<sup>(4)</sup>

#### 1.1.1 Relación entre resistencia y tenacidad

La necesidad para combinar tanto alta resistencia como alta tenacidad es un problema metalúrgico complejo. Todos los mecanismos de reforzamiento inhiben los deslizamientos y por lo tanto, tienen una tendencia natural a decrecer la tenacidad. Cualquier mecanismo de aumento de la resistencia del material también reduce el tamaño del grano y a su vez, mejorar el compromiso resistencia/tenacidad. Los carbonitruros retardan el crecimiento del grano austenítico durante

tratamientos térmicos y actúan como sitios de nucleación para la transformación de ferrita; su aportación a las propiedades mecánicas es pequeña. La precipitación en los límites de grano ayuda a mantener el tamaño de grano fino, pero esta no debe ser mucha porque reducirá la cohesión local. El nitrógeno induce un marcado aumento de la resistencia en la ferrita, pero su solubilidad es limitada. Este elemento migra a dislocaciones, aún a temperatura ambiente, y causa cambios en la tensión, con consecuencias adversas para la tenacidad. Cualquier operación de formado deber ser hecha rápidamente, con un pequeño tiempo entre cada pase. La difusión del Nitrógeno se previene agregando pequeñas adiciones de Aluminio o Vanadio para formar: AlN o VN, respectivamente. <sup>(8)</sup>

### 1.1.2 Efecto de los elementos aleantes

Los principales elementos aleantes usados en aceros estructurales son: carbono, manganeso, niobio, vanadio, nitrógeno y aluminio. Su efecto en la resistencia-tenacidad en diferentes categorías de aceros se ilustra gráficamente en la Fig. 1. En general, el Nb, Al y V proveen de mayor esfuerzo a la cedencia. Al agregar N a los aceros, la temperatura de transición se reduce.

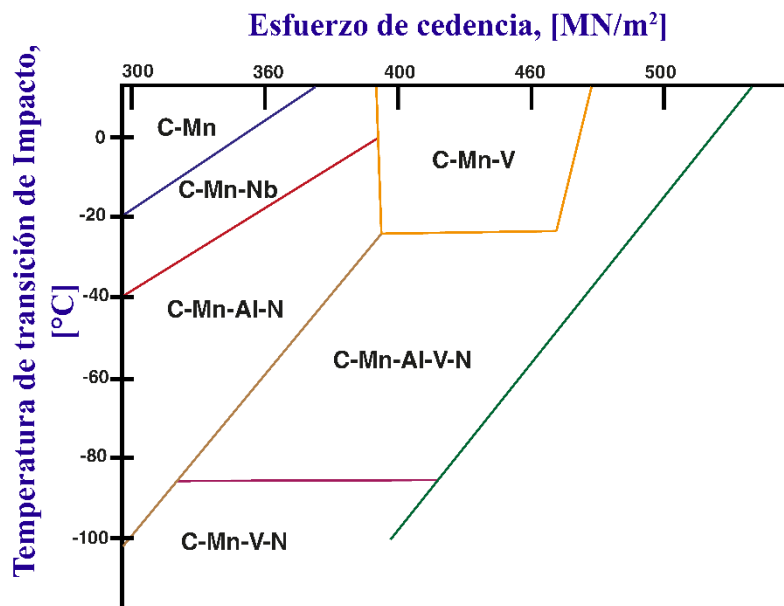


Figura 1. Efecto de la composición del acero en el compromiso entre resistencia a la cedencia y tenacidad. <sup>(8)</sup>

Varios elementos aleantes se combinan con carbono y nitrógeno para formar precipitados de carburo y nitruro, en cantidades que dependen de la solubilidad de los productos. Otro factor a considerar de la naturaleza de las fases y su formación es que no solamente dependen de los productos de solubilidad, sino de las actividades relativas de varios de los elementos soluto. <sup>(8)</sup>

## 1.2 Acero A387

Los aceros A387 son usados en tuberías de agua, tubos liberadores de humo, en precalentadores de aire, tubos en supercalentadores, en boilers, intercambiadores de calor, condensadores, tubos para catálisis; en general, aplicaciones a altas temperaturas en la industria química y petroquímica. Se ha encontrado que la mayor aplicación de este acero se encuentra en la industria petroquímica; debido a su alta resistencia mecánica y su resistencia a la corrosión, en ambientes de petróleo crudo conteniendo sulfuros de hidrógeno y otros agentes.

La cantidad de Cr y Mo de este acero determinan el grado al que pertenece, la Fig. 2 muestra los distintos grados que existen en esta designación. Cada grado; excepto los grados 21L, 22L, 91 y 911, se encuentra disponible en dos clases de niveles de resistencia a la tensión. El grado 21L y 22L está disponible solamente en la clase 1 y el grado 91L y 911L en la clase 2.

El mínimo espesor de las placas está limitado solamente por la capacidad de que la composición química cumpla los requerimientos especificados para sus propiedades mecánicas. La temperatura de uso varía conforme al contenido de Cr que el material tenga debido a la pasividad que este elemento provee al material. <sup>(2)</sup>

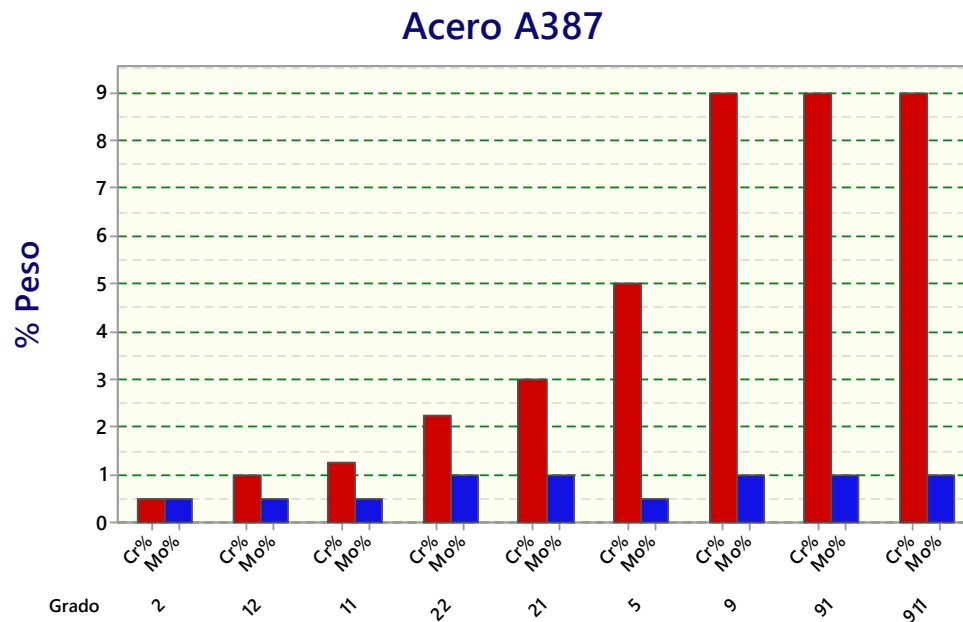


Figura 2. Distintos grados del acero A387. (2)

### 1.2.1 Acero A387 Gr5 y sus propiedades mecánicas

En general, el acero A387 Gr5 debe de contener la composición química descrita en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Composición química del acero A387 Gr5

C%	Mn%	P%	S%	Si%	Cr%	Mo%
0.15 max	0.25-0.66	0.035 max	0.030 max	0.50 max	3.90-6.10	0.40-0.70

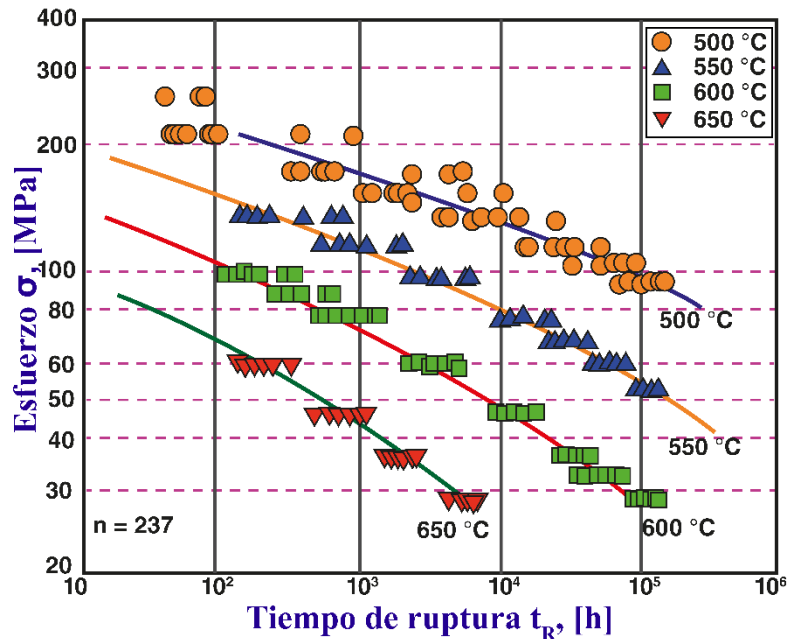
El Grado 5 de este acero se caracteriza por las propiedades mecánicas mostradas en la Tabla 2. Cada placa de este acero debe ser; recocida, normalizada o temperizada por el proveedor, con enfriamiento acelerado desde la temperatura de austenizado. La temperatura mínima para el tratamiento de temperizado para el Grado 5 es de 705 °C. <sup>(2)</sup>

**Tabla 2.** Requerimientos de tensión para placas de Acero A387 Gr5 <sup>(2)</sup>

	Clase 1	Clase 2
Resistencia a la tensión, ksi [MPa]	60-85 [415-585]	75-100 [515- 690]
Resistencia a la cedencia, min, ksi [MPa]	30 [205]	45 [310]
Elongación en 8" [200 mm]	...	...
Elongación en 2" [50 mm]	18	18
Reducción de área, min, %	45, 40	45, 40

### 1.2.2 Propiedades de termofluencia

El reporte 12B <sup>(9)</sup> de termofluencia del NIMS mostró las propiedades de termofluencia del acero A387 Gr5 desde 500-650 °C. Los resultados obtenidos se presentaron en el documento de “Propiedades del acero 5Cr-0.5Mo a elevadas temperaturas” y la gráfica general de Esfuerzo ( $\sigma$ ) contra el Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para las distintas temperaturas, se presentan en la Fig. 3.



**Figura 3.** Gráfica de Esfuerzo ( $\sigma$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) de 500, 550, 600 y 650 °C para el acero 5Cr-0.5Mo. <sup>(9)</sup>

La tendencia lineal de cada condición en la Fig. 3 representan el ajuste lineal hecho por la ecuación Orr-Sherby-Dorn; obtenida de los datos experimentales. La ecuación es útil para calcular los tiempos de ruptura esperados para un esfuerzo dado.

De los resultados presentados en este apartado, se aclara que la resistencia a la ruptura en termofluencia tiene una grande dispersión a esfuerzos muy altos y a bajas temperaturas. La resistencia a la ruptura en termofluencia es dependiente de las condiciones de manufactura, composición química y microestructura inicial. <sup>(9)</sup>

### 1.3 Prueba Uniaxial de Termofluencia

Este método de prueba cubre la determinación de la cantidad de deformación ( $\epsilon$ ) como una función del tiempo ( $t$ ) y la medición del tiempo de fractura ( $t_R$ ) que ocurre cuando suficiente esfuerzo constante ( $\sigma$ ) está presente.

La prueba consiste en colocar un espécimen de ensayo, el cual es sujetado en una máquina especial que aplica una carga constante. La probeta se encuentra cubierta por un horno que proporciona temperatura constante. El sistema de temperatura cuenta con un termómetro sensible

para grabar cualquier cambio en la temperatura y estabilizarla. Además, se cuenta con un centro de carga, el cual registra la deformación que sufre la pieza en función de la fuerza aplicada.

La probeta miniatura usada en la Prueba Uniaxial de Termofluencia (3) tiene las dimensiones descritas en la Fig. 4. Este tamaño de probeta facilita el muestreo de componentes en servicio que son críticos en su operación.

Aunque el tamaño de la probeta sea llamado miniatura, el muestreo de material en componentes en servicio tiende a requerir la sustitución del elemento analizado, debido a la cantidad de repeticiones requeridas por el estándar JIZ Z2271 (3). Recientemente las investigaciones en este campo se han enfocado en desarrollar técnicas miniatura para resolver este conflicto, evaluando los materiales más rápidamente, a menor costo y en distintos tipos de pruebas (a fuerza constante, deformación constante o velocidad de deformación constante (7). Como solución al reto para evaluar las propiedades de Termofluencia con muestras de tamaño pequeño, se propuso el uso de la Prueba Small Punch para evaluar las propiedades de los materiales en servicio o en Zonas Afectadas por el Calor (HAZ).

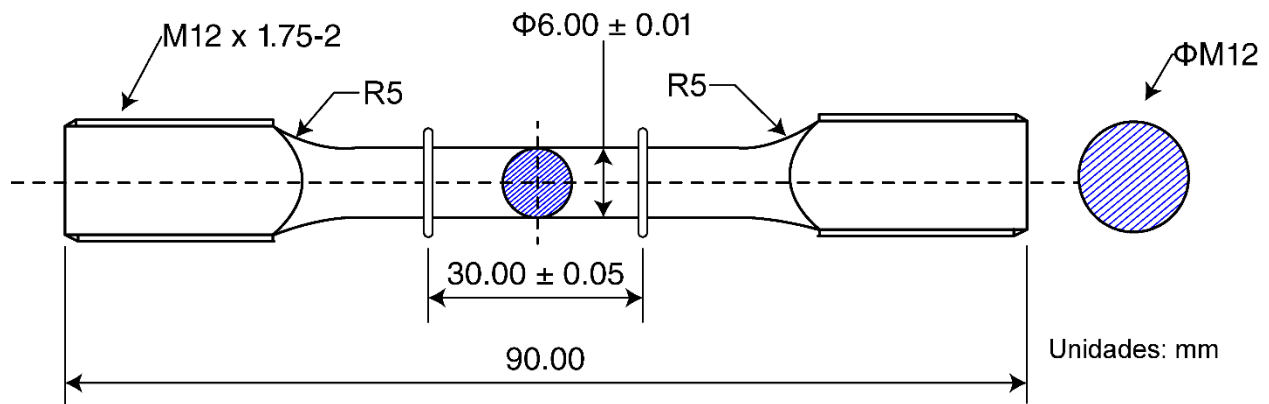


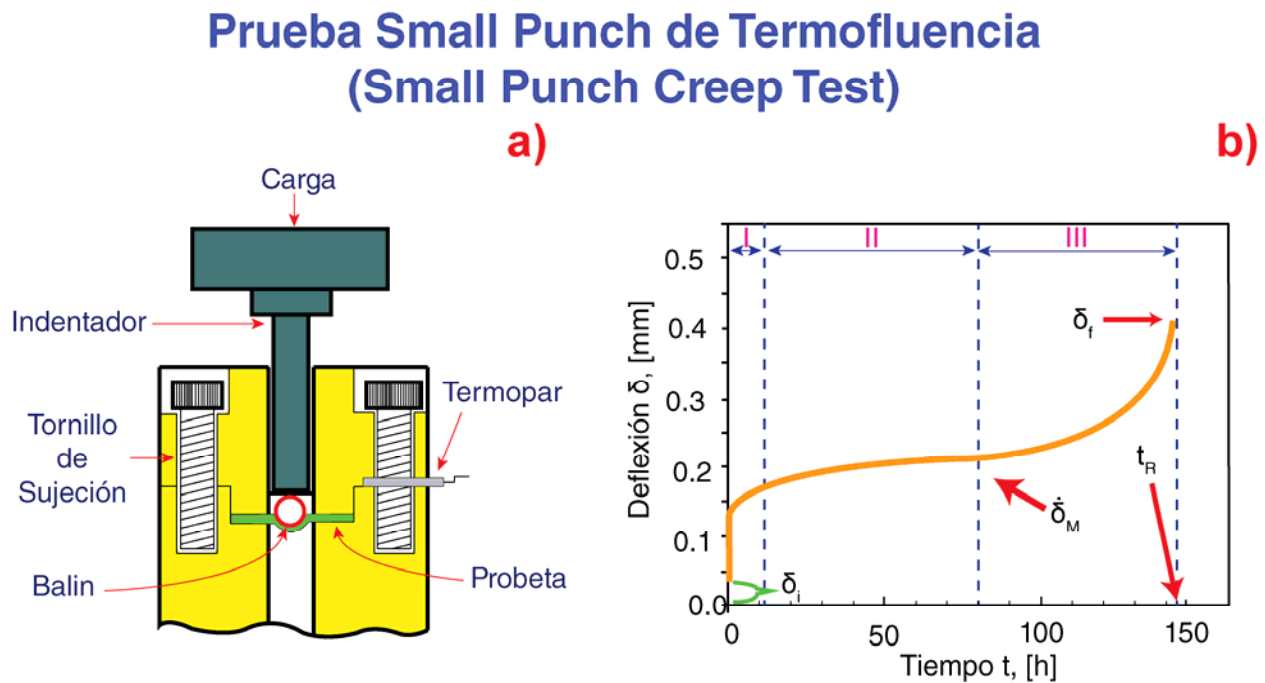
Figura 4. Probeta con dimensiones de la Prueba de Termofluencia convencional. (3)

#### 1.4 Prueba Small Punch de Termofluencia

La caracterización mecánica estándar para evaluar la termofluencia siempre es destructiva y son necesarios especímenes grandes para ser maquinados. Principalmente, para considerar productivo cualquier método de evaluación del deterioro de propiedades mecánicas se debe reunir las siguientes características: volumen limitado del material de prueba, evaluación local, evaluación de componentes

en operación y métodos de evaluación simples con aplicación en condiciones extremas. Por lo anterior, es conveniente evaluar la termofluencia por pruebas que requieran especímenes miniatura y que estos mismos sean extraídos de un componente en servicio.

La Prueba Small Punch (Small Punch Test) se considerada como prueba cuasi no destructiva. Esta prueba se considera versátil porque existen tres geometrías para su uso:  $\phi 3.0 \times 0.25$ ,  $\phi 8.0 \times 0.50$  y  $10 \times 10 \times 0.5$  mm. Hasta el momento, las dimensiones de mayor uso son del espécimen de disco con  $\phi 8.0 \times 0.5$  mm. La prueba se realiza fijando firmemente el espécimen entre dos dados y este es deformado hasta fallar en una cavidad de 4 mm de profundidad usando un indentador que empuja un balín de  $\phi 2.5$  o  $\phi 1.0$  mm, ver Fig. 6 (a). En pruebas de Small Punch a temperatura ambiente, se grafica Carga ( $F$ ) contra Deflexión ( $\delta$ ) y las propiedades obtenidas depende del tipo de prueba. <sup>(5)</sup> En el caso de la prueba Small Punch de Termofluencia, se grafica Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ), ver Fig. 5 (b). La curva de termofluencia por Small Punch presenta todos los valores significativos para su análisis: Deflexión instantánea ( $\delta_i$ ), Mínima Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ), Deflexión final ( $\delta_f$ ) y Tiempo de Ruptura ( $t_R$ ).



**Figura 5.** Prueba Small Punch de Termofluencia: (a). Dado de prueba y (b) Curva de Deflexión ( $\delta$ )-Tiempo ( $t$ ).



### 1.4.1 Geometría del espécimen para la prueba Small Punch

El tamaño convencional utilizado para realizar la Prueba Small Punch había sido 10.00 x 10.00 x 0.50 mm. Inicialmente, este tamaño se consideró adecuado para realizar la prueba y esta geometría era muy aceptada por su facilidad de maquinado y de manejo. <sup>(10; 11; 12)</sup> El Prof. Ule, 2003, propuso en un trabajo prematuro de la materia <sup>(13)</sup>, el estudio del efecto de la geometría del espécimen sobre los resultados finales del modo de falla del material ensayado. Las probetas que maquinó fueron las siguientes:  $\phi 8.00 \times (0.50 \pm 0.05)t$  mm y una geometría de *Sombrero* con  $\phi 5.0$  mm y un concentrador de esfuerzos en el centro del espécimen.

La propuesta del Prof. Ule junto con los trabajos del Prof. Komazaki <sup>(12; 14)</sup> han abierto las puertas a la realización de la prueba Small Punch con una geometría de menor tamaño a la forma rectangular y a la forma de disco de TEM tradicional. El nuevo tamaño propuesto tiene las dimensiones de  $\phi 3.00 \times 0.25t$  mm, siendo un espécimen apto para que se realicen pruebas en zonas muy específicas de cordones de soldadura o entre interfases de un componente.

### 1.5 Historia de la Prueba Small Punch

A finales de la década de los 80's, los investigadores llegaron a la conclusión que se necesitaba una prueba que permitiera caracterizar localmente componentes en servicio sin necesidad de retirar mucho material para que estos pudieran seguir trabajando. Por ello, los primeros estudios se centraron en encontrar geometrías adecuadas de los especímenes para ser ensayados con indentadores de  $\phi 5.0$  mm y usando espesores del espécimen de 1 mm. En el artículo titulado; *Evaluation of the Ductile-to-Brittle Transition Temperature Shift due to Temper Embrittlement and Neutron Irradiation by means of a Small Punch Test* <sup>(6)</sup>, Kameda y colaboradores utilizaron especímenes cuadrados de 10.00 x 10.00 x 0.50 mm en sus dimensiones, para determinar la temperatura de transición en aleaciones de acero dopadas y no dopadas de Sb, Sn y P. Se utilizó la prueba Small Punch para realizar pruebas de Impacto Charpy y así comparar sus resultados contra los resultados obtenidos por la prueba convencional de Impacto Charpy. Los resultados revelaron una correlación lineal entre ambas pruebas y se determinó una equivalencia entre la prueba Small Punch y la prueba convencional.

Un año después, en el artículo *Development of a Further-Miniaturized Specimen of 3 mm Diameter for TEM Disk Small Punch Test* <sup>(15)</sup>, Mao llevó a cabo experimentos que relacionasen los resultados obtenidos en una Prueba de Tenacidad convencional contra los datos obtenidos por la Prueba Small

Punch para evaluar la Tenacidad a la Fractura. La relación obtenida permite obtener valores de energía equivalentes al valor  $J_{IC}$ . Los autores también aportaron el efecto de la geometría del espécimen en los resultados. Se concluyó que la geometría de disco tipo TEM no presenta cambios significativos en los resultados obtenidos por la prueba Small Punch al ser comparados contra resultados de una geometría cuadrada de 10.00 x 10.00 x 0.50 mm. La limitante de utilizar la geometría de disco tipo TEM es el cuidar la exactitud para obtener el diámetro deseado. Lo anterior fue confirmado en el artículo titulado *Fracture Toughness Evaluation of Fusion Reactor Structural Steels at Low Temperatures by Small Punch Test* <sup>(16)</sup>.

El estudio inicial de la reducción de tamaño de los especímenes para pruebas convencionales atrajo la atención de los investigadores para continuar cambiando las geometrías de los mismos, así como las configuraciones de los equipos de prueba.

## 1.6 Estudios aplicados a la Prueba Small Punch

A partir del año de 1994, se desarrollaron avances para relacionar los cambios en la microestructura de los materiales en distintas condiciones de trabajo. En el artículo *The Small Punch Toughness test: Some Detailed Fractographic Information* <sup>(10)</sup>, Bulloch analizó un acero Cr-Mo-V usando la prueba Small Punch. El fin de este estudio fue analizar la degradación de la microestructura del acero durante elevadas temperaturas. De entre los resultados reportados se remarca que los esfuerzos biaxiales de la prueba Small Punch permiten una suavización en la curva de la Temperatura de Transición encontrada; además, el análisis del tipo de fractura fue comparable contra los resultados reportados por una prueba convencional para su material. Se concluyó que la prueba Small Punch era una opción viable para determinar propiedades en los materiales.

En el estudio titulado *On the Monkman-Grant relation for Small Punch Test Data* <sup>(17)</sup>, Dobes y colaboradores analizaron un acero X20CrMoV 12 1 y un acero de baja aleación 14MoV 6 3 a elevadas temperaturas. Realizaron pruebas de Small Punch y pruebas uniaxiales de termofluencia en los materiales, graficando Deflexión ( $\delta$ ) - Tiempo ( $t$ ) y Deformación ( $\epsilon$ ) - Tiempo ( $t$ ). Utilizando los tiempos de ruptura ( $t_R$ ) y los mínimos de velocidad; determinaron una relación de conversión entre el mínimo de velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) y el mínimo de velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ) a tiempos de ruptura iguales. Su artículo fue un paso más para generar confianza al utilizar la prueba y comparar los datos obtenidos por la prueba Small Punch contra datos convencionales.

## 1.7 Estudios recientes de la Prueba Small Punch

Los estudios presentados en los apartados anteriores tratan sobre el descubrimiento de las ventajas de la prueba Small Punch comparándose con pruebas convencionales para determinar ciertas propiedades mecánicas de los materiales. Después, los trabajos se enfocaron en determinar la geometría convencional a utilizar en todas las pruebas Small Punch. El siguiente paso en el estudio de la prueba Small Punch fue el encontrar la mejor aplicabilidad.

En años más recientes, el Prof Komazaki <sup>(12;18)</sup> analizó la posibilidad de realizar estudios a nivel local sobre componentes en servicio. Estos estudios analizaron las propiedades mecánicas de zonas afectadas por el calor (HAZ) en uniones de soldadura de aceros ferríticos. La morfología del espécimen que utilizó fue de disco tipo TEM con dimensiones de  $\phi$  3.0 x 0.25 mm. Los resultados de su primer artículo revelan que el análisis del método de elementos finitos (FEM) realizado concuerda con los datos obtenidos por la prueba Small Punch. En su segundo artículo, se compararon los esfuerzos de cedencia obtenidos por la prueba Small Punch y la prueba convencional. Sus valores mostraron una buena correlación; validando el uso de la geometría de 3.0 mm en diámetro para pruebas Small Punch.

En 2009, el Prof Komazaki concluyó en su artículo *Degradation/Damage Measurement and Life Assessment of Hig-Temperature Components V* <sup>(5)</sup>, que existe un valor  $\alpha$  para todos los materiales ensayados por Small Punch que satisface la relación  $F = \alpha\sigma$  para geometrías de  $\phi$ 8.0 mm. Ese valor  $\alpha$  innato por cada material está relacionado por su dureza Vickers, ver Fig. 6. En general, materiales que presentan dureza entre 100-270 HV tienen un coeficiente  $\alpha=2.4$ . En durezas mayores a 270 HV, los materiales tienden a coeficientes  $\alpha < 2.4$ . En específico, los materiales con  $\alpha = 2.4$  son aceros ferríticos modificados. Los demás son aleaciones de Inconel con microestructura austenítica.

