

# Influencia de la temperatura de austenización y tiempo de permanencia sobre el tamaño de grano en aceros ferrítico-martensíticos del tipo 9Cr1MoVNb utilizados en calderas supercríticas

I. Gutiérrez-Urrutia\*, S. Gutiérrez\*\* y J.M. San Juan\*

**Resumen** Se estudia la influencia de la temperatura de austenización, tiempo de permanencia a esta temperatura y velocidad de calentamiento sobre el tamaño de grano de varios aceros ferrítico-martensíticos de última generación del tipo 9Cr1MoVNb, desarrollados por Oak Ridge National Laboratories (ORNL) conjuntamente con Combustion Engineering en USA, conocidos por ASME/ASTM por las designaciones T91/P91<sup>[1]</sup> y en Europa como X10CrMoVNb9.1. Son aceros dúctiles y tenaces que presentan muy buenas propiedades de resistencia a fluencia, soldabilidad y conductividad térmica. Son cada vez más utilizados como tubos de alta temperatura ( $550 \pm 50$  °C) y presión (300 bar) en calderas supercríticas para centrales térmicas avanzadas. Los aceros estudiados se han fabricado en hornos de inducción de alta frecuencia al vacío y laminados en caliente.

**Palabras clave** Aceros 9Cr1MoVNb (X10CrMoVNb9,1). Austenización (T/t). Tamaño de grano.

## Influence of austenisation temperature and hold time on grain size of type 9Cr1MoVNb ferritic-martensitic steels used in supercritical boilers

**Abstract** The aim of the present work is to determine the influence of austenitizing temperature holding time and heating velocity on grain size of ferritic-martensitic type 9Cr1MoVNb steels developed for Oak Ridge National Laboratories & Combustion Engineering, T91/P91<sup>[1]</sup> Steels (USA) and X10CrMoVNb 9.1 (Europe). The potential benefits of this material, in term of high resistance, good ductily and oxidation resistance, weldability and in particular good high temperature creep strength, are now widely acknowledged, particularly by supercritical boilers (P = 300 bar, T =  $550 \pm 50$  °C). The studied steels have been produced in, high frequency induction vacuum furnaces and hot-rolled.

**Keywords** 9Cr1MoVNb (X10CrMoVNb9.1) Steels. Austenisation (T/t). Grain Size.

### 1. INTRODUCCIÓN

En el presente trabajo se estudia la influencia de la temperatura de austenización, tiempo de permanencia y velocidad de calentamiento sobre la estructura y tamaño de grano de dos aceros ferrítico-martensíticos del tipo 9Cr1MoVNb fabricados en hornos de inducción de alta frecuencia y al vacío y posteriormente laminados en caliente, conocidos en ASME (USA) por las designaciones T91/P91<sup>[1]</sup>

y en Europa como X10CrMoVNb 9,1. El rival más directo de estos aceros son los inoxidable marten-síticos del tipo X20CrMoV12-1 (DIN 17175) pero estos últimos pueden presentar algún problema en su soldabilidad y por ende la tenacidad de la unión soldada se verá disminuída como consecuencia de su mayor contenido en C. De los trabajos de Arav y Van Wortel <sup>[2]</sup> y de Bell<sup>[3]</sup> observamos que para las mismas condiciones de servicio (T = 600 °C, p = 300 bar) los tubos de P91 (9Cr1MoVNb)

(\*) Dpto. Física de la Materia Condensada. Metalurgia Física. Facultad de Ciencias (Campus de Leioa). Univ. del País Vasco (UPV/EHU). Apdo. 644. 48080 Bilbao (España).

(\*\*) Dpto. Laboratorios. Unidad I+D. Babcock & Wilcox Spain (BWE/SEPI). Apdo. 18. Valle de Trapaga (Vizcaya) y Dpto. Ciencia Materiales e Ing. Metalúrgica. Univ. del País Vasco (UPV/EHU). Apdo. 644. 48012 Bilbao (España).

necesitarán un espesor de 49 mm, frente a los 77 mm del X20 (X20CrMoV12,1) y 115 mm del P22 ( $2^{1/4}$ Cr1Mo) para un tiempo de operación de 100.000 h ( $\approx$ 12 años). El presente trabajo es continuación del presentado en el V Cong. de Prop. Mecánicas de Sólidos<sup>[4]</sup>, Tratermat'98<sup>[5]</sup> y VI Reunión Nacional de Materiales<sup>[6]</sup>.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

Se fabricaron varias coladas experimentales en hornos de inducción de alta frecuencia y al vacío. Los lingotes obtenidos tienen un peso de 50 Kg y se laminan en caliente a barras de 20 mm de  $\phi$ . Una colada de acero comercial, laminada en las mismas condiciones, es asimismo contemplada. Las composiciones químicas obtenidas se muestran en la tabla I. Los valores de Cr (eq.) y Ni (eq.) han sido calculados a partir de composición química utilizando para ello ecuaciones