En 2010, en el artículo *Using Small Punch Testing Method for the Analysis of Creep Behaviour of Al-Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> Composites* <sup>(19)</sup>, el Prof. Berterci y colaboradores estudiaron el comportamiento de termofluencia en un material compuesto. Entre sus resultados, encontraron una dependencia del tiempo de la deflexión central que minimiza la velocidad de deflexión en el material, con esto se concluyó que se encontrará un punto de ruptura siempre en el mismo valor de deflexión sin importar cambios en la carga. La proliferación de artículos publicados usando materiales distintos a los metálicos, ha abierto la discusión sobre la versatilidad de la prueba.

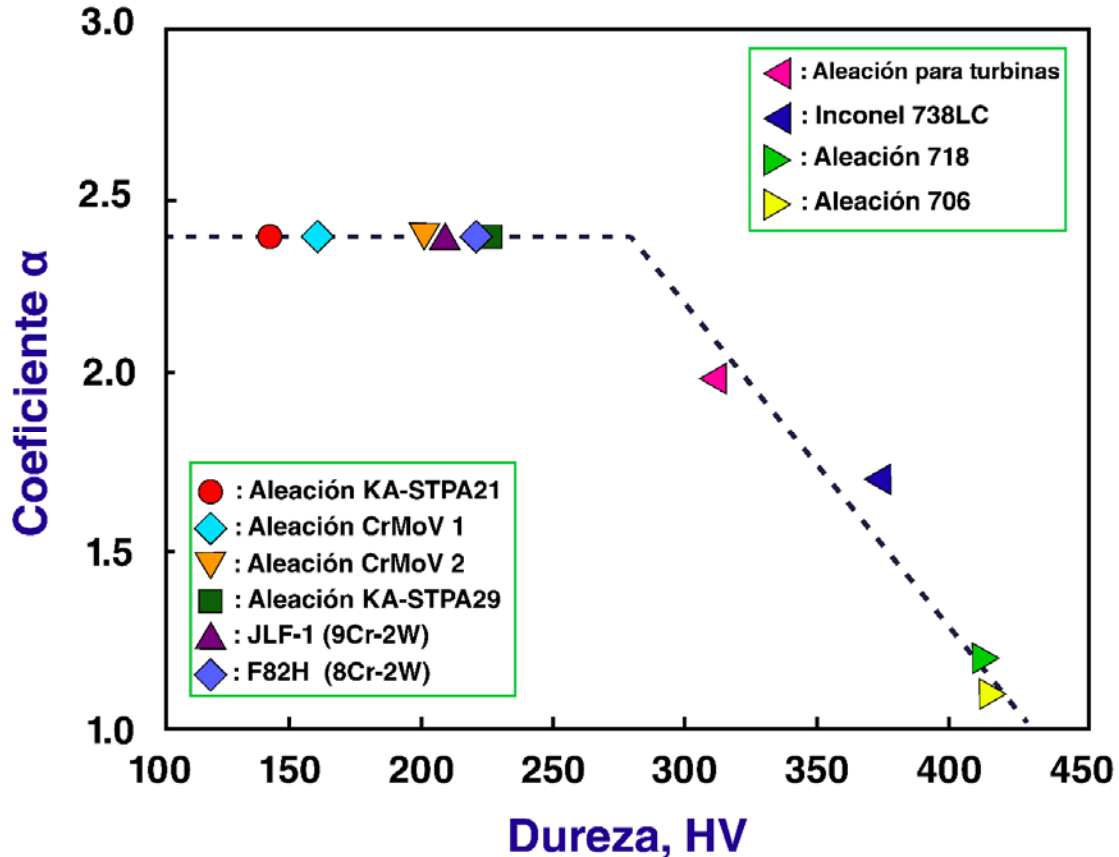
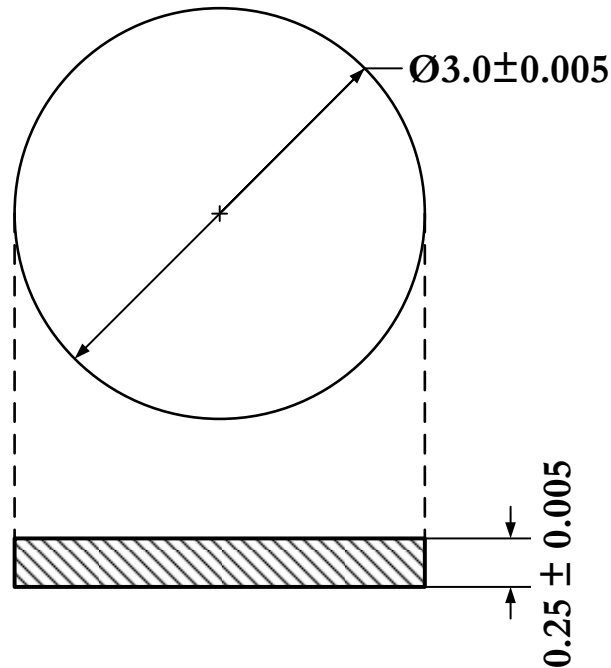


Figura 6. Gráfica relacionando el Coeficiente  $\alpha$  con la Dureza (HV).<sup>(5)</sup>

La mayoría de los materiales estudiados hasta años recientes son materiales con usos en condiciones extremas; tanto aleaciones tradicionales como aceros o superaleaciones base níquel<sup>(20; 21; 14; 22)</sup>.

## 1.8 Situación de la Prueba Small Punch en Japón

La reducción en el diámetro de las geometrías de disco para la prueba Small Punch ya había sido estudiada; pero solamente un país ha sido pionero en la aplicación de la prueba a esa escala; Japón. Por lo anterior, se construyeron máquinas para estas geometrías y se establecieron tolerancias apropiadas para tener resultados fidedignos, ver Fig 7. Actualmente, existen proyectos para el uso de esta geometría en la industria energética para analizar componentes críticos, pero es más común usar la geometría de  $\phi 8.0$  mm para analizar componentes no críticos.



**Figura 7.** Geometría del espécimen usado en la prueba Small Punch.

El Porf Komazaki ha centrado sus esfuerzos en establecer coeficientes de conversión entre la prueba Uniaxial y la prueba Small Punch; tanto para geometrías de  $\phi 8.0$  como de  $\phi 3.0$ . Después de varias pruebas en distintos materiales, se concluyó que el mejor coeficiente de conversión para la geometría de  $\phi 8.00 \times 0.5$  mm, es igual al presente en la Ec. 1. Para la geometría de  $\phi 3.00 \times 0.25$  mm, la Ec. 2 describe el coeficiente de conversión calculado por FEM y verificado experimentalmente para geometrías de  $\phi 3.00 \times 0.25$  mm <sup>(5)</sup>.

$$F = 2.5\sigma \quad (1)$$

$$F = 0.47\sigma \quad (2)$$

La máquina de termofluencia para la Prueba Small Punch utilizada en este laboratorio, consiste en un ensamble de 3 partes importantes que trabajan simultáneamente:

- Sistema de calentamiento (horno y termopares).
- Sistema de carga constante y celdas de carga.
- Sistema de medición de la deflexión.

El sistema de calentamiento consiste en un arreglo de resistencias que permiten mantener la temperatura deseada alrededor de la zona donde se encuentra el portamuestras. El sistema más básico tiene tres conjuntos de resistencias; esto hace que el uso de energía se reduzca y se pueda mantener la temperatura en la cámara manejando por separado cada conjunto. Esta optimización de la temperatura es efectiva en equipos grandes. Otro de los sistemas de calentamiento más usado es aquél que tiene una *copa* o *camisa* de calentamiento que no solamente provee de calor a la zona de análisis sino que el espacio encerrado es ideal para inyectar el ambiente controlado, comúnmente gas Argón con pureza del 99.99%.

El sistema de celdas de carga provee la información de las cargas aplicadas dentro de la prueba y permite dar seguimiento a cualquier posible cambio que pueda afectar los resultados de la corrida. Debido a que es un sistema para termofluencia, es crucial que las celdas de carga estén lo suficientemente calibradas para detectar cambio alguno en la carga. El sistema de cargas más común consiste en un balancín donde se colocan pesas hasta alcanzar la carga ( $F$ ) deseada. En el extremo superior de los balancines existe una placa que al soltarse sobre los indentadores, se aplica la carga constante. Recientemente, se aprobó la fabricación de una máquina para geometrías de  $\phi 8.0$  cuyo sistema de carga consiste en un peso muerto más el peso necesario hasta alcanzar la carga.

El sistema de medición de la deflexión se encuentra entre el final de las varillas de los balancines y el sistema de calentamiento. Este sistema se encarga de mandar las señales de desplazamiento existentes en el espécimen de prueba a una computadora. Lo anterior permite registrar tanto la carga ( $F$ ) como la Deflexión ( $\delta$ ) en el espécimen en tiempo real.

Cada uno de estos sistemas se encuentra montado en un arreglo de hardware que consiste en una consola de mando para las válvulas del ambiente controlado, un termómetro electrónico que se encarga de captar las señales de los termopares en el horno, la estructura del horno con todas las conexiones, válvulas de enfriamiento, de argón y para vacío. Todo lo electrónico se conecta en la consola de mando y a su vez, se maneja utilizando un monitor PLC.

Finalmente, el registro de la información obtenida por la máquina se realiza mediante una computadora conectada al módulo de control. De esta manera es posible transformar la información a un formato de fácil lectura para cualquier equipo de cómputo externo a la máquina de termofluencia. En máquinas modernas de termofluencia, es posible graficar desde su computadora los datos y copiar

la gráfica a un dispositivo USB. En los equipos de hace 10 años, solamente es posible copiar un archivo con la base de datos obtenida, para después tratar los datos y graficarlos en una computadora personal.

## 1.9 Relaciones útiles para el estudio de la termofluencia

La deformación progresiva de un material a carga constante se llama *termofluencia*. Para determinar la curva ingenieril de termofluencia en algún metal, una carga constante se aplica a una muestra en tensión manteniendo una temperatura constante y la deformación de la muestra se determina en función del tiempo. El tiempo necesario por prueba puede ser de varios meses, mientras otras pruebas han corrido por más de diez años.

El Prof. Andrade <sup>(4)</sup> encontró que la curva de termofluencia es representada por la siguiente ecuación empírica; Ec. 3:

$$\varepsilon = \varepsilon_0(1 + \beta t^{1/3})e^{kt} \quad (3)$$

Dónde:  $\varepsilon$  es la deformación en un tiempo  $t$  y  $\beta - k$  son constantes.

Esta ecuación ajusta bien a la curva de termofluencia de algunos materiales pero no es lo suficientemente satisfactoria para cumplir todo el esquema de materiales; por ello, Garofalo <sup>(4)</sup> propuso una ecuación; Ec. 4, con un mejor ajuste:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_t(1 - e^{-rt}) + \dot{\varepsilon}_s t \quad (4)$$

Dónde:

$\varepsilon_0$  = deformación instantánea en carga.

$\varepsilon_t$  = el límite para la termofluencia transitoria.

$r$  = el coeficiente de la velocidad de la termofluencia transitoria y la deformación transitoria.

$\dot{\varepsilon}_s$  = la velocidad entre estado estacionario y termofluencia.

Lo anterior es útil en situaciones ideales, pero el concepto de termofluencia tiene que ser tratado considerando todos los mecanismos posibles de deformación en el material.

Por ello, Orowan-Bailey<sup>(4)</sup> desarrolló una ecuación; ver Ec. 5, que representa un balance entre los factores de endurecimiento por deformación  $h$  y la velocidad de recuperación por acomodamiento y aniquilación de dislocaciones  $r$ :

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{r}{h} = -\frac{\delta\sigma/\delta t}{\delta\sigma/\delta\epsilon} \quad (5)$$

Existen modelos de dislocaciones que predicen los términos de  $h$  y  $r$ . El mecanismo propuesto por Gittys<sup>(4)</sup> muestra un buen ajuste con los datos obtenidos en pruebas. Esta ecuación está basada en el modelo de esfuerzo y difusión ayudada por el movimiento de dislocaciones en una red de tres dimensiones, ver Ec. 6.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{16\pi^3 c_j D_v G b}{kT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^3 \quad (6)$$

Dónde:

$c_j$  = concentración de esfuerzos.

$D_v$  = coeficiente de autodifusión del volumen de la muestra.

$G$  = Módulo cortante.

$b$  = vector de Burgers de la dislocación.

$\sigma$  = esfuerzo aplicado.

$k$  = constante de Boltzmann.

$T$  = temperatura, escala absoluta.

El uso de la Ec. 6 es útil para niveles bajos de esfuerzos a temperaturas arriba de  $0.5T_m$ .

Para niveles de esfuerzo intermedio a alto con temperaturas superiores a  $0.5T_m$ , la ecuación más conveniente para obtener la velocidad de termofluencia del estado estacionario es la Ec. 7:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{A D_v G b}{kT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (7)$$

El nombre que recibe esta ecuación es *Relación de la Ley de Potencia*, donde  $A$  y  $n$  son constantes del material.<sup>(23)</sup>



Por último, Wu y Sherby <sup>(4)</sup> propusieron la Ec. 8. Esta ecuación se utiliza cuando la Ley de la Potencia no puede con niveles muy altos de esfuerzos,  $\sigma/G > 10^{-3}$ .

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD}{\alpha^n b^2} \left( \sinh \alpha \frac{\sigma}{E} \right)^n \quad (8)$$

Donde  $\alpha = (\sigma / E)^{-1}$  es el punto donde la Ley de la Potencia no es efectiva. <sup>(4)</sup>

### 1.9.1 Termofluencia por difusión

Nabarro y Herring <sup>(4)</sup> propusieron que el proceso de termofluencia era controlado por esfuerzos directos debidos a difusión atómica a *altas temperaturas y bajos esfuerzos*,  $\sigma / G < 10^4$  y su ecuación se enuncia a continuación, ver Ec. 9.

$$\dot{\epsilon}_s \approx \frac{14\sigma b^3 D_v}{kTd^2} \quad (9)$$

Dónde:

d = Diámetro del grano.

$D_v$  = Coeficiente de difusión de la red.

A bajas temperaturas predomina la difusión en el límite grano, con lo que la termofluencia se denomina de tipo Coble:

$$\epsilon_s = \frac{50\sigma b^4 D_{gb}}{kTd^3} \quad (10)$$

Dónde:

$D_{gb}$  = Coeficiente de difusión en el límite de grano. <sup>(4)</sup>

### 1.9.2 Deslizamiento por el límite de grano

El deslizamiento por el límite de grano no contribuye significativamente al estado estacionario de la termofluencia, pero es importante iniciando la fractura intergranular. Este proceso es importante para mantener la continuidad del grano durante los mecanismos de flujo difusional. <sup>(4)</sup>

### 1.9.3 Energía de activación para el estado estacionario de termofluencia

El estado estacionario de la termofluencia predomina a temperaturas por encima de  $0.5T_m$ . Una de las aseveraciones más sencillas que existen sobre la termofluencia es que esta es un proceso de activación simple el cual se expresa por la ecuación de velocidad de tipo Arrhenius, ver Ec. 11. <sup>(4)</sup>

$$\dot{\epsilon}_s = Ae^{-\frac{Q}{RT}} \quad (11)$$

Dónde:  $Q$  = energía de activación para la velocidad del proceso controlado,  $A$  = constante compleja pre-exponencial conteniendo la frecuencia de vibración por unidad de flujo, el cambio de entropía y un factor que depende en la estructura del material;  $T$  = temperatura absoluta y  $R$  = constante universal de los gases. <sup>(4)</sup>

### 1.9.4 Predicción de propiedades de largos periodos de tiempo

Frecuentemente, se necesitan datos de la resistencia a altas temperaturas de un material para condiciones para las cuales no existe información. Esto es particularmente cierto para información de termofluencia a largo plazo y de Esfuerzo ( $\sigma$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ), donde es posible encontrar que la resistencia a la termofluencia para un porcentaje de deformación dado en 100, 000 h es requerido. En tal caso, la extrapolación de los datos para tiempos prolongados es requerida.

El parámetro de Sherby-Dorn <sup>(4)</sup> provee una base racional para el desarrollo de parámetros para la predicción de propiedades, ver Ec. 12.

$$\theta = t \exp(-Q/RT) \quad (12)$$

Obteniendo el logaritmo natural en ambos lados:

$$\ln \theta = \ln t_R - \frac{Q}{RT} \quad (13)$$

$$\ln t_R = \ln \theta + \frac{Q}{RT} \quad (14)$$

Si  $\theta$  y  $Q/R$  son funciones de esfuerzo solamente, entonces la Ec. 12 es lineal en  $\ln t_R$  y  $1/T$ . En la Ec. 13,  $t_R$  es el tiempo de ruptura o el tiempo para alcanzar la deformación final. Larson-Miller <sup>(23)</sup> demostraron que usando datos de esfuerzo ( $\sigma$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) reales, se confirma la relación de la Ec. 14. En la gráfica de la expresión de Larson-Miller, cada línea converge en un solo

punto en el eje de  $\ln t_R$ , lo cual indica que  $Q$  varía con el esfuerzo pero no con  $\theta$ . El punto de convergencia en  $\ln \theta = -C$ . Este valor de  $C$  varía dependiendo del material de 20 - 60. Para aceros el valor utilizado varía entre 20-25. <sup>(4)</sup> El parámetro de Larson-Miller se presenta en la Ec. 15.

$$T(\ln t_R + C_1) = PLM \quad (15)$$

### 1.9.5 Relación Monkman-Grant

La mejor manera para comparar información entre resultados de la Prueba Uniaxial de termofluencia y la Prueba Small Punch de Termofluencia; se basa en el uso de los valores mínimos de velocidad de Deformación o Deflexión ( $\dot{\epsilon}_M - \dot{\delta}_M$ ) y los tiempos de ruptura ( $t_R$ ). <sup>(17)</sup> Las ecuaciones básicas de esta comparación son las Ec. 16-17. Ambas ecuaciones presentan una pendiente  $m$  y una constante negativa  $C$ , las cuales se obtienen a partir de correlacionar linealmente los datos. <sup>(17; 24)</sup> Usualmente, se utilizan los subíndices “c” para describir los valores obtenidos por pruebas Uniaxiales y los subíndices “s” para valores obtenidos por la prueba Small Punch.

$$\text{Log}[t_R] + m_c \text{Log}[\dot{\epsilon}] = C_c \quad (16)$$

$$\text{Log}[t_R] + m_s \text{Log}[\dot{\delta}] = C_s \quad (17)$$

Dónde:  $t_R$  es tiempo de ruptura,  $m_c$  y  $m_s$  son las pendientes obtenidas en la regresión para los datos Uniaxiales y de Small Punch; respectivamente,  $\dot{\epsilon}$  es la Mínima Velocidad de Deformación,  $\dot{\delta}$  Mínima Velocidad de Deflexión y  $C_c - C_s$  son constantes generales del material analizado para la prueba Uniaxial y prueba Small Punch de signo negativo.

En el artículo del Prof Pavolo <sup>(24)</sup>, se analizan los distintos valores de las constantes obtenidas de pruebas en distintos materiales. En este estudio, se resalta que la pendiente  $m$  es dependiente de la mínima velocidad de deformación-deflexión y la constante  $C$  es independiente. Esto significa que dependiendo del material si  $m = 1$  o  $m \neq 1$ , la constante  $C \neq 0$ . Para un acero AISI 304, el autor encontró que si  $m = 1$  entonces  $C \geq -0.5$ . Si  $m < 1$  la constante  $C \leq 0.25$ .

Las Ec. 18–19 son versiones modificadas de las ecuaciones originales de Monkman-Grant. Estas permiten aumentar la exactitud de las equivalencias considerando la deformación total que sufre el espécimen de prueba. Donde:  $\epsilon_c$  es la deformación total del espécimen desde la deformación

instantánea ( $\epsilon_i$ ) hasta la deformación final ( $\epsilon_f$ ) y  $\delta_C$  es la deflexión total desde la deflexión instantánea ( $\delta_i$ ).

$$\text{Log} \left[ \frac{t_R}{\epsilon_C} \right] + m'_c \text{Log}[\dot{\epsilon}_M] = C'_c \quad (18)$$

$$\text{Log} \left[ \frac{t_R}{\delta_C} \right] + m'_s \text{Log}[\dot{\delta}_M] = C'_s \quad (19)$$

La Ec. 20 es la solución al sistema lineal de ecuaciones Monkman-Grant propuesto por el Prof. Dobes y el Prof. Milicka <sup>(17)</sup>. A partir de esa solución se llega a una ecuación con omisiones de exponentes. Por lo anterior, en este trabajo se resolvió el sistema lineal y la solución verdadera se presenta en la Ec. 21. La omisión que hacen los autores se encuentra en los exponentes del mínimo de velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ). Los exponentes omitidos son aquellos con la forma ( $m_s/m_c$ ), ver Ec. 21.

$$\text{Log} \dot{\epsilon}_M = \frac{m_s}{m_c} \text{Log} \dot{\delta}_M + \frac{C_c - C_s}{m_c} \quad (20)$$

$$\dot{\epsilon}_M = 10^{\frac{C_c - C_s}{m_c}} \dot{\delta}_M^{\frac{m_s}{m_c}} \quad (21)$$

Finalmente, todas estas relaciones solamente son válidas en el intervalo de cargas utilizado entre ambas pruebas. Si se busca extrapolar la información, la predicción tiende a aumentar su dispersión a bajos Esfuerzos ( $\sigma$ ) y bajas Cargas ( $F$ ); aproximadamente, después de 50, 000 h de iniciada la prueba.

### 1.9.6 Comportamiento de la termofluencia – nueva perspectiva

El estudio de la termofluencia consiste primordialmente en el tiempo de ruptura ( $t_R$ ) que sufre un material a altas temperaturas. Con los datos obtenidos de una prueba de termofluencia, se puede obtener otro valor de interés para el estudio, la mínima velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ). Estos valores se han relacionado mediante ecuaciones como el Parámetro de Larson-Miller y la ecuación Monkman-Grant. Las relaciones anteriores son útiles en la práctica, pero pocas personas se han enfocado en generalizar el comportamiento de la termofluencia.

El Prof F. Abe, en su artículo “*Creep behavior, deformation mechanisms and creep life of Mod. 9Cr-1Mo steel*”<sup>(23)</sup>; abordó a la termofluencia desde un punto de vista más general. Él utilizó un acero martensítico de denominación 9Cr-1Mo-VNb, ensayado por la prueba Uniaxial en temperaturas entre 450 – 725 °C y esfuerzos de 30 a 450 MPa. A partir de sus datos definió que el estado transitorio es básicamente una consecuencia del movimiento y la aniquilación de una alta densidad de dislocaciones y el estado de aceleración es una consecuencia gradual de la pérdida de la resistencia a la termofluencia debida a la recuperación de la microestructura.

Por lo anterior, es muy importante mostrar que existe una dependencia entre la velocidad mínima de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ) y el esfuerzo ( $\sigma$ ), ver Ec. 22.

$$\dot{\epsilon}_M = A\sigma^n \quad (22)$$

Donde  $A$  es una constante y  $n$  es el exponente de esfuerzo. El exponente  $n$  define el tipo de deformación que sufrirá un material expuesto a termofluencia; condensado esto en tablas con distintos materiales (25). Comúnmente, esta relación es llamada, *Ley de Norton-Bailey*.

Dentro del estudio del Prof F. Abe, fue posible relacionar la mínima velocidad de deformación con el tiempo que tarda en llegar a la mínima velocidad ( $t_m$ ), ver Ec. 23.

$$\dot{\epsilon}_M = 1.0 \times 10^{-2} / t_m \quad (23)$$

Esta relación es una línea única que es independiente de la temperatura y las condiciones en las que se encuentre un material (tratamientos térmicos recibidos). Lo anterior concluye que el tiempo para alcanzar el mínimo es inversamente proporcional a la mínima velocidad de deformación. Lo cual indica que mientras mayor sea  $t_m$  menor será  $\dot{\epsilon}_M$ .

Considerando la deformación en el mínimo ( $\epsilon_m$ ), el tiempo hacia el mínimo ( $t_m$ ) y la mínima velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ), el grupo del Prof Abe determinó que estos tres conceptos siguen la relación descrita en la Ec. 24.

$$\dot{\epsilon}_M = 0.54 \left( \frac{\epsilon_m}{t_m} \right) \quad (24)$$

Esta relación indica que  $t_m$  es inversamente proporcional con respecto a  $\dot{\epsilon}_M$ , haciendo al tiempo en el mínimo un factor determinante en la relación de las tres variables.

Finalmente, el grupo del Prof Abe determinó como analizar la región de aceleración hacia la ruptura en relación a la termofluencia, como una relación entre el tiempo de ruptura ( $t_R$ ) y el tiempo hacia el mínimo ( $t_m$ ), ver Ec. 25.

$$(t_R - t_m) = 2.7t_m \quad (25)$$

El entendimiento de la duración de la etapa de aceleración hacia la ruptura es importante como medida de seguridad. Por ejemplo, si un material fractura en  $t_R = 100,000$  h y  $t_m = 27000$  h; por razones de seguridad, se sabría que el material tiene 73000 h de vida restante y que cualquier esfuerzo mayor aplicado a su estructura debilitará mucho más rápido la resistencia a la ruptura.

Esta teoría práctica sobre la termofluencia ha abierto su aplicabilidad hacia la prueba Small Punch y más adelante se tratará el tema para observar las diferencias entre la prueba Uniaxial y la prueba Small Punch.

## 1.10 Método Calphad

Calphad es un modelo que unifica datos termodinámicos, diagramas de fases y propiedades consistentemente con el objetivo de calcular diagramas de fases con más de 3 elementos aleantes. El éxito de Calphad se debe al desarrollo de bases de datos multicomponentes, los cuales describen varios tipos de funciones termodinámicas comparadas con datos experimentales.

Antes de Calphad, los modelos más utilizados para calcular diagramas de fases eran aquellos que involucraban la minimización de la energía libre de Gibbs. La primera referencia de Calphad se escribió en 1970 por Larry Kaufman<sup>(26)</sup>, el cual desarrolló el concepto de *estabilidad de red*. Él explicó claramente como los parámetros de una aleación son derivados tanto de diagramas de fases experimentales y de técnicas rudimentarias disponibles en ese tiempo, así como el camino a seguir para calcular diagramas de fases. El concepto de estabilidad de red fue esencial para el desarrollo de bases termodinámicas multicomponentes, las cuales tienen un objetivo a futuro debido a que era un reto calcular por lo menos un diagrama de fases ternario.

Una de las ventajas de combinar diagramas de fases y termodinámica es el método de extrapolación de líneas de solubilidad hacia rangos metaestables para obtener propiedades termodinámicas.

Calphad significa *Calculating Phase Diagrams*; por sus siglas en inglés, y de su nombre se deriva el término *técnica Calphad*. Este método de cálculo de diagramas se volvió una técnica años después de su lanzamiento, debido a la existencia de artículos científicos que promovían el uso de Calphad con modelos específicos para distintas aplicaciones dentro del ámbito de las ciencias de los materiales. El uso de esos modelos y sus parámetros almacenados en bases termodinámicas adquirió el término: *termodinámica computacional*.

A raíz del incremento en las velocidades de los procesadores y en el almacenamiento de información de las computadoras, Calphad ha evolucionado en programas más avanzados que conjugan toda la técnica para aplicaciones específicas.

### 1.10.1 Thermo-Calc

Thermo-Calc, se volvió un programa de computadora que conjugó toda la técnica Calphad en una interfaz de fácil comprensión con diversas bases de datos termodinámicas para distintas aplicaciones en el campo de la ciencia.

Thermo-Calc conjuga esta técnica en diversos módulos dentro del programa, que se encargan en realizar tareas distintas para desplegar la información requerida, eficientemente. Los módulos que comprenden Thermo-Calc se describen en la Fig. 8.

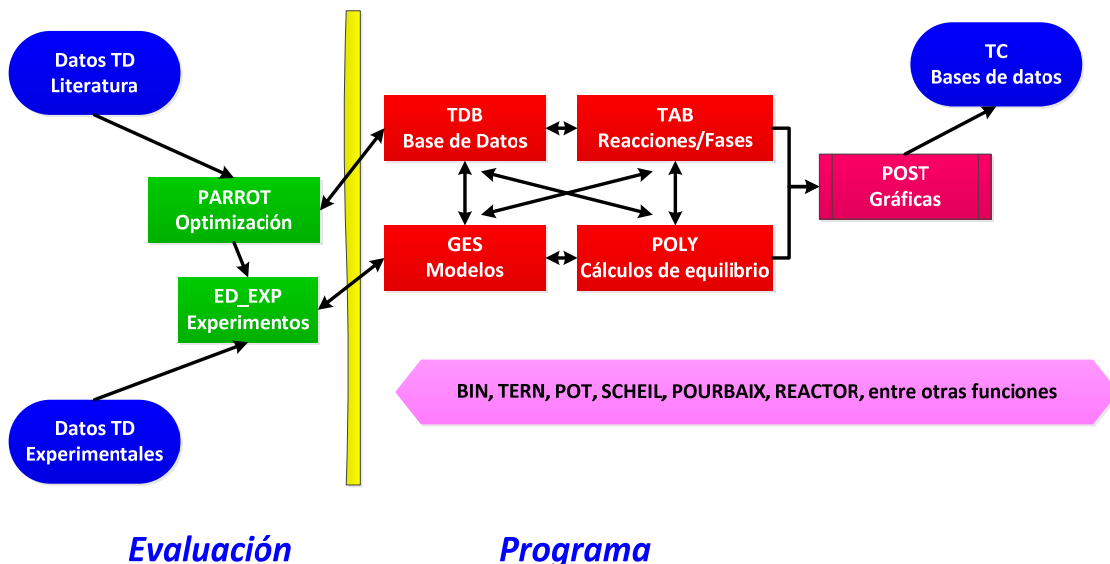


Figura 8. Módulos que comprenden la estructura de Thermo-Calc. <sup>(27)</sup>

La fase inicial de Thermo-Calc consiste en la evaluación y unificación de datos termodinámicos; tanto de la literatura como de datos experimentales. Estos datos se optimizan en el módulo de *Parrot*, el cual trabaja en conjunto con el módulo *ED\_EXP* para evaluar los datos experimentales y cálculos de equilibrio existentes. Este par de módulos no tiene interacción directa con el usuario, pero son la base de la precisión del programa y del algoritmo Calphad utilizado en él.

El módulo *TDB* se encarga de administrar y llamar; cuando sea necesario, las bases de datos con las que cuenta Thermo-Calc. Por otra parte, el módulo *GES* maneja modelos termodinámicos y el manejo de datos apropiado para varias fases de la base de datos utilizada. *TAB* se encarga de tabular las propiedades termodinámicas de las fases y sus reacciones y por último, el módulo *POLY* se encarga de los cálculos de mapeo paso a paso y equilibrio heterogéneo para diagramas multicomponentes.

Los cuatro módulos anteriores trabajan en conjunto para desplegar la información solicitada en Thermo-Calc, usando el módulo *POST*, el cual se encarga del post-procesamiento de la información, graficando la información en varios diagramas de fases y diagramas de propiedades.

Existen otros módulos que facilitan el uso de Thermo-Calc, estos módulos tienen una función específica y por ello agregan funciones básicas al menú del programa, para hacer más accesible la obtención de información de los diagramas. Ejemplos de estos módulos son los módulos *BIN* y *TERN*; para cálculo de diagramas de fases binarios y ternarios, respectivamente. <sup>(27)</sup>

Para aplicaciones industriales o del ámbito científico, Thermo-Calc permite el rápido análisis de las fases presentes en una aleación siempre y cuando se introduzca al programa la composición química y temperaturas a analizar. Para el análisis realizado en este trabajo, se utilizó este programa para detectar las fases del acero 5Cr-0.5Mo e identificar el tipo de precipitados que se encuentran en la matriz.



## II. Motivación

Las propiedades del acero A387 Gr5 o 5Cr-0.5Mo fueron estudiadas con anterioridad por el Prof. Mohapatra utilizando la prueba Uniaxial de termofluencia. <sup>(1)</sup> Pero no existe información disponible sobre propiedades de termofluencia del acero 5Cr-0.5Mo, obtenidas por la prueba de Small Punch. Por lo anterior, la motivación de este trabajo es:

*“Determinar las propiedades de termofluencia por la Prueba Small Punch de Termofluencia en un acero A387 Gr5 C2 envejecido a 600 °C y relacionar su comportamiento mecánico con los cambios en su microestructura desde el estado original hasta 1000 h de envejecido”.*

### 2.1 Objetivos específicos

Para llevar a cabo la motivación de este trabajo, fue necesario proponer objetivos específicos para sustentar la motivación. Los objetivos específicos se mencionan a continuación:

- Obtener el coeficiente  $F/\sigma$  de conversión experimental entre la Prueba Uniaxial de Termofluencia y la Prueba Small Punch de Termofluencia. Comparar el coeficiente experimental contra el coeficiente  $F/\sigma$  obtenido por el método de elementos finitos (FEM). Ver Ec. 2.
- Determinar el efecto que tiene el envejecido isotérmico sobre la resistencia a la ruptura en termofluencia del acero 5Cr-0.5Mo.
- Relacionar los cambios microestructurales desde el estado original del acero 5Cr-0.5Mo hasta el estado envejecido por 1000 h. Deducir su efecto sobre la resistencia a la ruptura del material.
- Correlacionar los datos de termofluencia obtenidos mediante la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial mediante la ecuación de Monkman-Grant. Ver Ec. 20 y 21.

### III. Metodología Experimental

En esta tesis, se utilizan dos metodologías: experimental y numérica. En este apartado se hablará de la metodología experimental llevada a cabo, la cual se presenta en la Fig. 9.

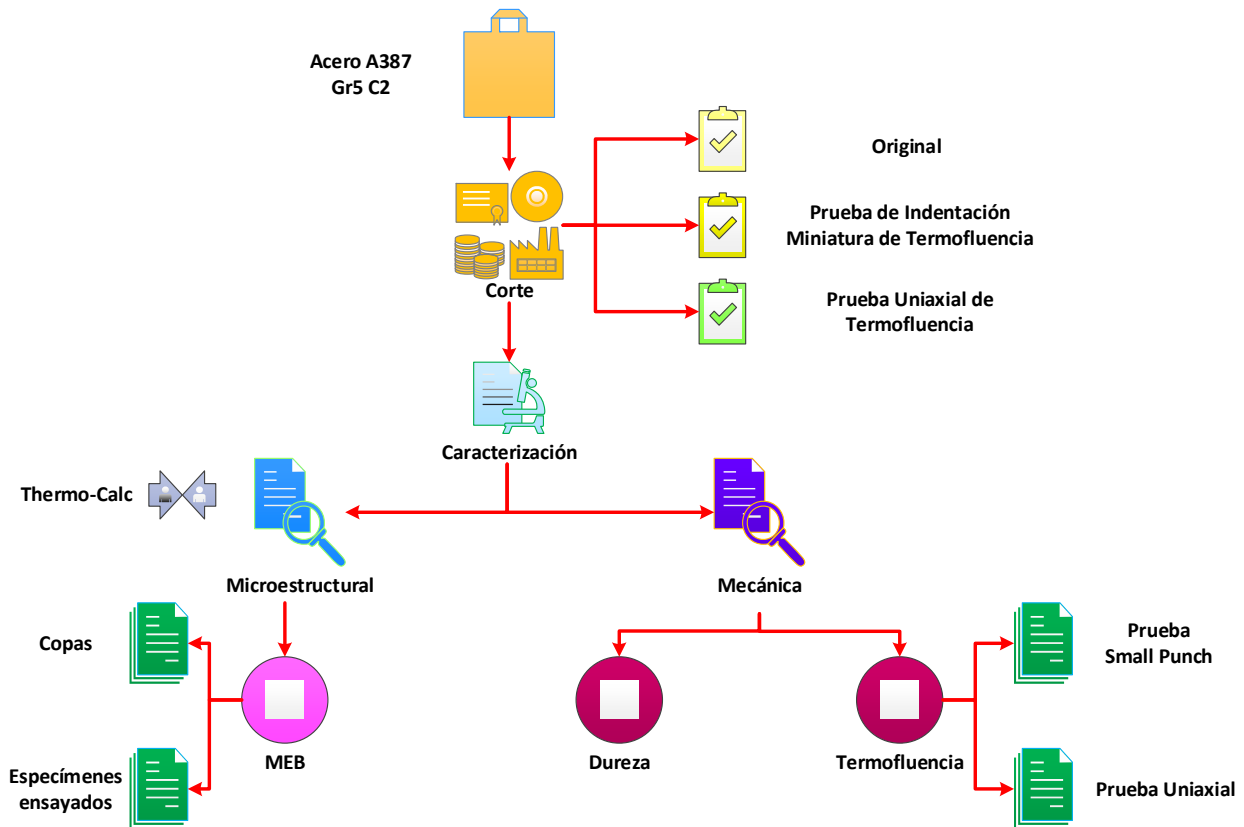


Figura 9. Metodología experimental a seguir en este proyecto de investigación.

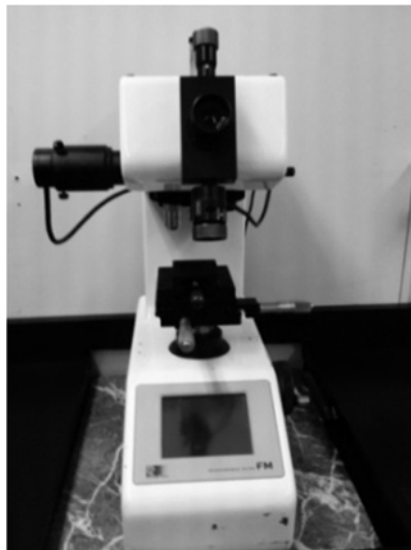
#### 3.1 Material

El acero 5Cr-0.5Mo (A387 Gr5 C2) se recibió como una placa de 200 x 200 x 16 mm. Se cortaron barras de 200.00 x 13.50 x 16.00 mm. Se obtuvieron suficientes barras para mantener una en el estado original y las demás se envejecieron isotérmicamente. De cada barra se obtuvieron los especímenes para las Pruebas de Small Punch cortando cilindros de  $\phi 3.0$  x 16.0 mm. Los especímenes para la prueba Uniaxial se obtuvieron cortando barras de 90.0 x 13.0 x 16.0 mm y se maquinaron basándose en las dimensiones de la Fig. 4. Las pruebas de Small Punch se realizaron en la universidad de Kagoshima, utilizando el equipo mostrado en la Fig. 10.



**Figura 10.** Máquina de Pruebas de Termofluencia de Small Punch.

La caracterización mecánica consistió en la obtención de datos sobre la dureza HV; para relacionar el cambio de dureza conforme el tiempo de envejecido incrementaba. El microdurómetro marca Future Tech modelo FM-700 utilizado se presenta en la Fig. 11. Los especímenes ensayados mantuvieron su planicidad entre la cara de análisis y la cara posterior. La carga utilizada fue de 100 gf y se realizaron 10 indentaciones en el material para reducir la dispersión en los resultados. Los resultados presentados en este trabajo son el promedio de los datos obtenidos por cada condición de envejecido analizada.



**Figura 11.** Microdurómetro marca Future Tech.

La caracterización microestructural consistió en obtención de micrografías y de espectros, utilizando el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM6300, ver Fig. 12. Las condiciones de observación fueron de 20 kV. Se utilizó la menor distancia de trabajo posible para realizar análisis puntuales en los carburos a magnificaciones de 10, 000X. La observación microestructural se realizó en magnificaciones desde 1000X hasta 5000X. El voltaje de aceleración utilizado permitió realizar la toma de imágenes de la microestructura y utilizar el sistema *EDS* en una sola sesión por condición.



**Figura 12.** Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM6300.

### 3.1 Pruebas de Termofluencia

Las pruebas de termofluencia por Small Punch se realizaron con tiempos de ruptura esperados de 10 hasta 300 h. Las Pruebas Uniaxiales se realizaron con tiempos de ruptura esperados de 10 a 1,500 h. Solamente las pruebas de Small Punch se realizaron por duplicado para reducir la dispersión de los resultados. Basándose en pruebas uniaxiales de termofluencia realizadas en el acero 5Cr-0.5Mo Gr1; reportadas por el NIMS <sup>(9)</sup>, las cargas y los esfuerzos se planearon con base en la Fig. 13. Los círculos azules representan la zona donde se realizaron las pruebas Small Punch; con esfuerzos entre 107-180 MPa o su equivalente de 67-114 N. Estos Esfuerzos ( $\sigma$ ) se convirtieron mediante el coeficiente  $F/\sigma$  obtenido en esta investigación para ser tratados como Carga ( $F$ ). Los círculos anaranjados representan la zona de Esfuerzos ( $\sigma$ ) utilizados durante las pruebas Uniaxiales de termofluencia; el intervalo usado es de 78-170 MPa.

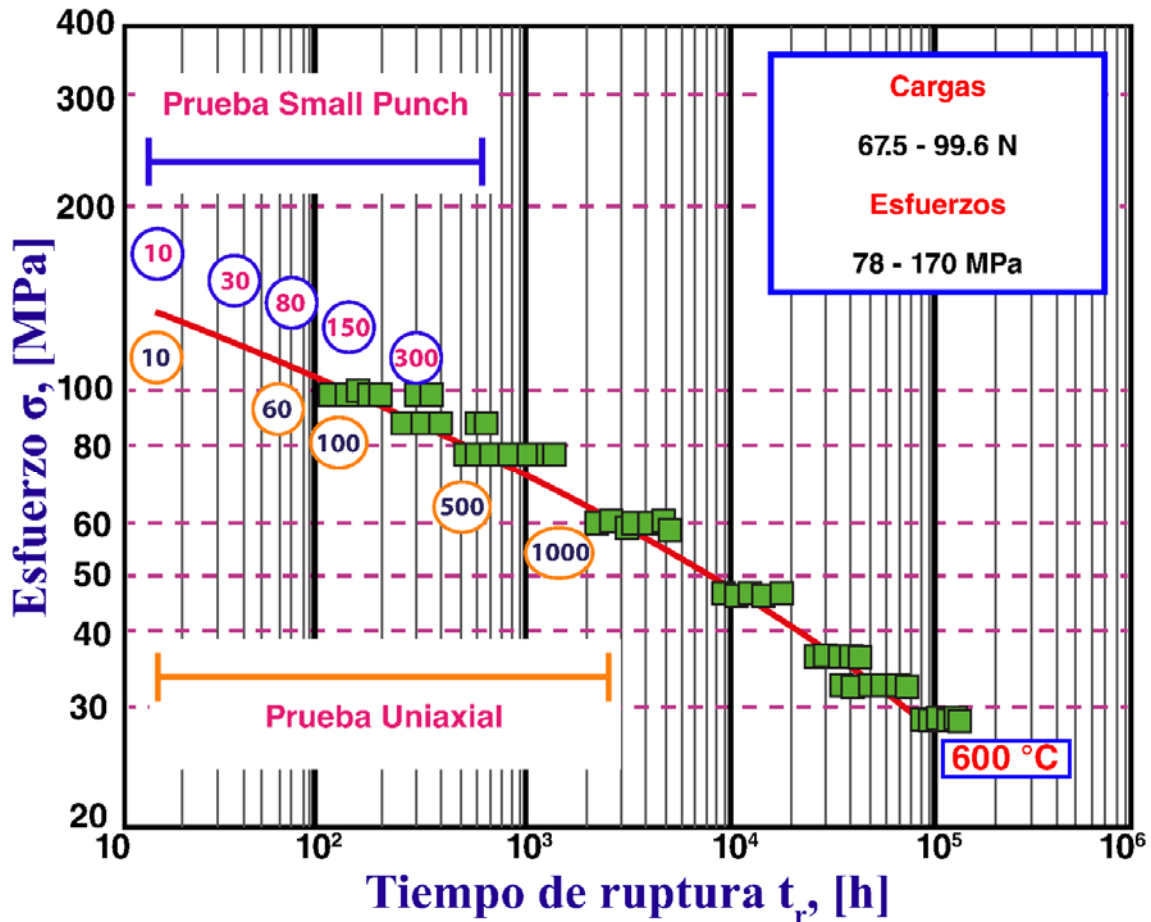


Figura 13. Metodología seguida para Pruebas de Termofluencia.

La geometría utilizada para las pruebas de Small Punch fue la de disco tipo TEM de  $\Phi 3.0 \times 0.25$  mm. La preparación de los especímenes de Small Punch requirió de desbaste manual con lijas de Carburo de Silicio (SiC) hasta grado 2400. Al alcanzar el espesor de 0.25 mm se pulió la superficie hasta obtener un acabado tipo espejo con solución de alúmina de  $0.3 \mu\text{m}$ . Las pruebas uniaxiales utilizaron especímenes cilíndricos con un diámetro de prueba de 6.0 mm y una longitud calibrada de 30.0 mm. La geometría final se describió en la Fig. 4. Para ambas pruebas, la temperatura de análisis fue de 600 °C con un ambiente controlado por gas Ar con una pureza de 99.99%. Después de ensayados los especímenes, estos se guardaron en un desecador para evitar la oxidación.

Después de realizadas las pruebas de termofluencia (Small Punch y Uniaxiales), se utilizó el microscopio electrónico de barrido (MEB) para analizar la microestructura de los especímenes ensayados. Para las pruebas de Small Punch, se analizó la sección transversal del espécimen para determinar la distribución de la precipitación, la deformación del grano y la longitud final del cuello

formado en la zona de fractura. La microestructura de los especímenes ensayados por la prueba Uniaxial se analizaron en dos sentidos: transversalmente y longitudinalmente.

### **3.2 Envejecido del material**

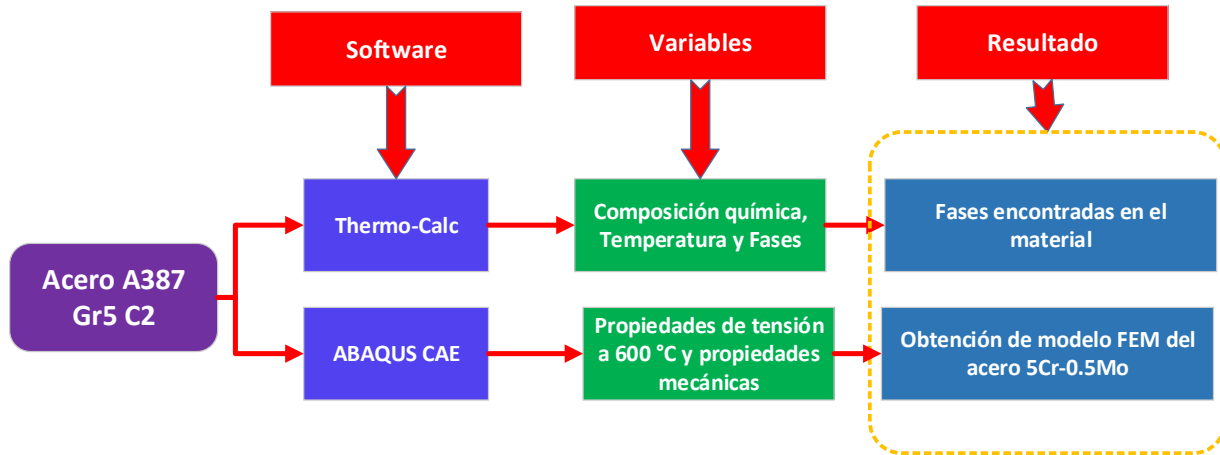
Las propiedades de termofluencia del acero 5Cr-0.5Mo se analizaron también en diferentes estados de envejecido y solamente se utilizó la prueba Small Punch para este propósito. Las barras cortadas se introdujeron en un horno tubular para realizarles un tratamiento isotérmico a 600 °C y simular el envejecido que el material podría sufrir en servicio. Los tiempos de envejecido utilizados fueron: 100, 300 y 1000 h.

Después, cada que una barra alcanzó el tiempo de envejecido deseado, esta se removió e inmediatamente se enfrió en agua con hielo para mantener la microestructura que obtuvo por la exposición a la temperatura.

Finalmente, cada barra se identificó apropiadamente para evitar confusión entre condiciones de envejecido. De cada barra se obtuvieron cilindros de  $\phi 3.0 \times 16.0$  mm para las pruebas de Small Punch y se siguió el procedimiento de preparación de especímenes, descrito en el tema anterior.

## IV. Metodología Numérica

La metodología numérica propuesta hace uso del programa de Thermo-Calc y ABAQUS; ver Fig. 14.



**Figura 14.** Metodología numérica a usar en este proyecto de tesis.

Se utilizó el programa de Thermo-Calc para calcular los diagramas de fases pseudobinarios, pseudoternarios. El objetivo fue conocer las fases presentes en el material tras la exposición a la temperatura en la Prueba de Termofluencia de Small Punch para tener una idea del efecto de esas fases sobre el proceso de deterioro del material.

Por otro lado, para apoyar los resultados obtenidos por las pruebas de termofluencia en Small Punch, fue necesario realizar un modelo mediante el Método de Elementos Finitos (FEM). El tipo de modelo utilizado es simétrico al eje en 2D y en él se modeló la prueba de Small Punch con tres elementos sólidos (Dado superior, dado inferior y balín) y un elemento deformable (Especímen); ver Fig. 15.

El programa utilizado para correr la simulación fue ABAQUS CAE 6.14-15, en el modo explícito para facilitar el establecimiento de las propiedades del material y de los pasos del modelo. La calidad de mallado consiste de 1200 elementos cuadrados simétricos al eje y 1333 nodos.

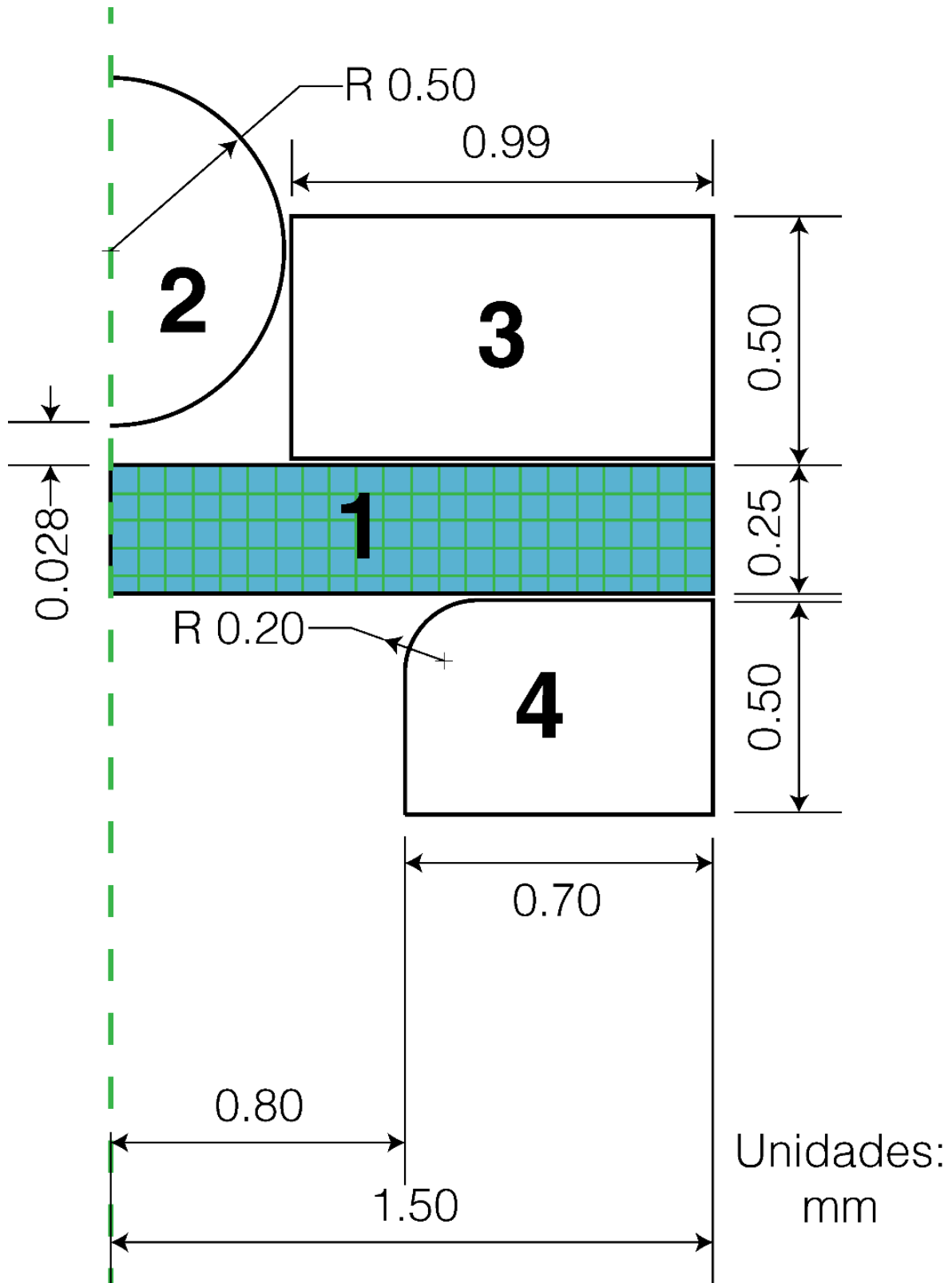


Figura 15. Modelo simétrico al eje para simular por FEM la prueba Small Punch, 1) Espécimen, 2) Balín, 3) Dado superior y 4) Dado inferior.



**Tabla 3.** Propiedades mecánicas utilizadas en la simulación por FEM para modelar la termofluencia para la prueba Small Punch

Módulo de Young E, MPa	Límite Elástico $\sigma_{0.2\%}$ , MPa	Esfuerzo de Ruptura UTS, MPa	Coefficiente de Poisson, $\nu$
152, 457	268	307	0.3
Ley de Norton		Coefficientes de fricción	
A, $\text{MPa}^{-6.34}\text{h}^{-1}$	n	Espécimen/Balín	Espécimen/Dados
$2 \times 10^{-16}$	6.34	0.39	0.50

Las propiedades mecánicas utilizadas para este modelo se presentan en la Tabla 3. Estas propiedades son: Módulo de Young ( $E$ ), Coeficiente de Poisson ( $\nu$ ), la ecuación de Norton-Bailey, Límite Elástico ( $\sigma_{0.2\%}$ ), Esfuerzo de Ruptura máximo ( $UTS$ ) y los coeficientes de fricción ( $\mu$ ) para las interacciones *Espécimen/Balín* y *Espécimen/Dados*. El único elemento que contiene un mallado es el espécimen; el tamaño de cada elemento de la malla fue de  $0.0125 \times 0.0125$  mm. Finalmente, las cargas usadas para el análisis estuvieron dentro del intervalo de 67.5-99.6 N.

La base para modelar la termofluencia por FEM fue la simulación de la etapa transitoria y la etapa de aparición de la mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ). Regularmente, este tipo de modelos son los más prácticos para determinar propiedades de termofluencia en los materiales, ya que la determinación de la tercera etapa de aceleración a la ruptura es compleja y requiere más pruebas mecánicas.

De los resultados obtenidos, se graficaron la Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ). El modelo se validó comparando la Mínima Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) y el tiempo en el que se alcanzó el mínimo ( $t_m$ ) contra los mismo valores obtenidos experimentalmente a la misma carga del análisis. Se utilizan estos datos para la validación debido a que el modelo no considera el modo de fractura y por ello, no se pueden comparar los tiempos de ruptura.

## V. Resultados

En este capítulo se presentan los resultados de las pruebas de termofluencia, realizadas en el acero 5Cr-0.5Mo. En general, se abordarán los resultados de las pruebas de termofluencia por la prueba Small Punch en el acero en estado original. Finalmente, se abordará el efecto del envejecido sobre las propiedades de termofluencia del material. Después, se presentarán los resultados de las pruebas Uniaxiales.

### 5.1 Pruebas de termofluencia en el material original

Las pruebas de termofluencia realizadas en el estado original se hicieron utilizando la Prueba Uniaxial de Termofluencia y la Prueba de Small Punch.

#### 5.1.1 Pruebas de termofluencia Uniaxial

Las pruebas de termofluencia Uniaxial se realizaron conforme a la norma japonesa JIS Z2271. <sup>(3)</sup> Se utilizó una probeta cilíndrica con un diámetro de prueba de 6 mm y una longitud calibrada de 30 mm. Las pruebas se realizaron en una atmósfera al vacío y controlada por gas Argón. La temperatura de prueba fue de 600 °C y esta se mantuvo constante con una diferencia no mayor de  $\pm 1$  °C. Los esfuerzos utilizados se encuentran en el rango de 78-170 MPa. La Fig. 16 presenta la gráfica obtenida de Deformación ( $\epsilon$ ) contra Tiempo ( $t$ ). En la Fig. 16 se observan las tres etapas principales de la termofluencia, siendo estas notorias en la prueba realizada a 78 MPa. Conforme el esfuerzo de prueba incrementa, el tiempo de ruptura disminuye. A 78 MPa se alcanzó un tiempo de ruptura de 1301 h y a 170 MPa el tiempo de ruptura fue de 11 h.

A partir de los datos de Deformación-Tiempo obtenidos por la prueba Uniaxial, se calculó el Mínimo de Velocidad de Deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ). Para ello, se graficó la Velocidad de Deformación ( $\dot{\epsilon}$ ) contra el Tiempo ( $t$ ), ver Fig. 17. Las gráficas de Velocidad de Deformación contra Tiempo muestran las tres etapas de termofluencia; la primera etapa muestra una caída de la velocidad de deformación, la segunda se presenta como una recta continua hasta encontrar el mínimo y la tercera etapa se presenta como una aceleración de la velocidad repentina hasta que el espécimen fracture.

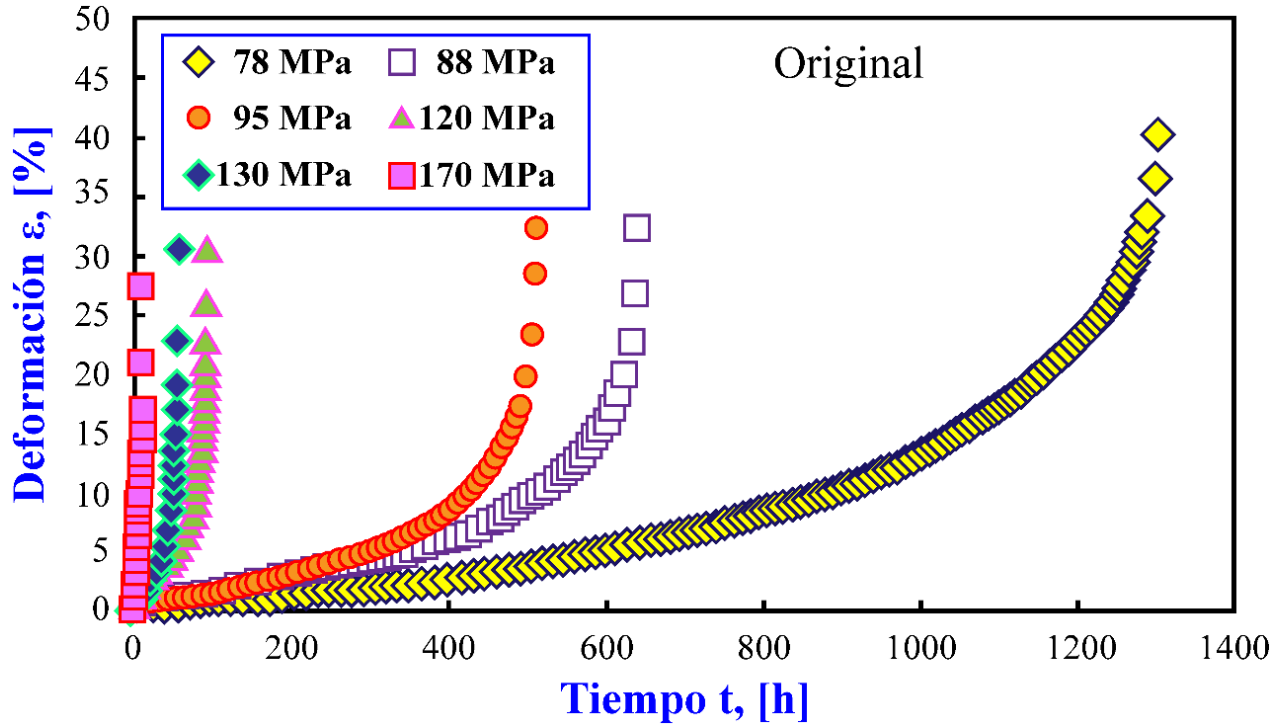


Figura 16. Gráfica de Deformación ( $\epsilon$ ) – Tiempo ( $t$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo obtenida por la Prueba Uniaxial.

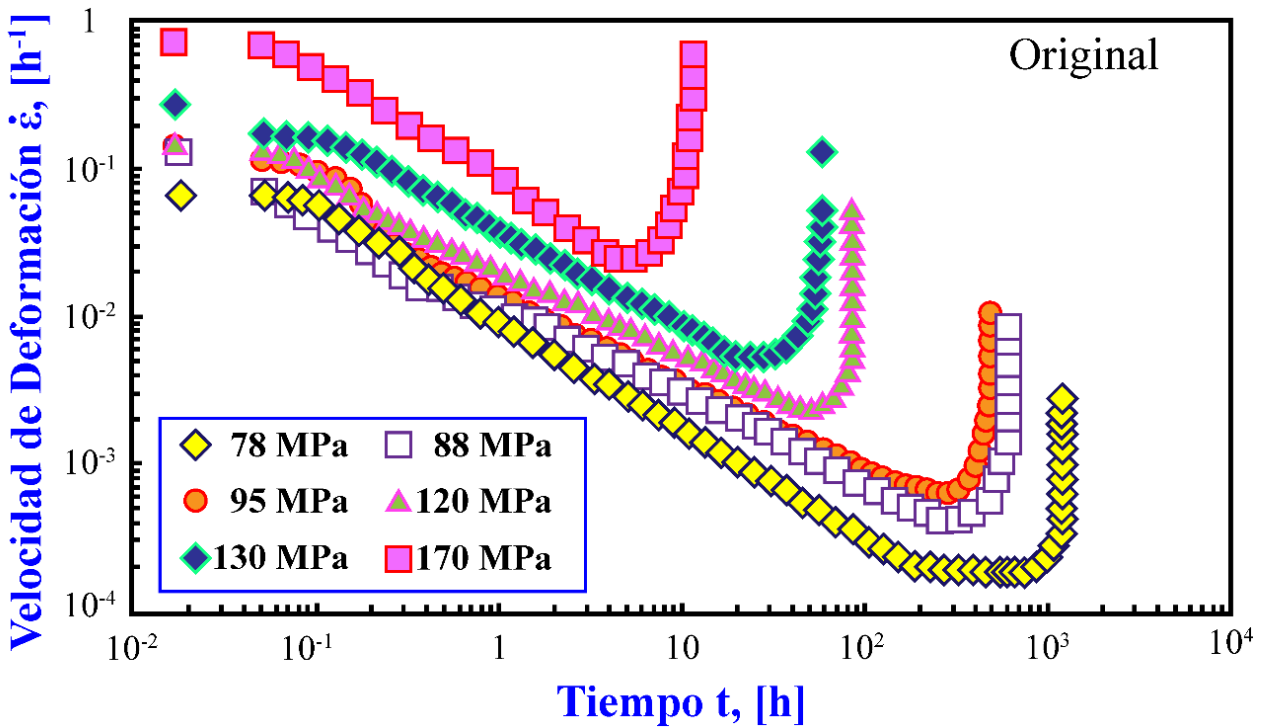


Figura 17. Gráfica de Velocidad de Deformación ( $\dot{\epsilon}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) en el acero 5Cr-0.5Mo por la Prueba Uniaxial.

En la Fig. 17 se observa que el más bajo valor de Mínima Velocidad de Deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ) fue de  $1.78 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$  a 78 MPa y el mayor valor fue el de la prueba de 170 MPa alcanzando  $2.42 \times 10^{-2} \text{ h}^{-1}$ .

### 5.1.2 Pruebas de termofluencia por la técnica Small Punch

La técnica de Small Punch para termofluencia analizó las propiedades del material utilizando especímenes miniatura con unas dimensiones de  $\phi 3 \times 0.25 \text{ mm}$ . Las pruebas se realizaron a temperatura constante de  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  con una diferencia no mayor de  $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ . La cámara se mantuvo en vacío para extraer el aire y se introdujo gas argón con una pureza de 99.99% para evitar oxidación en los especímenes. Cada carga se realizó por duplicado, para reducir la variabilidad en los resultados.

La Fig. 18 (a) presenta la gráfica de Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para las cargas de 67-100 N. En cada una de las curvas se observa claramente las tres etapas de la termofluencia. A diferencia de las pruebas uniaxiales; es posible ver con mayor facilidad la etapa transitoria en las gráficas obtenidas por la prueba Small Punch. Esto se debe a que la naturaleza biaxial de la prueba y la sensibilidad de la misma, favorecen la identificación inmediata de la deformación inicial en el material fomentando una etapa transitoria suavizada. La probeta ensayada a 67.5 N presentó un tiempo de ruptura de 250 h y el menor tiempo se observó en la probeta ensayada a 99.6 N con 8 h en promedio.

La Fig. 18 (b) presenta la Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ). Esta gráfica también presenta una forma similar a la obtenida en la prueba Uniaxial. La Mínima Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) obtenida en la probeta ensayada a 67.5 N fue de  $4.3 \times 10^{-7} \text{ mm/h}$  y a 99.6 N fue de  $1.3 \times 10^{-5} \text{ mm/h}$ . En el caso de las Velocidades Mínimas obtenidas para ambos casos; la prueba Uniaxial presentó velocidades en el rango de  $10^{-4}$ - $10^{-2} \text{ h}^{-1}$  y para la prueba Small Punch el rango es de  $10^{-7}$ - $10^{-5} \text{ mmh}^{-1}$ . Esta diferencia en magnitudes se atribuye a que la deformación de la matriz ferrítica se da en dos ejes. Esto provoca que los granos se deformen en varias direcciones, y dificulten el movimiento de las dislocaciones.

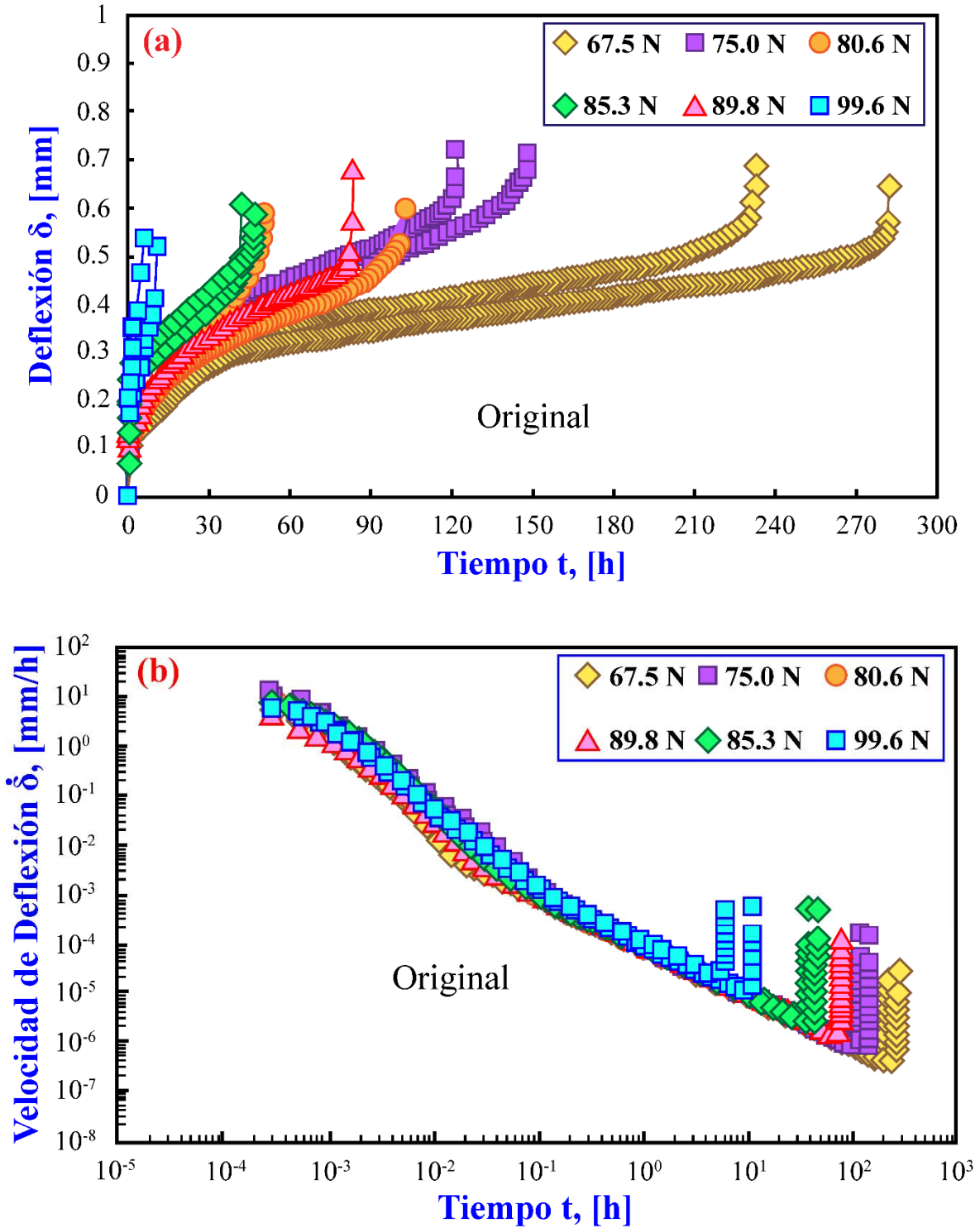


Figura 18. Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) en el acero 5Cr-0.5Mo ensayado por Small Punch.

## 5.2 Pruebas de termofluencia en el material envejecido

Para esta investigación, parte del material original fue envejecido isotérmicamente a 600 °C para simular la exposición a una temperatura típica de trabajo y estudiar el efecto del envejecido sobre la resistencia a la ruptura. Para este análisis se utilizó solamente la prueba Small Punch en material envejecido a 100, 300 y 1000 h. Las cargas utilizadas para estas pruebas fueron de 67.5, 75, 80.6, 85.3 y 99.6 N.

### 5.2.1 Material envejecido por 100 h

En el material envejecido por 100 h se obtuvo la gráfica de Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ), ver Fig. 19 (a). Se aprecia que a 67.5 N el tiempo de ruptura fue de 250 h y el tiempo de ruptura de los especímenes ensayados a 99.6 N fue de 6.3 h. La Fig. 19 (b) muestra las curvas de Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) obtenidas en el material envejecido por 100 h. Se observa que la mínima velocidad de deflexión obtenida en el espécimen ensayado a 67.5 N fue de  $4.01 \times 10^{-7}$  mm/h y en el espécimen ensayado a 99.6 N, la mínima velocidad de deflexión fue de  $1.57 \times 10^{-5}$ .

### 5.2.2 Material envejecido por 300 h

La Fig. 20 (a) muestra las curvas de termofluencia de Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 300 h. El mayor tiempo de ruptura alcanzado se observó en el espécimen ensayado a 67.5 N con 43.2 h y el menor tiempo de ruptura fue de 3.7 h en el espécimen ensayado a 99.6 N. En la Fig. 20 (b) se muestran las curvas de Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo, el espécimen ensayado a 67.5 N tiene una mínima velocidad de deflexión  $1.36 \times 10^{-6}$  mm/h y el espécimen de mayor carga presentó una mínima velocidad de deflexión de  $2.86 \times 10^{-5}$ .

### 5.2.3 Material envejecido por 1000 h

Las curvas de termofluencia obtenidas para el material envejecido por 1000 h, se presentan en las Fig. 21 (a-b). Para esta condición, las curvas de Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) muestran un tiempo de 50.8 h en los especímenes ensayados a 67.5 N y un tiempo de ruptura de 3.4 h en los especímenes ensayados a 99.6 N. La Fig. 21 (b) grafica la Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ), donde el espécimen ensayado a 67.5 N presentó una mínima velocidad de deflexión de  $1.97 \times 10^{-6}$  mm/h y el espécimen ensayado a 99.6 N tuvo una mínima velocidad de deflexión de  $4.15 \times 10^{-5}$  mm/h.

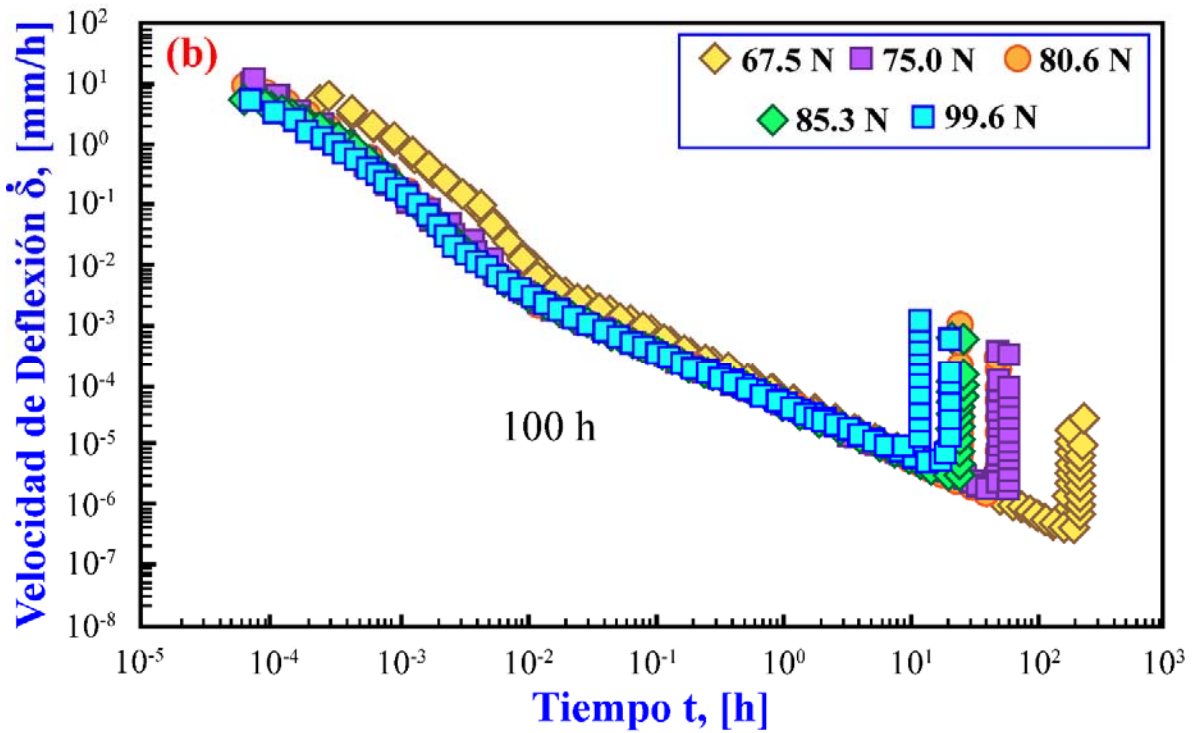
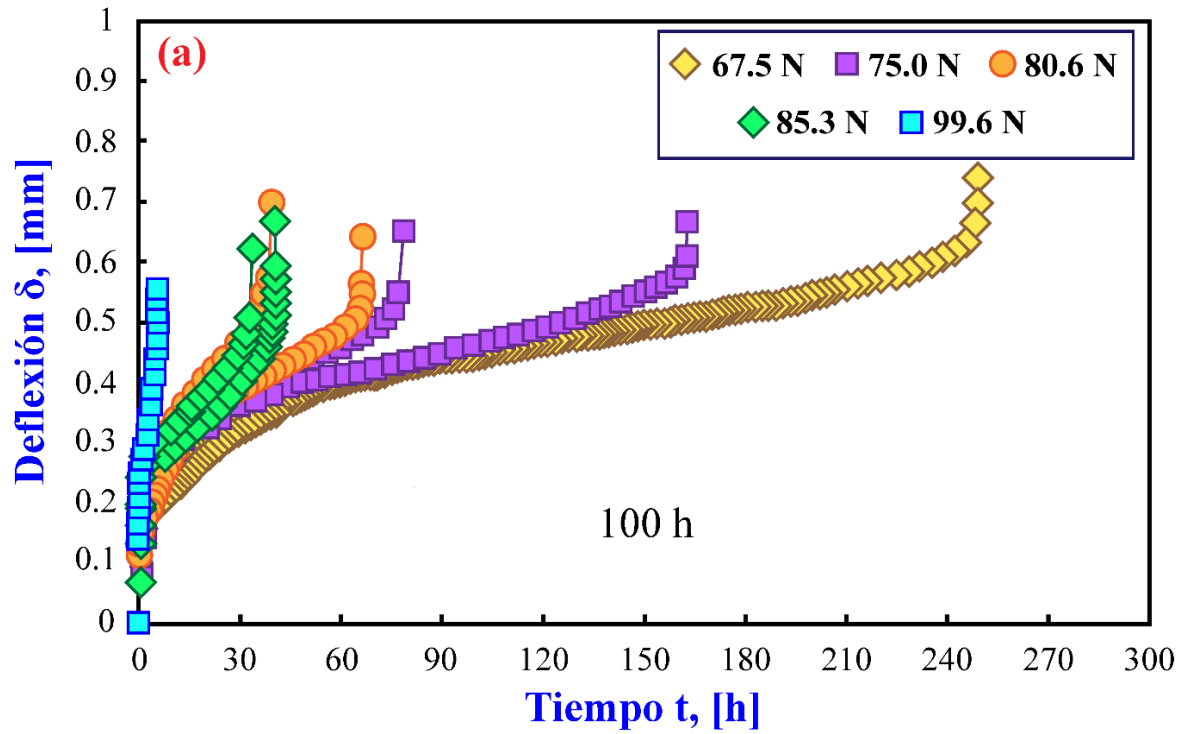


Figura 19. Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 100 h.

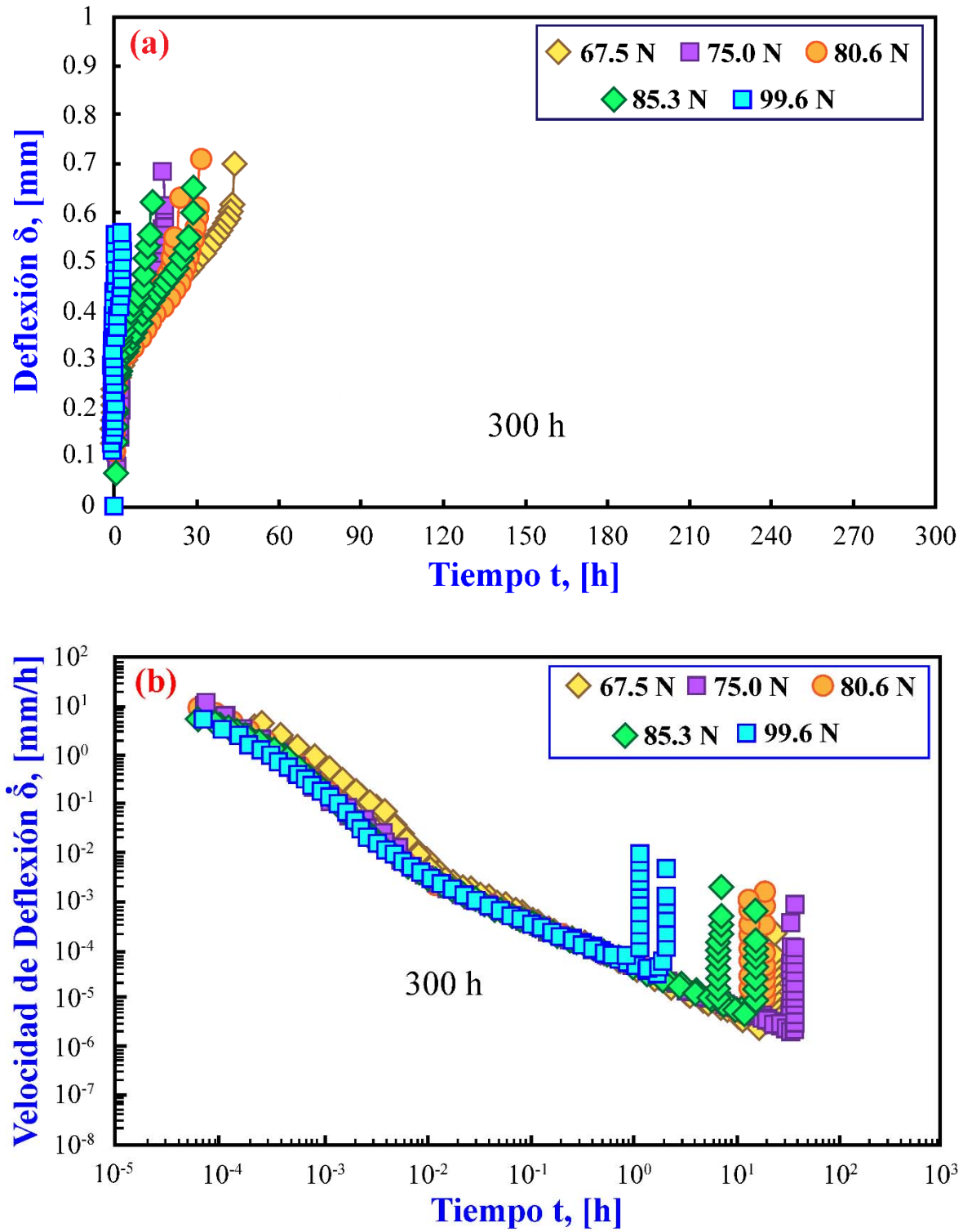


Figura 20. Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) y Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 300 h.



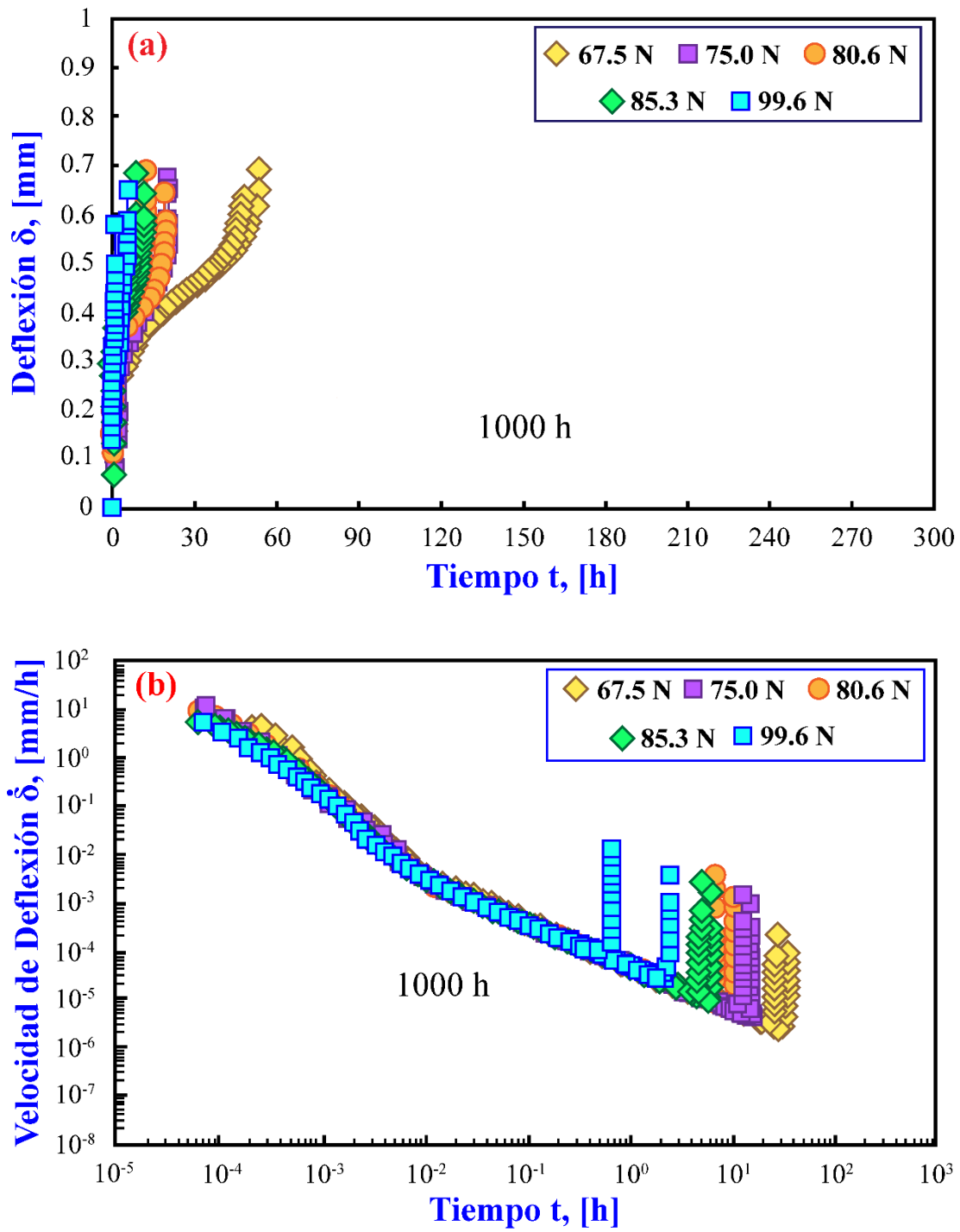


Figura 21. Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ )-Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) para el material envejecido por 1000 h.

### 5.3 Coeficiente $F/\sigma$ experimental para el acero 5Cr-0.5Mo

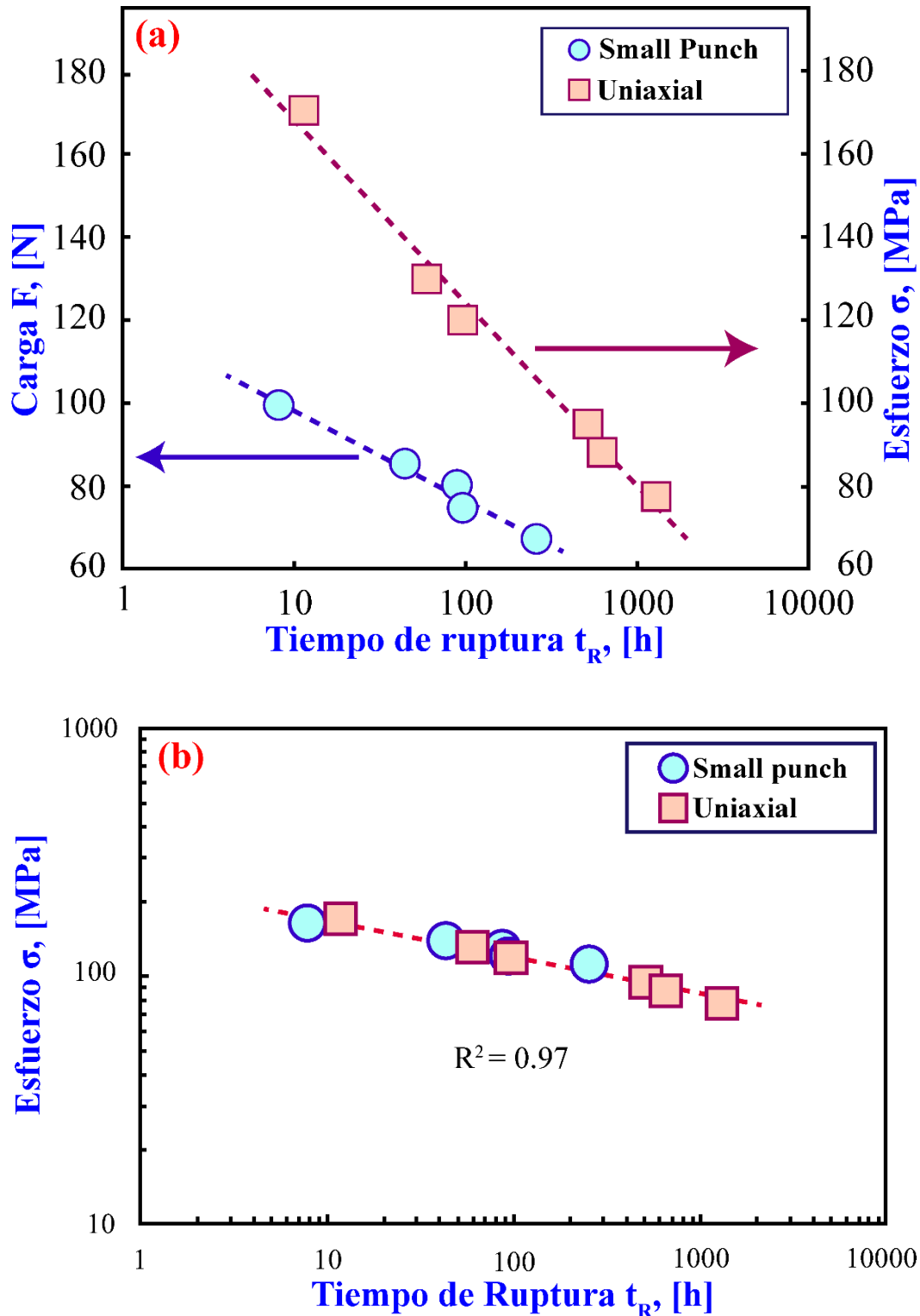
Con los resultados del comportamiento en termofluencia a 600 °C del acero 5Cr-0.5Mo, es posible obtener el coeficiente experimental  $F/\sigma$  para convertir esfuerzos y cargas entre ambas pruebas. Para ello, se realizó la gráfica de doble eje Carga ( $F$ ) Esfuerzo ( $\sigma$ ) – Carga utilizando los valores obtenidos en la condición original, ver Fig. 22 (a). Los resultados de la prueba Small Punch representan el tiempo de ruptura promedio de las pruebas realizadas, dos ensayos por cada carga. Ambos resultados presentan una tendencia lineal. Para obtener el coeficiente  $F/\sigma$  se realizó una correlación lineal entre ambos datos para encontrar el coeficiente de conversión  $\alpha$  que presente el mejor ajuste, ver Fig. 22 (b). El mejor ajuste encontrado sigue la relación presentada en la Ec. 26. El ajuste de esta relación presenta un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de 0.97. El coeficiente de conversión  $\alpha = 0.63$ , difiere de los valores encontrados por otros grupos de investigación, pero para este acero es el mejor <sup>(20)</sup>.

$$F = 0.63\sigma \quad (26)$$

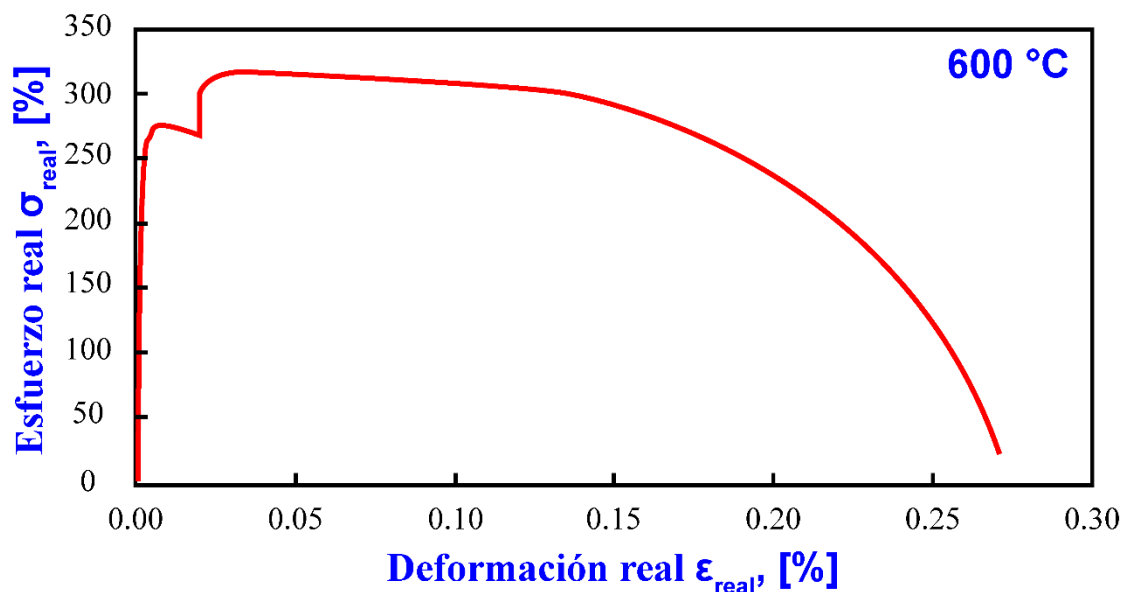
### 5.4 Comportamiento plástico y de deformación a 600 °C del acero 5Cr-0.5Mo

Antes de poder realizar simulaciones por el método de elementos finitos (FEM), fue necesario evaluar el comportamiento plástico que sufre el acero 5Cr-0.5Mo a 600 °C mediante una prueba de tensión a alta temperatura. La geometría para la prueba es igual a la utilizada en las pruebas uniaxiales de termofluencia, ver Fig. 4. A diferencia de las pruebas de termofluencia, en este tipo de prueba se grafica el Esfuerzo ( $\sigma$ ) contra la Deformación ( $\epsilon$ ). A partir de la gráfica se deducen algunos valores de interés para el estudio: Módulo de Young ( $GPa$ ), Tensión a la ruptura ( $MPa$ ) y el Límite Elástico 0.2% ( $MPa$ ).

La Fig. 23 presenta la curva de Esfuerzo real ( $\sigma_{real}$ ) contra Deformación real ( $\epsilon_{real}$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo, ensayado a 600 °C. A manera de resumen, los valores obtenidos mediante la gráfica se presentan en la Tabla 4. Las propiedades mecánicas obtenidas mediante esta gráfica son útiles para la modelación del comportamiento del material a alta temperatura, pero es necesario realizar un análisis más para tener el comportamiento plástico necesario para el método de elementos finitos.



**Figura 22.** Gráfica de (a) doble eje de Carga ( $F$ ) – Esfuerzo ( $\sigma$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo y (b) Esfuerzo ( $\sigma$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) ensayado a 600 °C en el estado original.



**Figura 23.** Gráfica de Esfuerzo Real ( $\sigma_{real}$ ) contra Deformación Real ( $\epsilon_{real}$ ) a 600 °C para el acero 5Cr-0.5Mo.

Como se mencionó en el párrafo anterior, el comportamiento plástico del material necesita un análisis posterior a la obtención de los datos de Esfuerzo-Deformación. Este análisis tiene como propósito considerar la “No-linealidad plástica” del acero 5Cr-0.5Mo. Para ello, es necesario utilizar algunos puntos de la curva presentada en la Fig. 23. El análisis más básico consta solamente de tres puntos: Origen, Límite elástico y Tensión a la ruptura. No hay una regla sobre la cantidad de puntos a elegir para describir el comportamiento plástico del material con calidad, pero por experiencia; los materiales dúctiles tienden a requerir al menos cinco puntos y los materiales frágiles solamente los tres puntos básicos descritos con anterioridad. Los valores se definen a partir de la gráfica de Esfuerzo real ( $\sigma_{real}$ ) y Deformación Real ( $\epsilon_{real}$ ).

**Tabla 4.** Propiedades obtenidas en la prueba de tensión a 600 °C

Módulo de Young E, GPa	Límite Elástico $\sigma_{0.2\%}$ , MPa	Esfuerzo de Ruptura UTS, MPa	Coefficiente de Poisson, $\nu$
152.457	268	307	0.3

La Fig. 24 muestra la curva de Esfuerzo Real ( $\sigma_{real}$ ) contra Deformación Plástica ( $\epsilon_{plástica}$ ) para el acero 5Cr-0.5Mo ensayado a 600 °C. La gráfica es útil para el método de elementos finitos (FEM) ya que permite al programa de análisis estimar; después de cada paso, el error entre la deformación plástica real y la deformación plástica calculada. Con ello, el programa establece una variable que corrige cualquier desviación a lo real. Para el método de elementos finitos (FEM) aplicado a termofluencia, esto permite que el mínimo de velocidad de deflexión calculado sea lo más cercano a la realidad usando todas las cargas del análisis.

Finalmente, en la Tabla 4 se presentó el coeficiente de Poisson como una de las propiedades utilizadas para el análisis. En la práctica este valor se obtiene de pruebas de tensión específicas para obtener su valor. En el caso de esta investigación se concluyó utilizar el valor estándar para todas las aleaciones metálicas porque implicaba realizar varias pruebas adicionales. En un estudio reciente sobre una aleación modificada 9Cr-1Mo, se concluyó que 0.3 era el valor ideal para los aceros ferríticos. <sup>(28)</sup>

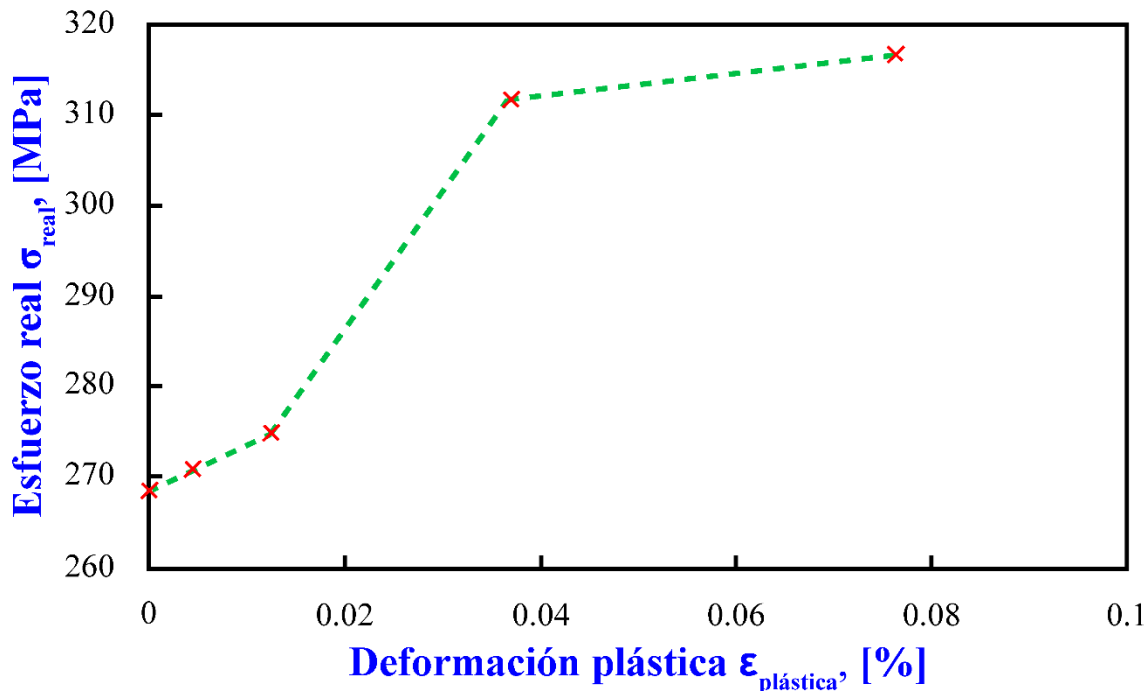


Figura 24. Gráfica de Esfuerzo Real ( $\sigma_{real}$ ) contra Deformación plástica ( $\epsilon_{plástica}$ ) del acero 5Cr-0.5Mo a 600 °C.

## 5.5 Método de Elementos Finitos (FEM) aplicado a termofluencia

El Método de Elementos Finitos (FEM) se utilizó para obtener el coeficiente Carga-Esfuerzo ( $F/\sigma$ ) para el estado original del acero 5Cr-0.5Mo. Además; ajustado el modelo, es posible predecir a cargas bajas el tiempo de ruptura considerando un error de estimación de  $\pm 10\%$ .

### 5.5.1 Gráficas de Termofluencia

La Fig. 25 (a) grafica la Deflexión ( $\delta$ ) contra Tiempo ( $t$ ) en una simulación hecha a 85.3 N. En la misma figura se yuxtapone la curva de termofluencia obtenida para un espécimen ensayado a 85.3 N. Se observa que la simulación por FEM reporta un tiempo de ruptura mayor que el experimental, esto se debe a que la simulación no considera el modo de fractura en la etapa de aceleración hacia la ruptura. La validación de este modelo se lleva a cabo comparando las pendientes de la etapa estacionaria entre los resultados de FEM y los resultados experimentales. Independientemente que el tiempo de ruptura sea distinto, la pendiente es la misma hasta el punto donde se alcanza el mínimo de velocidad de deflexión para ambos casos. Dado que ambas curvas deben tener la misma pendiente en la etapa secundaria, se graficó la Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) contra Tiempo ( $t$ ), ver Fig. 25 (b). Para ambos casos se presenta una similitud cercana en la etapa estacionaria y una Mínima Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) cercana. Para la prueba experimental,  $\dot{\delta}_M = 2.3 \times 10^{-6}$  mm/h y para la simulación por FEM, el valor obtenido fue de  $\dot{\delta}_M = 2.7 \times 10^{-6}$  mm/h. Esta cercanía entre mínimos valida el modelo. Para todas las cargas simuladas, la estimación de  $\dot{\delta}_M$  fue cercana, ver Tabla 5.

**Tabla 5.** Comparación de  $\dot{\delta}_M$  obtenida experimentalmente contra  $\dot{\delta}_M$  obtenida por FEM

Carga, $F$ (N)	Experimental	FEM
	$\dot{\delta}_M$ , (mm/h)	$\dot{\delta}_M$ , (mm/h)
67.5	$3.93 \times 10^{-7}$	$4.15 \times 10^{-7}$
75	$1.04 \times 10^{-6}$	$1.60 \times 10^{-6}$
80.6	$1.99 \times 10^{-6}$	$2.29 \times 10^{-6}$
85.3	$2.30 \times 10^{-6}$	$2.70 \times 10^{-6}$
99.6	$1.30 \times 10^{-5}$	$1.14 \times 10^{-5}$

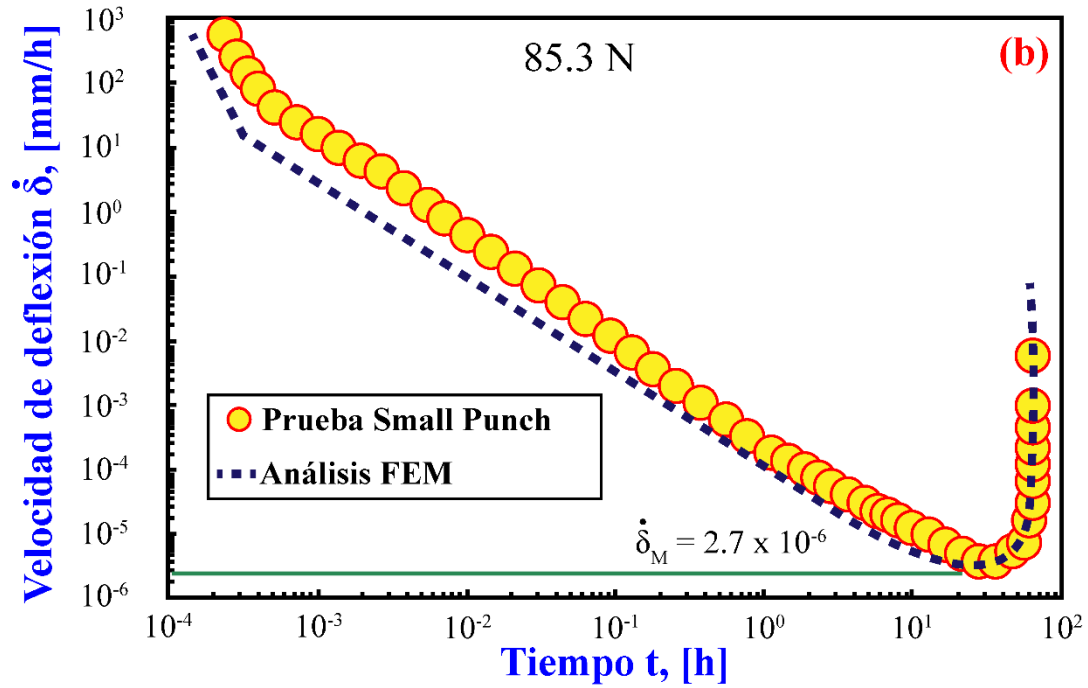
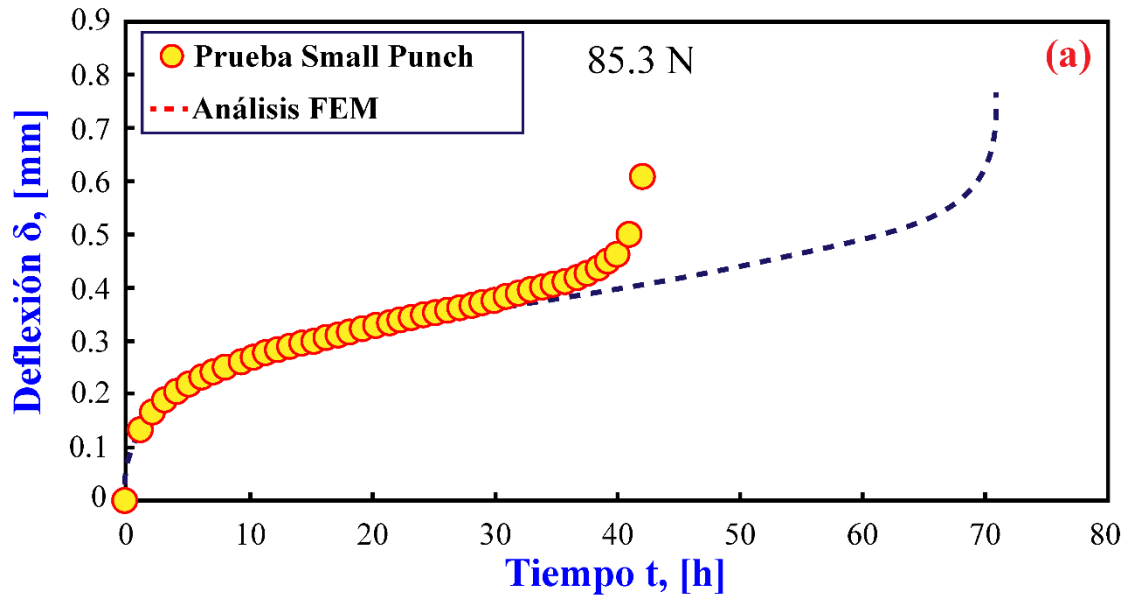


Figura 25. Gráfica de (a) Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) y (b) Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}$ ) – Tiempo ( $t$ ) comparando resultados experimentales y de FEM a 85.3N.

### 5.5.2 Coeficiente $F/\sigma$ calculado por FEM

A partir de los datos obtenidos por el análisis de termofluencia por FEM; se calculó el coeficiente  $F/\sigma$  utilizando el *esfuerzo equivalente en el estado estacionario* ( $\sigma_s$ ). Para obtener  $\sigma_s$  se necesita evaluar el esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) del cuello formado en el espécimen al alcanzar  $\dot{\delta}_M$ . Para ello, primero se evaluó la zona con los más altos esfuerzos equivalentes. Considerando la geometría del espécimen, se analizan varias filas de nodos, desde el centro hasta el final de la geometría, ver Fig. 26 (a). Se graficaron los Esfuerzos equivalentes ( $\sigma_{eq}$ ) de cada fila al alcanzar  $\dot{\delta}_M$  contra la Posición radial ( $R$ ) de los nodos, ver Fig. 26 (b). Los nodos que presentan mayor esfuerzo equivalente son la zona de análisis para obtener  $\sigma_s$ , estos nodos se encuentran a 0.356 mm del centro y en la Fig. 26 (c) se representan con una flecha.

Se analizaron los nodos a lo largo del espesor a 0.356 mm del centro y se graficó el esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Tiempo ( $t$ ) en las simulaciones realizadas desde 67.5-99.6 N, ver Fig. 27. Se aprecia en la gráfica que hasta que termina cada una de las pruebas, se alcanza un esfuerzo equivalente constante. Ese esfuerzo equivalente constante se llama Esfuerzo Equivalente en el Estado Estacionario ( $\sigma_s$ ) y es el esfuerzo utilizado para calcular el coeficiente  $F/\sigma$  por FEM.

El coeficiente  $F/\sigma$  calculado por FEM se obtiene graficando el esfuerzo en el estado estacionario ( $\sigma_s$ ) contra Carga ( $F$ ) de cada análisis, ver Fig. 28. El coeficiente  $F/\sigma$  calculado por FEM es presentado en la Ec. 27. La precisión teórica del coeficiente se basa en qué tan cercano es el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) a 1. Gráficamente esto se observa al interceptar la línea de tendencia al origen y la diagonal debe pasar por dos esquinas de la gráfica. En trabajos de otros autores<sup>(18;20)</sup>, el coeficiente calculado se ha utilizado para determinar las conversiones Carga ( $F$ ) – Esfuerzo ( $\sigma$ ) en aceros modificados con matriz ferrítica, mostrando un buen ajuste contra datos experimentales.

$$F = 0.49\sigma \quad (27)$$



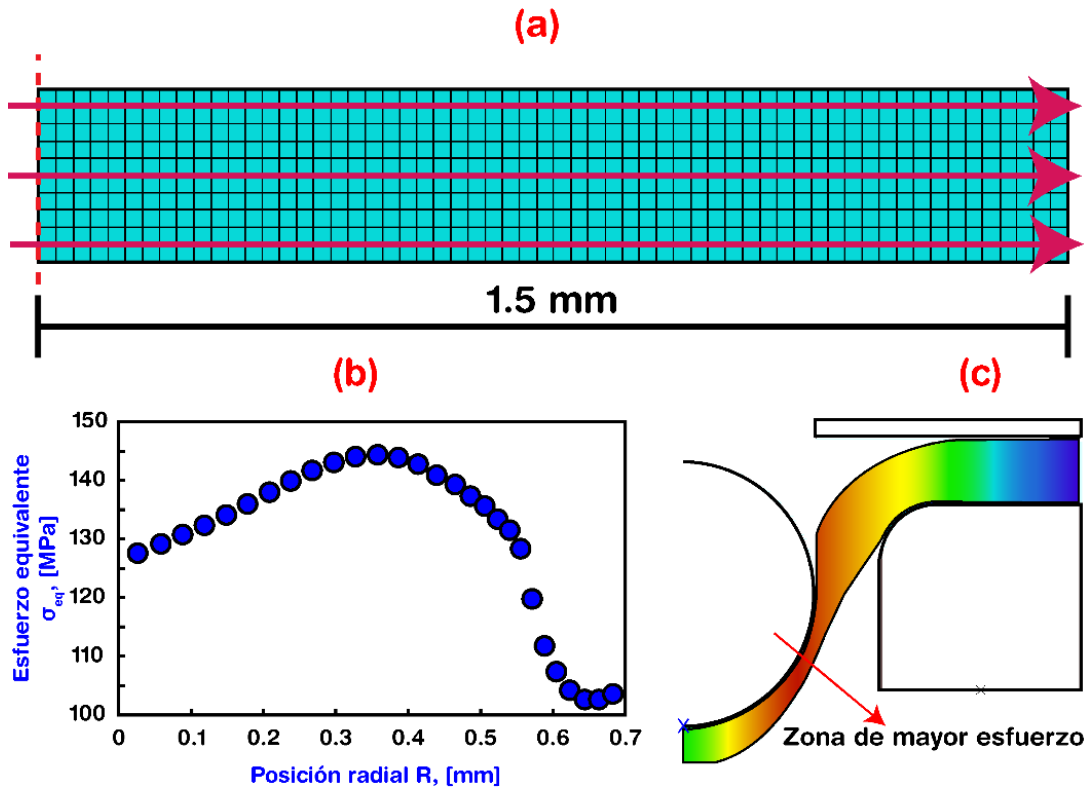


Figura 26. Análisis de esfuerzos equivalentes ( $\sigma_{eq}$ ), (a) filas de nodos analizados en el modelo de simulación y (b) gráfica de esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Posición Radial (R) y (c) Zona de mayor esfuerzo.

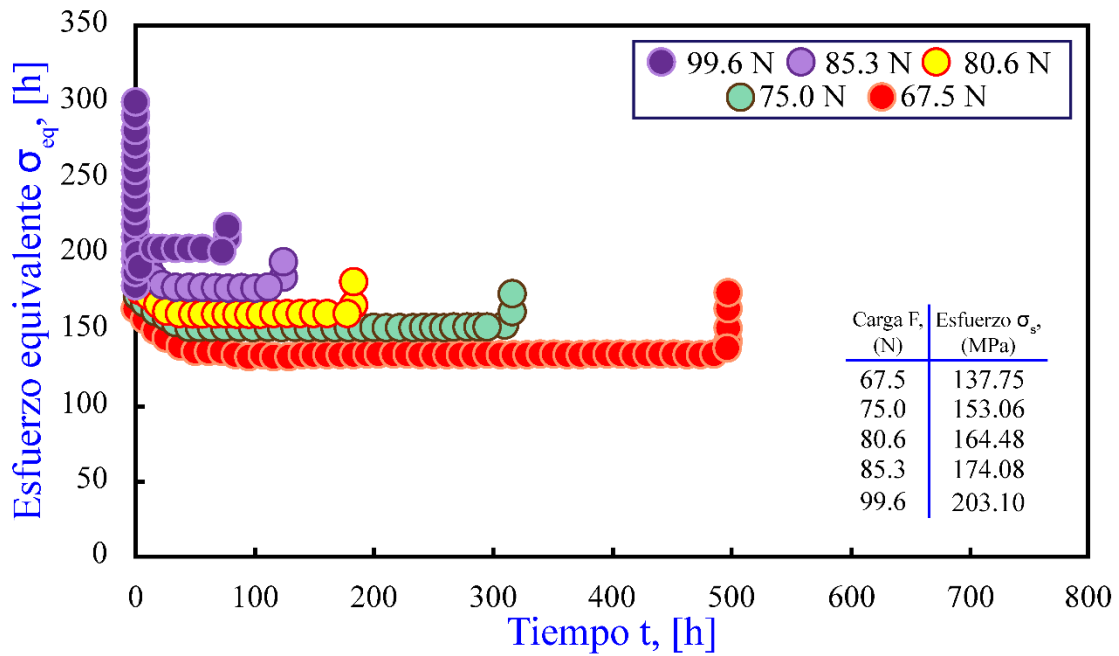


Figura 27. Gráfica de Esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Tiempo (t) obtenida por el análisis FEM.

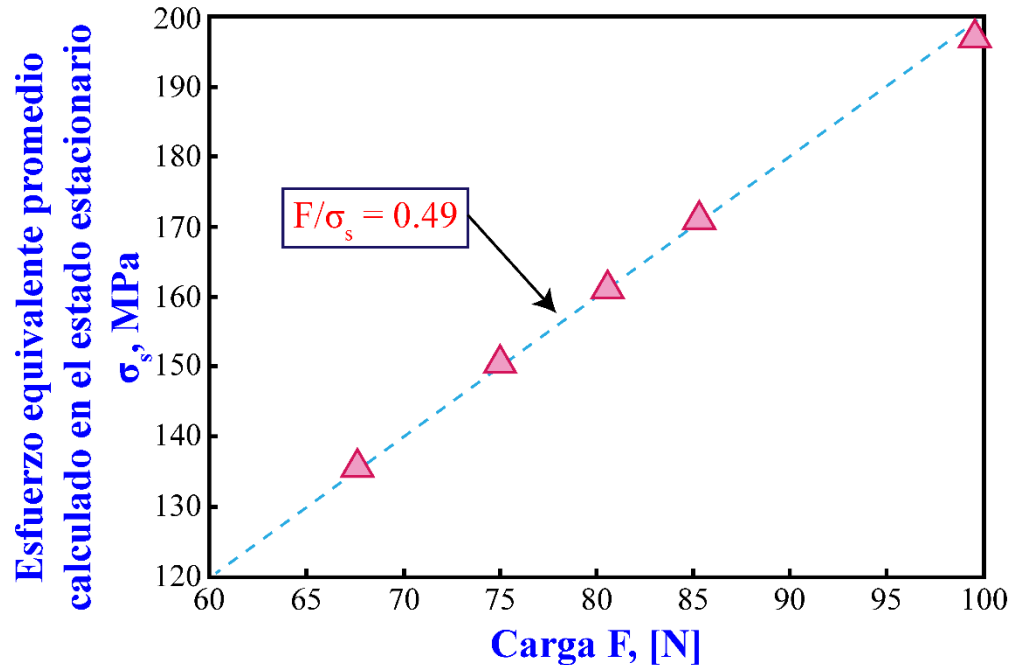


Figura 28. Gráfica de Esfuerzo en el Estado Estacionario ( $\sigma$ ) contra Carga ( $F$ ).

## 5.6 Microestructura y copas del estado original y estados envejecidos

A continuación se presenta la microestructura del acero 5Cr-0.5Mo en el estado original y los estados envejecidos (100, 300 y 1000 h) antes de la prueba. Se presentan las copas obtenidas en las probetas ensayadas por la prueba Small Punch.

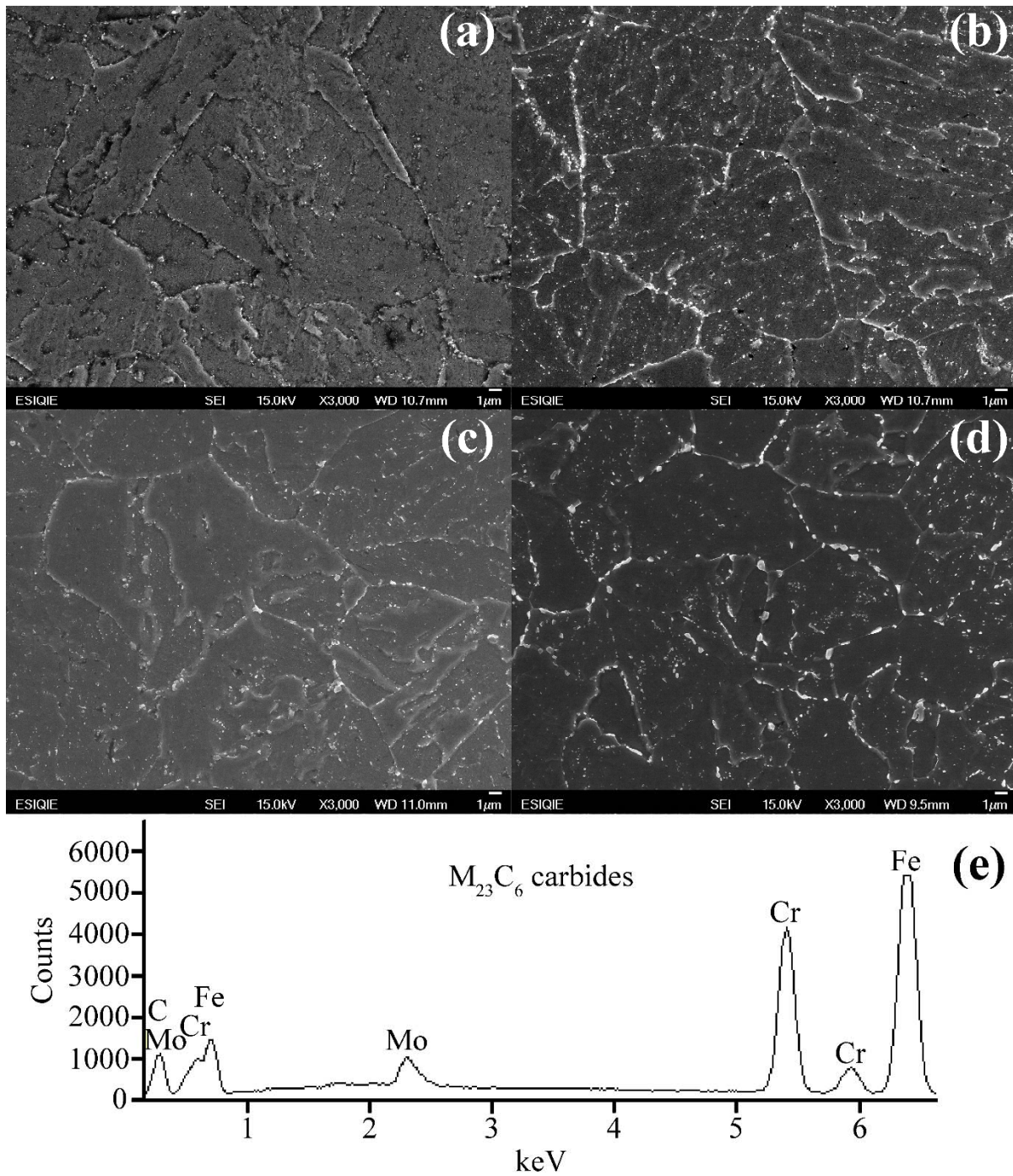
### 5.6.1 Microestructura antes de las pruebas de termofluencia

Las Fig. 29 (a-e) presentan la microestructura de los estados originales y envejecidos a 600 ° C por 100, 300 y 1000 h; utilizando las técnicas de MEB y EDS puntual de los precipitados. El estado original; Fig. 29 (a), presenta una matriz ferrítica con presencia de precipitados distribuidos homogéneamente. Los estados envejecidos por 100 y 300 h, ver Fig. 29 (b-c), tienen una mayor densidad de precipitados en la matriz y en los límites de granos. El engrosamiento ocurre en ambos casos de envejecido, siendo más notorio en el espécimen envejecido por 300 h. En el espécimen envejecido por 1000 h; ver Fig. 29 (d), los precipitados engrosaron más en los límites de grano y la matriz ya casi no presenta precipitación. Finalmente; se analizó por EDS el espectro de los precipitados encontrados en los especímenes de mayor tiempo de envejecido, ver Fig. 29 (e). En el espectro se observó que los precipitados son ricos en Cr y Mo. La presencia de estos elementos sugiere que los

precipitados son de la forma  $M_{23}C_6$ , lo cual concuerda con lo reportado en la literatura del acero 5Cr-0.5Mo en condiciones de termofluencia y envejecido hasta 400 h <sup>(1)</sup>. Lo anterior se comprobó utilizando el software de Thermo-calc, el cual indica que existen solamente dos fases en el material: Matriz ferrítica y carburos de la forma  $M_{23}C_6$ . Donde los carburos son ricos en Cr y Mo, ver Fig. 30.

### 5.6.2 Copas de especímenes ensayados por la prueba Small Punch

La Fig. 31 presenta un resumen de la morfología de los especímenes ensayados por la prueba Small Punch. Después de ensayados, los especímenes toman la forma de una copa, ver Fig. 31 (1a). Esta deformación se da por la carga que embute en el dado de prueba el espécimen ensayado hasta que este fracture. Todos los especímenes conservan la forma de copa y la fractura ocurrió circunferencialmente sin mostrar una superficie de fractura libre de óxido. La oxidación en la superficie de fractura es normal debido a la reducción de la pasividad en la matriz, a la geometría utilizada y al vacío en la cámara. A altas temperaturas se espera que el Cr difunda a zonas sobresaturadas de C para formar precipitados. Esta redistribución del Cr empobrece la matriz de ese elemento y reduce su pasividad ante la oxidación. Además, el área de fractura es muy pequeña; con un espesor aproximado de 0.0169 mm para especímenes ensayados hasta 67.5 N. Por otro lado, el vacío en la cámara es del tipo *bajo vacío*, lo cual se espera que al menos exista un poco de oxígeno atrapado en la cámara. Por lo anterior, el material es muy susceptible a formar oxidación y que la capa formada sea más gruesa que el espesor mismo en ciertos casos. Algunos de los especímenes conservaron su copa; ver Fig. 31 (3d), esto es un indicio de que la fractura se propaga a partir de la zona con mayor contacto entre el balón y el espécimen. Si un espécimen es preparado cuidando la planicidad al llegar al espesor deseado, el agujero de salida del balón se encontrará centrado y existe la probabilidad de no conservar la copa. Pero en la práctica, no es fácil cuidar la planicidad en el espécimen, por lo que una pequeña diferencia de espesor facilitará que el balón no deforme directamente sobre el eje Z. Estas pequeñas diferencias del espesor facilitan que el agujero de salida presente un ligero desplazamiento desde el centro del espécimen, ver Fig. 31 (1b). Esta condición promueve que exista una zona de contacto mayor y el esfuerzo equivalente sea mayor ahí, facilitando la fractura en un sólo lado de la circunferencia. Hasta la fecha no existe información alguna sobre el efecto de esta diferencia de planicidad sobre la resistencia a la ruptura en el espécimen.



**Figura 29.** Microestructura del (a) Estado Original y estados envejecidos por (b) 100, (c) 300, (d) 1000 h, y (e) Espectro EDS de precipitados.

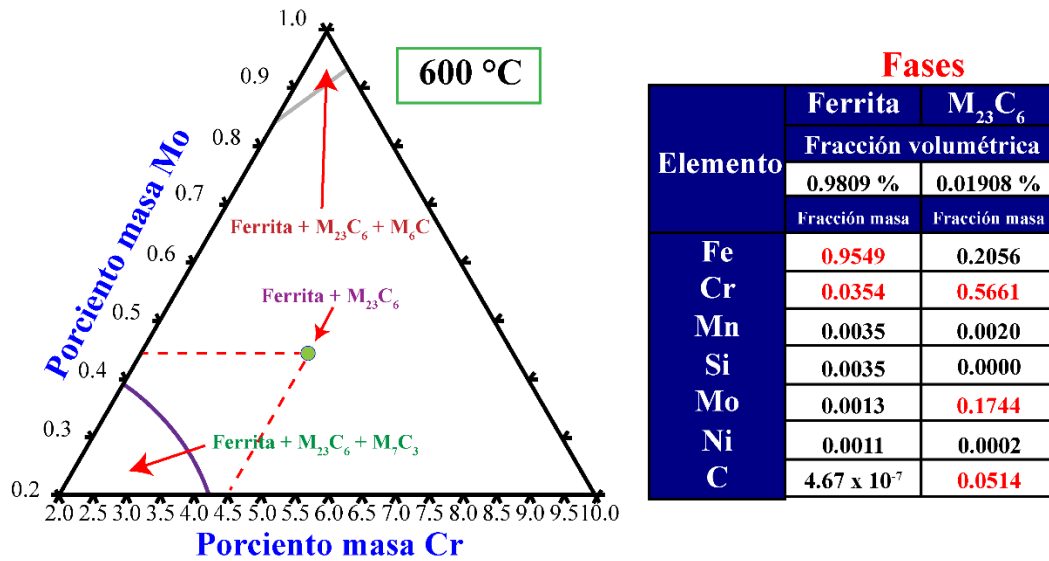


Figura 30. Resultados de las fases presentes en el acero 5Cr-0.5Mo a 600 °C.

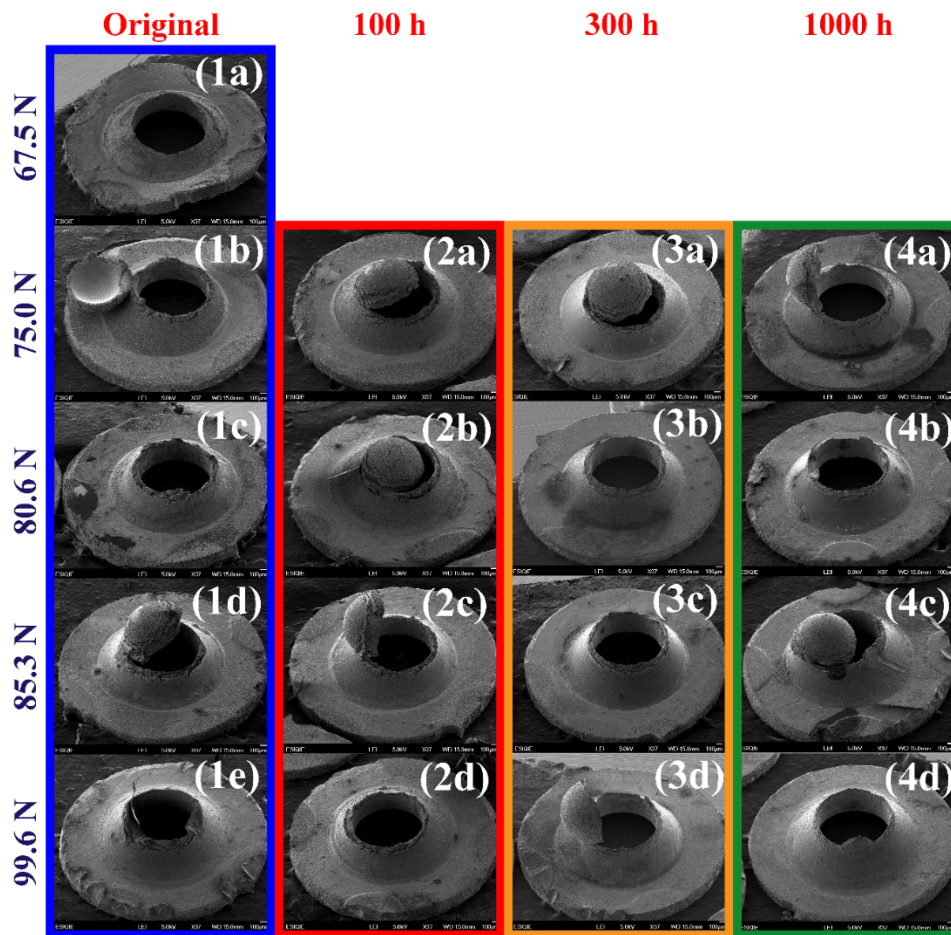
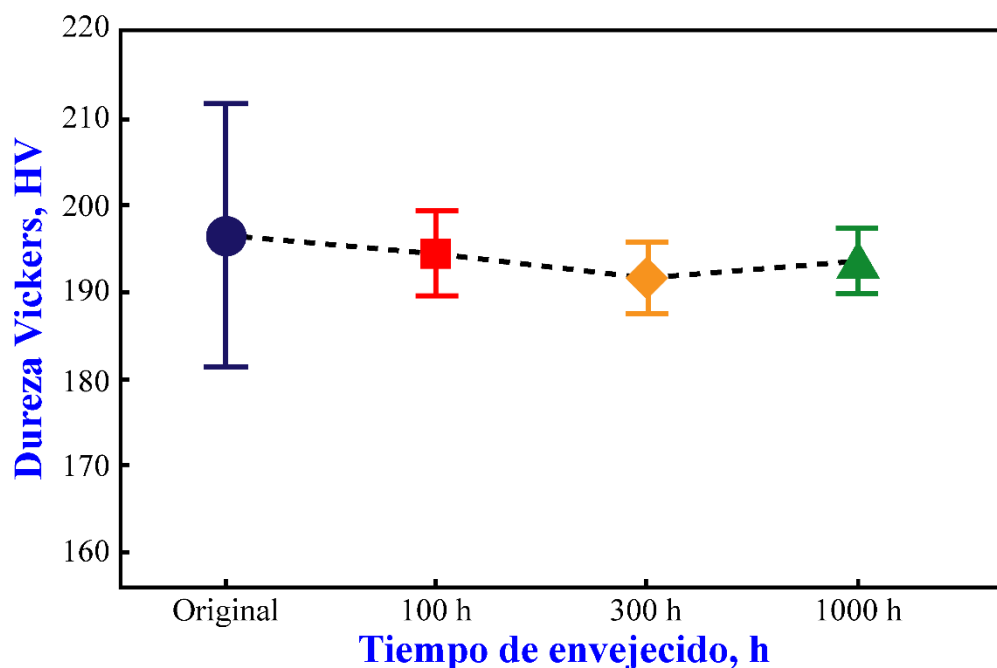


Figura 31. Copas de los especímenes ensayados por la prueba Small Punch en el estado (a) original y estados envejecidos por (b) 100, (c) 300 y (d) 1000 h.

## 5.7 Pruebas de dureza Vickers

Se realizaron pruebas de dureza Vickers ( $HV$ ) en los estados envejecidos con el objetivo de conocer la dureza general del material y el efecto del envejecido sobre ella, ver Fig. 32. La dureza en el estado original es de 196.6 HV, lo cual concuerda con la dureza reportada para el acero 5Cr-0.5Mo por otro autor <sup>(1)</sup>. Al aumentar el envejecido, la dureza se reduce ligeramente: 194.6 HV a 100 h, 191.7 HV a 300 h y 193.6 HV. No existe una diferencia significativa en la dureza del material con el envejecido hasta 1000 h, pero es probable que aumentando el tiempo de envejecido, el engrosamiento de los precipitados reduzca significativamente la dureza del material. Se observa en la Fig. 32 que las barras de dispersión son más grandes en el estado original y reducen su tamaño al aumentar el tiempo de envejecido. Es posible que esto se deba a que los precipitados tienden a un radio promedio conforme cambian por el tiempo de envejecido.



**Figura 32.** Gráfica de dureza Vickers del acero 5Cr-.0.5Mo en el estado original y sus estados envejecidos.

## VI. Análisis de resultados

En esta sección se analizan los resultados obtenidos dentro de este trabajo de investigación; la relación entre la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial y el efecto del envejecido sobre las propiedades de termofluencia.

### 6.1 Relación entre la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial

La comparación entre la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial se debe realizar obteniendo una equivalencia entre el Esfuerzo ( $\sigma$ ) y la Carga ( $F$ ). Esta equivalencia es el coeficiente  $F/\sigma$  o constante de conversión  $\alpha$ . Otra forma de relacionar ambas pruebas es utilizando la relación Monkman-Grant comparando el tiempo de ruptura y los mínimos de velocidad de ensayos hechos por la prueba Uniaxial y la prueba Small Punch.

#### 6.1.1 Coeficientes $F/\sigma$ del acero 5Cr-0.5Mo

En el capítulo anterior se presentaron los dos coeficientes  $F/\sigma$  obtenidos en esta investigación: calculado y experimental por FEM. El coeficiente calculado mostró una buena similitud comparado con los coeficientes obtenidos en materiales similares; utilizando la geometría de  $\phi 3.00$  mm <sup>(20)</sup>. El coeficiente experimental tuvo el mejor ajuste pero este es muy distinto a los coeficientes reportados en trabajos que utilizan el mismo tamaño de espécimen <sup>(12)</sup>. Las diferencias del ajuste se presentan en las gráficas de Esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) y Esfuerzo equivalente en el estado estacionario ( $\sigma_s$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ), Fig. 33 (a-b). La Fig. 33 (a) muestra el coeficiente experimental  $F/\sigma$  con un coeficiente de determinación  $R^2$  igual a 0.98 y el coeficiente  $F/\sigma$  calculado mostró un ajuste  $R^2$  igual a 0.88, ver Fig. 33 (b). Si se utiliza el coeficiente calculado por FEM para convertir Esfuerzos ( $\sigma$ ) hacia Cargas ( $F$ ), la carga convertida sería muy baja y los tiempos de ruptura esperados serían muy largos en pruebas de Small Punch. Satisfactoriamente, el coeficiente experimental ha probado ser útil para el cálculo de Esfuerzos/Cargas para este acero. La diferencia entre el valor del coeficiente  $F/\sigma$  experimental reportado por este trabajo y los coeficientes reportados por otros autores debe ser estudiado con mayor profundidad. El Prof. Komazaki; en su artículo titulado “*Relationship between SP creep properties and uniaxial creep properties of high chromium martensitic steels*” <sup>(28)</sup>, establece que el coeficiente de conversión está ligado a la ductilidad del material y se esperan altos valores para materiales muy dúctiles. El valor del coeficiente  $F/\sigma$  experimental también se asocia con

la dureza HV que presenta el material antes del ensayo, ver Fig. 6. Con base en lo dicho por el Prof. Komazaki en su artículo “*Degradation/Damage measurement and life assessment of high-temperature components V*”, materiales con durezas entre 100-250 HV muestran un coeficiente  $F/\sigma$  igual a 2.4.

Los materiales dentro de ese intervalo son aleaciones ferríticas convencionales o aleaciones ferríticas modificadas. Para materiales con mayor dureza HV; como superaleaciones Inconel o aleaciones usadas en rotores de turbinas, se espera que el coeficiente disminuya proporcionalmente al incrementar la dureza.

El coeficiente de 2.4 obtenido para materiales entre 100-250 HV es aplicable al acero 5Cr-0.5Mo ya que su dureza en el estado original es de 196 HV, considerando el efecto de la geometría sobre el coeficiente. Esto es, en la práctica se considera que la geometría de disco de TEM de  $\phi 8.00$  tiene un coeficiente cinco veces mayor que el coeficiente de un disco de TEM de  $\phi 3.00$ . La razón de que ocurra ello es la relación del área de contacto del balín y el área total del espécimen. Un coeficiente de 2.4 en geometrías de  $\phi 8.00$  es equivalente a un coeficiente de 0.47 para especímenes de  $\phi 3.00$ .

Con lo anterior se espera que para el acero 5Cr-0.5Mo ensayado por Small Punch con una geometría de  $\phi 3.00$ , el coeficiente sea cercano a 0.47. Pero el coeficiente experimental difiere de lo esperado en este trabajo. Con base en las propiedades de elongación de la aleación KA-STBA 29 y la aleación 8Cr-2W-VTa, estos materiales presentan una menor elongación que el acero 5Cr-0.5Mo<sup>(29; 30)</sup>. Esta diferencia en las propiedades de elongación explica que al ser más dúctil el acero 5Cr-0.5Mo, su coeficiente experimental sea de 0.63 y no aplica la regla de dureza.



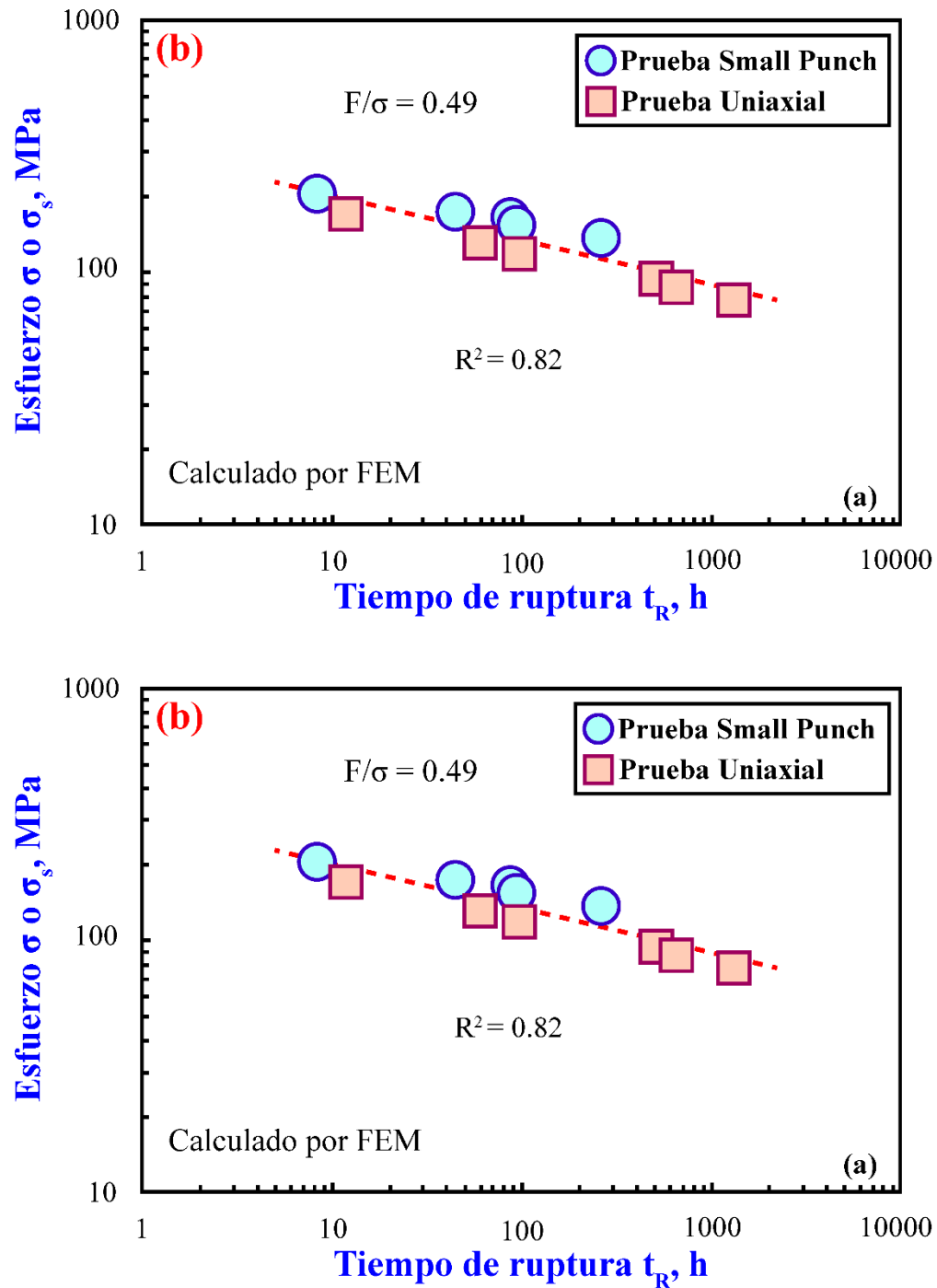


Figura 33. Gráfica de (a) Esfuerzo equivalente ( $\sigma_{eq}$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) y (b) Esfuerzo ( $\sigma$  o  $\sigma_s$ ) contra Tiempo de Ruptura ( $t_R$ ).

### 6.1.2 Ecuación Monkman-Grant del acero 5Cr-0.5Mo

En la práctica, es posible estimar el tiempo de ruptura a partir de los mínimos de velocidad usando una solución al sistema de ecuaciones lineales entre la ecuación de Monkman-Grant obtenida por la prueba Small Punch y la ecuación de la prueba Uniaxial; ambas en el estado original del acero. Para ello, se realizó una gráfica de doble logaritmo y doble eje del tiempo de ruptura ( $t_R$ ) contra la velocidad mínima de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) y la velocidad mínima de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ); ver Fig. 34 (a). Como se mencionó con anterioridad, el Prof. Dobes y el Prof. Milicka, en su artículo “*On the Monkman-Grant relation for small punch test data*”<sup>(17)</sup>, obtiene una solución al sistema lineal, ver Ec. 20. Pero la simplificación que ellos presentan omiten los exponentes ( $m_s/m_c$ ). Por ello, para resolver el sistema lineal que se obtuvo con los datos experimentales de este trabajo; Ec. 28-29, se utilizará la Ec. 21 propuesta por esta tesis. Las Ec. 28 y Ec. 29 muestran las relaciones lineales obtenidas para los datos de la prueba Small Punch y la prueba Uniaxial, respectivamente.

$$t_R + 0.988\dot{\delta}_M = -3.9018 \quad (28)$$

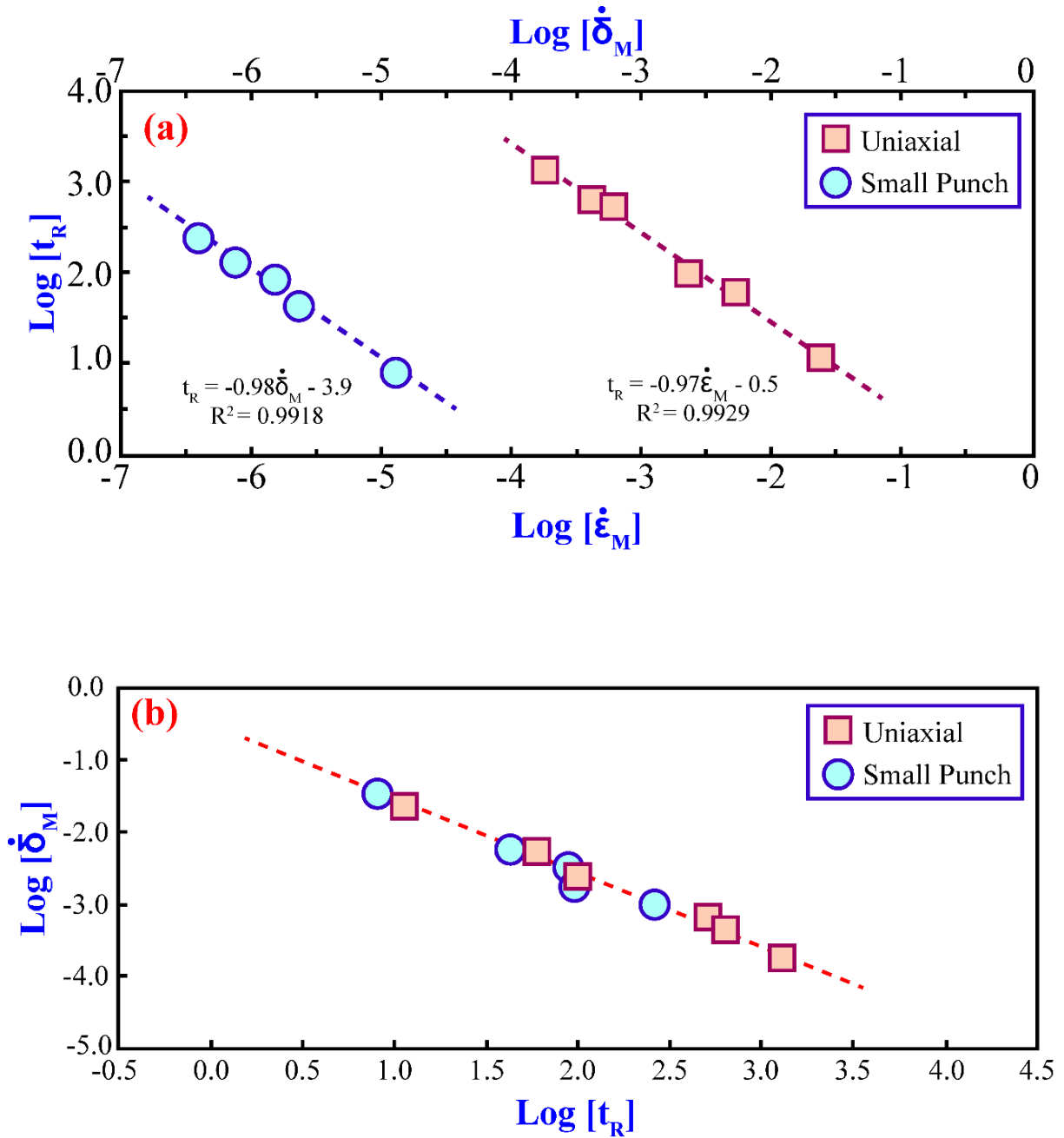
$$t_R + 0.9888\dot{\epsilon}_M = -0.5017 \quad (29)$$

La solución del sistema lineal se presenta en la Ec. 30.

$$\dot{\epsilon}_M = 3035.85\dot{\delta}_M^{1.0127} \quad (30)$$

Las ecuaciones de Monkman-Grant para cada prueba deben de tener un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) cercano a 1, para ser utilizadas en el cálculo de la ecuación de conversión entre mínimos. Si se cumple esta condición; el cálculo de tiempos de ruptura esperados presentará una desviación no mayor al 0.001%<sup>(23)</sup>. En este trabajo se comprobó ello al calcular los tiempos de ruptura esperados en unas pruebas Uniaxiales realizadas a 120, 130 y 170 MPa.

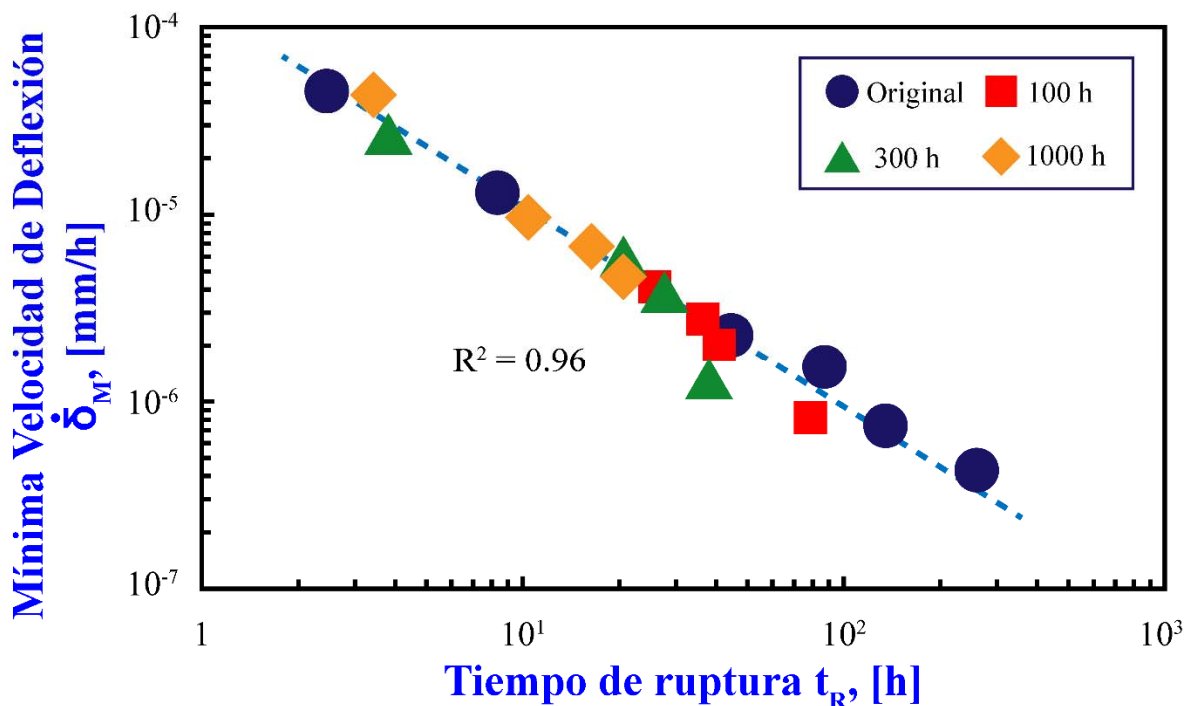
Para validar el ajuste que se obtuvo con la Ec. (30), la Fig. 34 (b) muestra los datos de la prueba Uniaxial convertidos en Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) y se comparan con los datos obtenidos por la prueba Small Punch. Se observa en la gráfica que ambos datos comparten la misma línea de tendencia, lo cual asegura que las conversiones que se hagan para estimar tiempos de ruptura esperados, serán cercanas a la realidad.



**Figura 34.** Gráfica de (a) Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) - Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ )/Mínima velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}_M$ ) y (b) Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) - Tiempo de ruptura ( $t_R$ ).

### 6.1.3 Validación de resultados experimentales de la prueba Small Punch

Para validar los resultados de termofluencia obtenidos por la prueba Small Punch para todas las condiciones, es práctica común utilizar la gráfica de la relación de Monkman-Grant, ver Fig. 35. Con base en la literatura <sup>(7; 17; 24; 23)</sup>, el comportamiento de toda aleación metálica que sea analizada por este tipo de gráfica debe de tener una línea única con un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) cercano a 1. La Fig. 35 muestra que independientemente de la condición, todos los datos siguen una tendencia lineal con  $R^2 = 0.96$ . Esto indica que los datos obtenidos dentro de esta investigación realmente corresponden al mismo material. En cuanto a la diferencia entre estados, el estado original muestra un intervalo de  $10^{-4}$  a  $10^{-7}$  para su mínima velocidad de deflexión. Para los estados envejecidos, este intervalo es más corto y más cercano a mínimas velocidades de deflexión mayores conforme el tiempo de envejecido aumenta. Para el estado envejecido por 1000 h, su intervalo fue de  $10^{-4}$  a  $10^{-6}$ . Cualquier condición de envejecido ensayada por la prueba de Small Punch con la misma geometría y condiciones para el acero 5Cr-0.5Mo, seguirá encontrándose en la línea única presentada en la Fig. 35.



**Figura 35.** Gráfica de Mínima Velocidad de Deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para el estado original y estados envejecidos del acero 5Cr-0.5Mo.

## 6.2 Efecto del envejecido sobre las propiedades de termofluencia

El acero 5Cr-0.5Mo se envejeció a 600 °C por tiempos de envejecido de 100, 300 y 1000 h. En esta sección se aborda el efecto del envejecido sobre la resistencia a la ruptura del material y sobre la ductilidad del material.

### 6.2.1 Reducción de la resistencia a la ruptura

El primer efecto del envejecido que se observa sobre las propiedades de termofluencia del acero 5Cr-0.5Mo es la reducción de la resistencia a la ruptura, ver Fig. 36. La gráfica de Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) muestra las curvas de termofluencia obtenidas en especímenes ensayados a 67.5 N. Se aprecia en la gráfica que desde el estado original hasta 1000 h de envejecido, el tiempo de ruptura se reduce conforme aumenta el tiempo de envejecido. Lo anterior sucede porque el envejecido del material favorece la reducción de la segunda etapa, permitiendo que se alcance la mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) en menor tiempo y el material fracture más fácilmente. La reducción de la resistencia a la ruptura se observa más drásticamente en los especímenes envejecidos por 1000 h. También se observa en la gráfica que la deflexión instantánea ( $\delta_i$ ) aumenta conforme el tiempo de envejecido incrementa. Esto es, la deflexión instantánea en el estado original fue de 0.08 mm y a 1000 h de envejecido la deflexión instantánea fue de 0.18 mm. Esto es un indicio de que el material presenta más ductilidad debido al envejecido. En un panorama más general, la Fig. 37 presenta la gráfica de Carga ( $F$ ) contra Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) de todas las condiciones ensayadas a las distintas cargas usadas en este trabajo. Se observa que para todos los casos, al aumentar el tiempo de envejecido, el tiempo de ruptura se reduce. Otro hecho a resaltar es que las pendientes de cada condición son similares entre sí, solamente la pendiente de la condición a 1000 h es distinta. La pendiente se representa por el exponente  $n$  de la relación mostrada en la Ec. 31.

$$F = At_R^n \quad (31)$$

Los valores para  $n$  que se encuentran entre -0.090 y -0.110 definen la resistencia a la ruptura del acero 5Cr-0.5Mo. La condición envejecida por 1000 h, presentó una variación del exponente, esto cambió su comportamiento de ruptura con respecto a las demás condiciones, acelerando la ruptura de los especímenes de prueba.

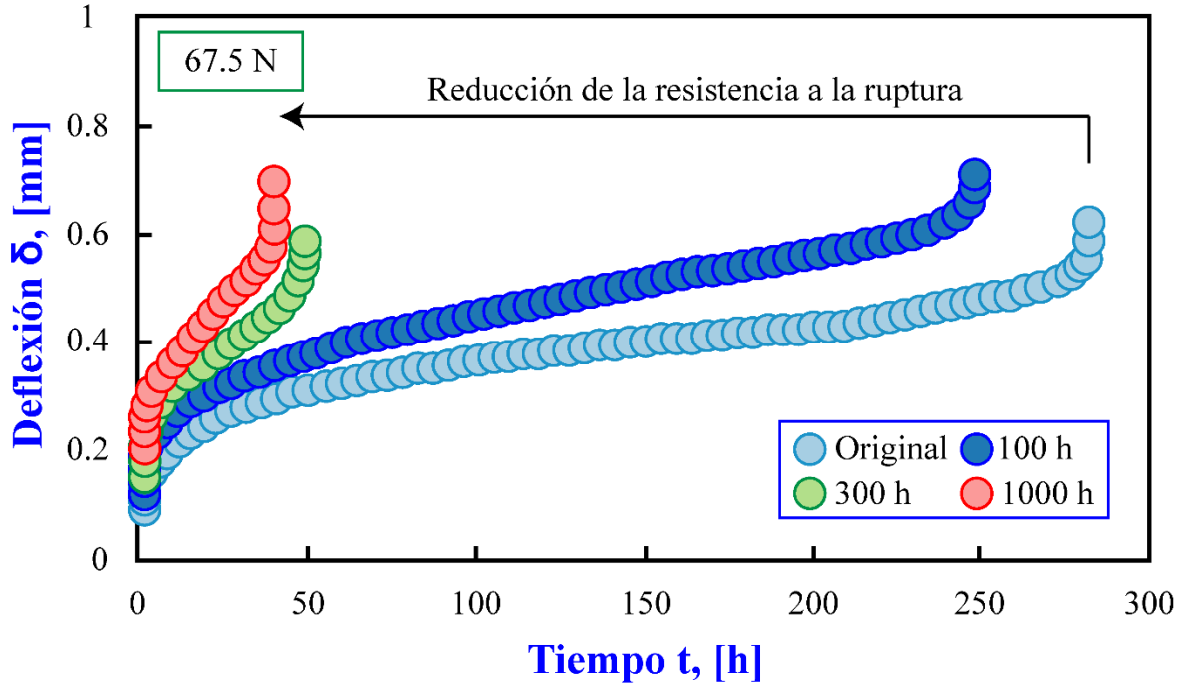


Figura 36. Gráfica de Deflexión ( $\delta$ ) – Tiempo ( $t$ ) para pruebas realizadas a 67.5 N en todas las condiciones de envejecido por la prueba Small Punch.

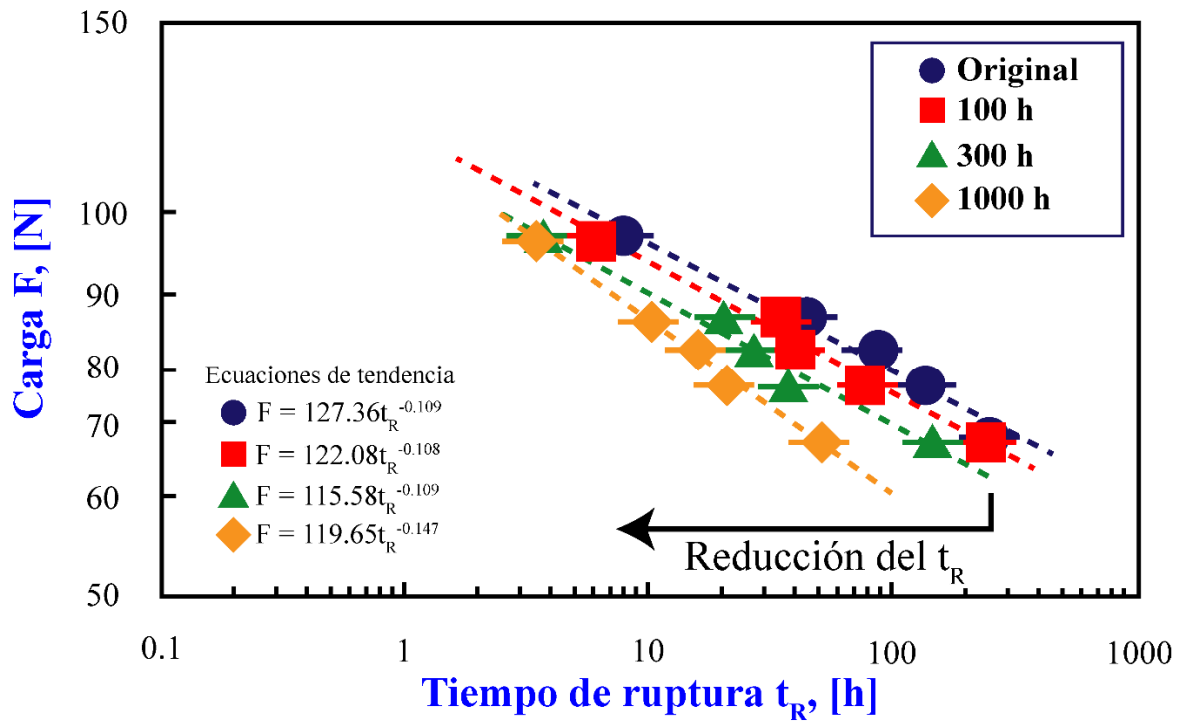


Figura 37. Gráfica de Carga ( $F$ ) – Tiempo de ruptura ( $t_R$ ) para el estado original y todos los estados envejecidos.

### 6.2.2 Ley de Norton-Bailey y su relación con la deformación del material

La Ley de Norton-Bailey, ver Ec. 22, comúnmente se utiliza para determinar el comportamiento y el mecanismo de deformación de los materiales. La termofluencia es un proceso activado térmicamente que sigue una expresión tipo Arrhenius. En esta expresión,  $Q$  es la energía de activación que controla el mecanismo de deformación. El exponente  $n$  es la simplificación de  $(-Q/RT)$  para esa relación. La Fig. 38 muestra la gráfica de Velocidad mínima de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) contra Carga ( $F$ ). Para cada condición de envejecido se obtuvo el exponente  $n$  de la ley de Norton-Bailey. Para el estado original,  $n$  es igual a 8.6 y el exponente  $n$  para la condición envejecida por 1000 h es igual a 8.1. El mecanismo de deformación del acero 5Cr-0.5Mo se determinó a partir de tablas para aceros ferríticos, un resumen de ello se encuentra en la Tabla 6. Con base en la literatura, el mecanismo de deformación que gobierna el proceso de termofluencia a 600 °C, del acero 5Cr-0.5Mo es la *Deformación de la Matriz*. Este mecanismo es asociado a un proceso controlado por una *deformación transgranular*.

**Tabla 6.** Mecanismos de deformación en aceros ferríticos <sup>(25)</sup>

Mecanismo de deformación	Valor $n$
Deslizamiento del límite de grano	2 - 6
Deformación de la matriz	8 - 12

Las Fig. 39 (a-b) muestran la sección transversal de dos copas ensayadas a 75 N, en el estado original y el estado envejecido por 100 h. El espécimen fracturado muestra una forma de punta característica de la prueba Small Punch. La larga deformación observada en ambas puntas se debe al proceso de deformación en termofluencia que se asocia a un modo de fractura dúctil. La matriz ferrítica del material se observa alargada como resultado de la deformación plástica. Además, se observa una mayor reducción del espesor final del espécimen envejecido por 1000 h. La reducción del tiempo de ruptura del material y el incremento de la deformación final del espesor se asocia con la presencia de precipitados. La Fig. 40 muestra la gráfica de Número de densidad y Radio promedio ( $r_{m2}$ ) contra tiempo de envejecido ( $t$ ). El número de densidad se reduce conforme el tiempo de envejecido incrementa. Mientras, el radio promedio de los precipitados incrementa con el tiempo de envejecido. Estos cambios son responsables de la reducción de la resistencia a la ruptura en el acero 5Cr-0.5Mo al aumentar el tiempo de envejecido. La deformación plástica del material ocurre más fácilmente por el bajo número de precipitados.

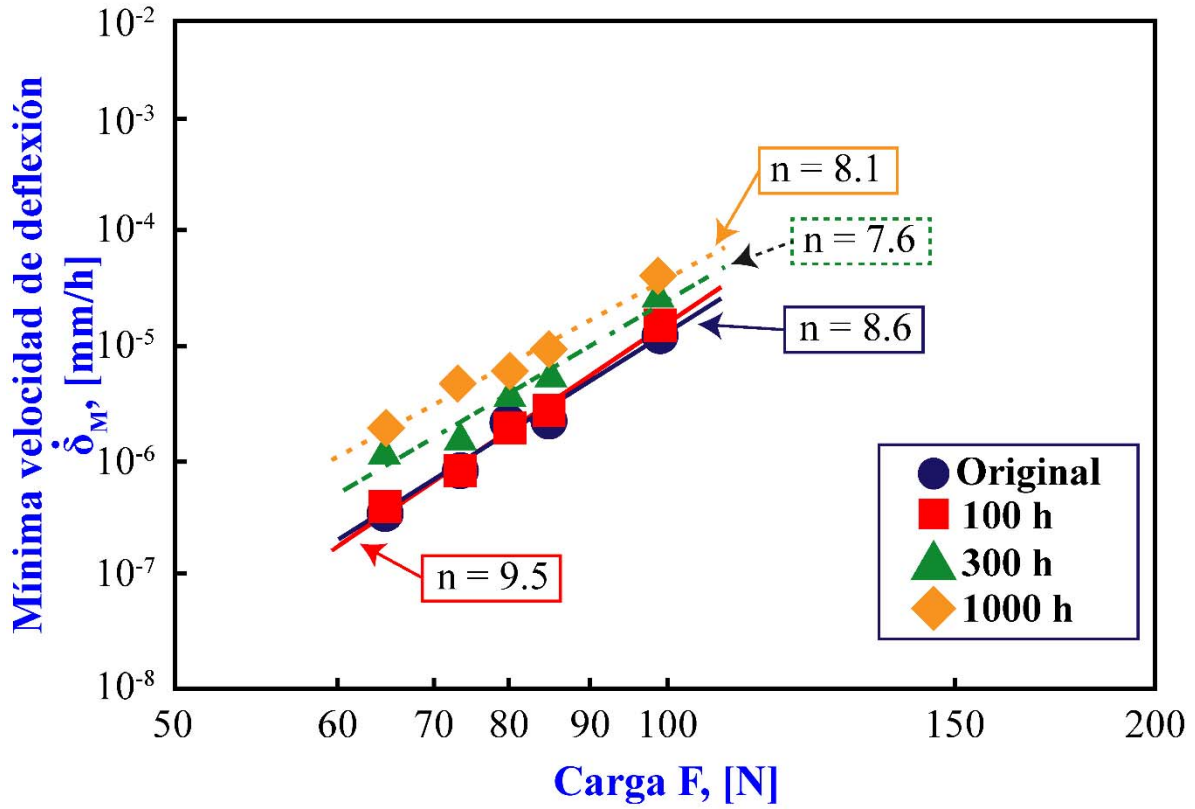


Figura 38. Gráfica de Mínima velocidad de deflexión ( $\dot{\delta}_M$ ) – Carga ( $F$ ) para el estado original y todas las condiciones de envejecido en el acero 5Cr-0.5Mo.

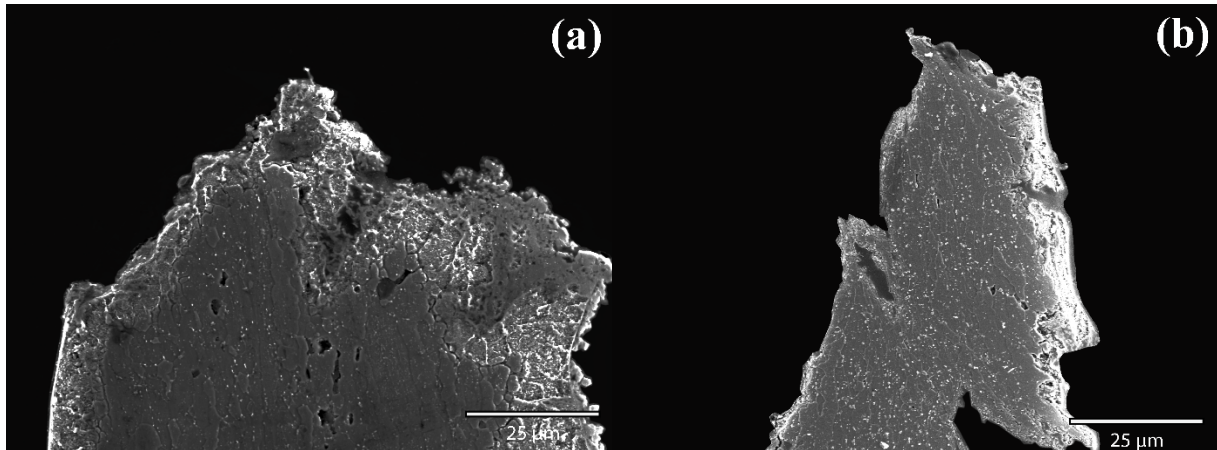


Figura 39. Puntas de especímenes ensayados a 75 N por la prueba Small Punch, (a) Estado Original y (b) 1000 h de envejecido.



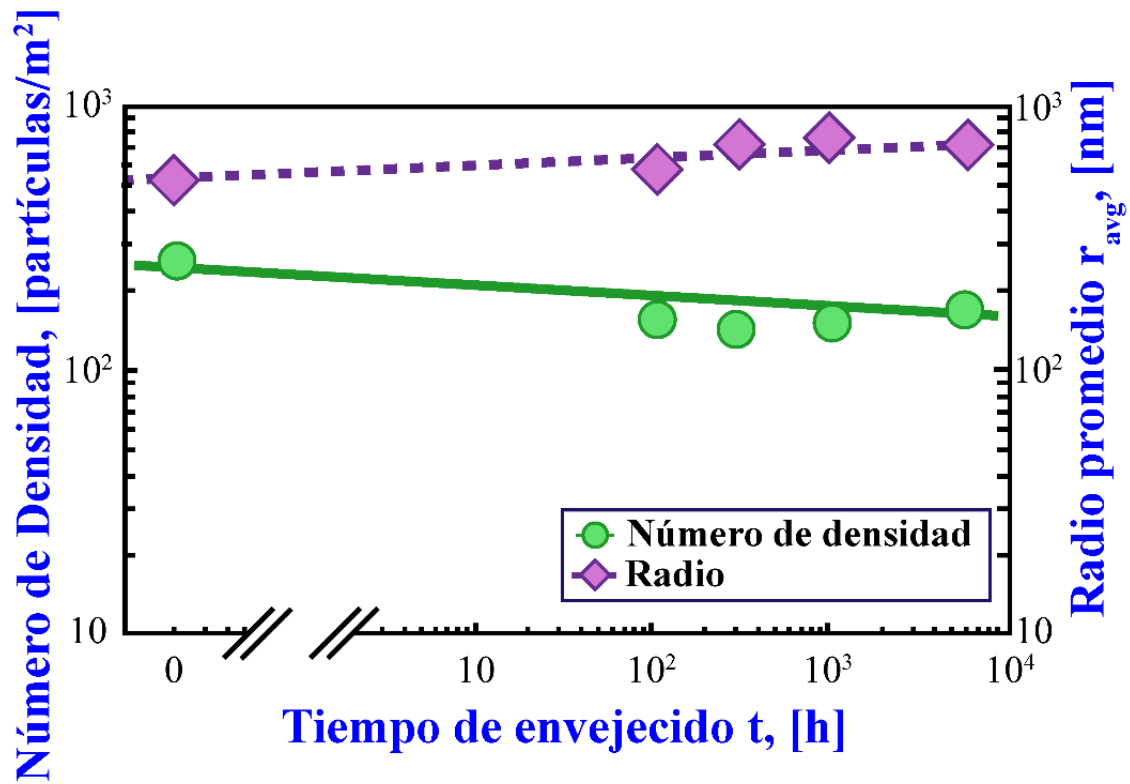


Figura 40. Gráfica de Número de densidad y Radio promedio ( $r_{avg}$ ) contra Tiempo de envejecido ( $t$ ).

## Conclusiones

En este estudio se realizó el análisis experimental y numérico de las propiedades de termofluencia del acero A387 Gr5 C2 (5Cr-0.5Mo) a 600 °C mediante la prueba de Small Punch. El análisis contempló el estado original y estados envejecidos a 600 °C hasta 1000 h. Los resultados se compararon con resultados de pruebas Uniaxiales realizadas en el material. De los resultados obtenidos se concluye que:

1. El coeficiente experimental  $F/\sigma = 0.63$ , mostró un mejor ajuste que el coeficiente simulado por FEM,  $F/\sigma = 0.49$ .
2. La relación Monkman-Grant de conversión de los mínimos de velocidad entre pruebas sigue la relación  $\dot{\epsilon}_M = 3035.85\delta_M^{1.0127}$ .
3. La fractura en termofluencia fue transgranular dúctil. Lo anterior muestra una buena correspondencia con valores del exponente  $n$  entre 8 y 12, lo cual se relaciona con una deformación de la matriz y fractura transgranular.
4. El envejecido artificial a 600 °C causó un decrecimiento de la resistencia a la ruptura con el incremento del tiempo de envejecido. Esto es un efecto directo del incremento de tamaño y decrecimiento del número de densidad de los precipitados.

## Referencias Bibliográficas

1. *Study of high-temperature ageing and creep on bainitic 5Cr - 0.5Mo steel by magnetic NDE techniques.* **Mohapatra, J, Bandyopadhyay, N and Gunjan, M.** 322, Jamshedpur : Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2010, pp. 589-595. 10.1016/j.jmmm.2009.10.015.
2. **ASTM A387 / A387M-11.** *Standard Specification for Pressure Vessel Plates.* West Conshohocken : ASTM International, 2011.
3. **JIS Z 2271:2010.** *Metallic materials - Uniaxial creep testing in tension - Method of test.* Tokyo : Japanese Standards Association, 2010.
4. **Dieter, G.** *Mechanical Metallurgy.* London : McGraw-Hill, 1988. 0-07-084187-X.
5. *Degradation/Damage Measurement and Life Assessment of High-Temperature Components V: Recent Degradation/Damage Inspection Techniques and Life Assessments.* **Komazaki, S.** 9, Muroran : Journal of the Society of Materials Science, 2009, Vol. 58. 0514-5163.
6. *Evaluation of the Ductile-to-Brittle Transition Temperature Shift due to Temper Embrittlement and Neutron Irradiation by means of a Small-Punch Test.* **Kameda, J and Buck, O.** s.l. : Elsevier, 1986, Materials Science and Engineering, Vol. 83, pp. 29-38.
7. *Recent developments in small punch testing: Applications at elevated temperatures.* **Dymáček, P.** 86, Brno : Elsevier, 2016, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, pp. 25-33.
8. **Durand-Charre, M.** *Microstructure of Steels and Cast Irons.* Paris : Springer, 2003. pp. 3-73. Vol. 1. 3-540-20963.
9. **12B.** *Data Sheets on the elevated-temperature properties of 5Cr-0.5Mo steel tubes for boilers and heat exchangers.* Tokyo : National Research Institute for Metals, 1992. 12B.
10. *The Small Punch Toughness Test: Some Detailed Fractographic Information.* **Bullock, J.** s.l. : Elsevier, 1995, Int. J. Pres. Ves. & Piping, Vol. 63, pp. 177-194.
11. *Small Punch Test Evaluation of Intergranular Embrittlement of an alloy Steel.* **Baik, J, Kameda, J and Buck, O.** Ames : Pergamon Press Ltd, 1983, Scripta Metallurgica, Vol. 17, pp. 1443-1447.
12. *Creep Property Measurements of Welded Joint of Reduced-Activation Ferritic Steel by the Small-Punch Test.* **Komazaki, S, Kato, T and Kohno, Y.** s.l. : Elsevier, 2009, Materials Science and Engineering A, Vols. 510-511, pp. 229-233. 10.1016/j.msea.2008.04.132.
13. *Effects of Test Specimen Geometry on Creep Behaviour of 12Cr Steel in Miniaturised Disc Bend Tests.* **Ule, B, Sturm, R and Leskovsek, V.** s.l. : Maney, 2003, Materials Science and Technology, Vol. 19, pp. 1771-1776.

14. *Small Punch Creep Property of High Cr Ferritic Steels*. **Komazaki, S, Tokunaga, T and Kawaji, Y.** 2014, 3rd International Conference SSTT, pp. 312-318.
15. *Development of a Further-Miniaturized Specimen of 3 mm Diameter for TEM Disk Small Punch Test*. **Mao, X and Takahashi, H.** 2, s.l. : Elsevier, 1987, Journal of Nuclear Materials, Vol. 150, pp. 42-52.
16. *Fracture Toughness Evaluation of Fusion Reactor Structural Steels at Low Temperatures by Small Punch Tests*. **Misawa, T, Nagata, S and Aoki, N.** 169, s.l. : Elsevier, 1989, Journal of Nuclear Materials, pp. 225-232.
17. *On the Monkman-Grant Relation for Small Punch Test Data*. **Dobes, F and Milicka, K.** s.l. : Elsevier, 2002, Materials Science and Engineering, Vol. A336, pp. 245-248.
18. *High-Temperature Analysis of Welded Joint of RAFs by Small Punch Test*. **Kato, T, Komazaki, S and Kohno, Y.** s.l. : Elsevier, 2009, Journal of Nuclear Materials, Vols. 386-388, pp. 520-524. 10.1016/j.jnucmat.2008.12.153.
19. *Using Small Punch Testing Method for the Analysis of Creep Behaviour of Al-Al4C3 composites*. **Besterci, M, Dobes, F and Kulu, P.** 3, s.l. : Proceedings of the Estonian Academy of Sciences Engineering, 2010, Estonian Journal of Engineering, Vol. 16, pp. 243-254. 10.3176/eng.2010.3.04.
20. *Creep Properties Measurements of Heat-Affected Zones of High Cr Ferritic Steel by SP Creep Test*. **Komazaki, S and Kato, T.** 3, s.l. : Elsevier, 2010, Materials at High Temperatures, Vol. 27, pp. 205-209. 10.3184/096034010X12814521973392.
21. *Creep Property Measurement of High Cr Ferritic Steel Welded Joint by Modified Small Punch Test*. **Komazaki, S, Uchimura, H and Yamashita, H.** 6, s.l. : HIDA, 2013, Defect Assessment & Failures in High Temperature Plant, pp. 2-8.
22. *Application of Small Punch Creep Test for Inconel 917 Alloy Weldment*. **Kim, B, Sim, Y and Lee, J.** s.l. : Elsevier, 2011, Engineering Procedia, Vol. 10, pp. 2579-2584. 10.1016/j.proeng.2011.04.425.
23. *Creep Behavior, Deformation Mechanisms and Creep Life of Mod. 9Cr-1Mo Steel*. **Abe, F.** 12, Trukuba : Springer, 2015, Metall and Mat Trans A, Vol. 46, pp. 5610-5625. <http://doi.org/10.1007/s11661-015-3144-5>.
24. *Comments on the Monkman-Grant and the modified Monkman-Grant relationships*. **Povolo, F.** 20, Buenos Aires : Chapman and Hall Ltd, 1985, Journal of Materials Science, pp. 2005-2010. 0022-2461/85.
25. **Viswamanathan, R.** *Damage Mechanisms and Life Assessment of High Temperature Components*. Metals Park : ASM International, 1993. pp. 63-66. 0-87170-358-0.
26. **Kaufman, L and Bernstein, H.** *Computer Calculation of Phase Diagrams: with Special Reference to Refractory Metals*. Cambridge : Academic Press Inc, 1970. Vol. 1st. 978-0124020504.

27. *Thermo-Calc and DICTRA*. **Andersson, J, Helander, A and Höglund, L.** s.l. : Calphad, 2002, Computational tools for materials science, Vol. 26, pp. 273-312.
28. *Relationship between SP Creep Properties and Uniaxial Creep Properties of High Chromium Martensitic Steels*. **Komazaki, S, Nakata, T and Sugimoto, T.** 2007.
29. **19B.** *Data Sheets on Elevated-Temperature Properties of 9Cr-1Mo Steel Tubes for Boilers and Heat Exchangers (STBA 26)*. Tokyo : National Research Institute for Metals, 1992. 19B.
30. **3B.** *Data Sheets on the Elevated-Temperature Properties of 2.25Cr-1Mo Steel for Boilers and Heat Exchangers Seamless Tubes (STBA 24)*. Tokyo : National Research Institute for Metals, 1992. 3B.
31. **Janssens, K, Frans, G and Raabe, D.** *Computational Materials Engineering: An Introduction to Microstructure Evolution*. San Diego : Elsevier, 2007. pp. 179-216. 978-0-12-369468-3.
32. **Saucedo, M.** *Developments of Quantitative Methods for Materials Strength Characterization by Small-Punch Testing Techniques*. Sendai : Tohoku University, 2008.
33. **ASTM E139-00.** *Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials*. West Conshohocken : American Society for Testing Materials, 2004.
34. *On the Power-Law Creep Equation*. **Brown, A and Ashby, M.** Cambridge : Pergamon Press Ltd, 1980, Scripta Metallurgica, Vol. 14, pp. 1297-1302. 10.1016/0036-9748(80)90182-9.
35. *Assessment of creep life fraction for in-service high-temperature components*. **Kim, H.** 12, Kyungnam : Engineering Failure Analysis, 2004, pp. 578-585. 10.1016/j.engfailanal.2004.09.001.
36. *A study on influence factors of small punch creep test by experimental investigation and finite element analysis*. **Zhou, Z, Zheng, Y and Ling, X.** 527, Nanjing : Materials Science and Engineering, 2010, Vol. A, pp. 2784–2789. 10.1016/j.msea.2010.01.010.
37. **Sutton, M, Orteu, J and Schreier, H.** *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications*. NY : Springer, 2009. 978-0-387-78746-6.
38. *Scatter in Creep-Rupture Data and Long-Time Extrapolation for Ferritic Heat-Resisting Steel*. **Sakamoto, M, Yoshizu, H and Monma, Y.** 470, Tokyo : J-Stage, 1992, J. Soc. Mat. Sci., Vol. 41, pp. 1655-1661.
39. *Determination of creep properties of a P91 weldment by Small Punch Testing and a new evaluation approach*. **Gülcimen, B and Hähner, P.** 588, Petten : Elsevier, 2013, Materials Science & Engineering A, Vol. A. 10.1016/j.msea.2013.09.029.
40. *Larson-Miller Constant of Heat-Resistant Steel*. **Tamura, M, Abe, F and Shiba, K.** A, Rokyasho : The Minerals, Metals & Society and ASM International, 2013, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 44. 10.1007/s11661-013-1631-0.

41. *Development of a Small Punch Testing Method to Evaluate the creep property of high Cr Ferritic Steel: Part I-Effect of atmosphere on creep deformation behavior.* **Nakata, T, Komazaki, S and Kohno, Y.** 666, Mizumoto-cho : Elsevier, 2016, Materials Science & Engineering A, pp. 54-60. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mse.2016.03.100>.
42. *Development of a Small Punch Testing Method to Evaluate the Creep Property of High Cr Ferritic Steel: Part II-Stress Analysis of Small Punch Test Specimen by Finite Element Method.* **Nakata, T, Komazaki, S and Kohno, Y.** 666, Mizumoto-cho : Elsevier, 2016, Material Science & Engineering A, pp. 80-87. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.12>.
43. *Precision Verification of a Simplified Three-dimensional DIC Method.* **Tung, S and Shih, M.** 49, Nantou : Elsevier, 2011, Optics and Lasers in Ingeneering, pp. 937-945. [10.1016/j.optlaseng.2011.02.006](http://dx.doi.org/10.1016/j.optlaseng.2011.02.006).
44. *Creep Rupture Life and Variation of Micro-structure According to Aging Time and Creep Test Methods.* **Jeong, C, Bae, S and Ki, D.** 449-451, Suwon : Elsevier, 2007, Materials Science & Engineering, Vol. A, pp. 155-158. [10.1016/j.msea.2006.02.240](http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.240).

## Productos de investigación

A continuación se mencionan los productos de investigación derivados de los resultados obtenidos en esta investigación.

- Artículo publicado en revista ISI o JCR: *Application of small punch creep testing for evaluation of creep properties of as-received and artificially aged 5Cr-0.5Mo steel*. **Ortiz-Mariscal, A., Saucedo-Muñoz, M. L., Naveena y Komazaki, S.**: Elsevier, 2018, Materials Science & Engineering A, Vol. 709, pp. 322-329. 10.1016/j.msea.2017.10.060.
- Congreso internacional en el extranjero: *Creep properties measurement of aged 5Cr-0.5Mo steel by Small Punch test*. **Ortiz-Mariscal, A., Saucedo-Muñoz, M. L. y Komazaki, S.**: The 4th Small Sample Test Technique Conference, Octubre 12-14, 2016, Shanghai, China.
- Congreso internacional en México: *Comportamiento y mecanismo de deformación en termofluencia del acero 5Cr-0.5Mo por medio de la Prueba Small Punch a 600 °C*. **Ortiz-Mariscal, A., Saucedo-Muñoz, M. L., Lopez-Hirata, V. M. y Komazaki, S.**: XXIII Congreso Internacional anual de la SOMIM, Septiembre 20-22, 2017, Cuernavaca, México.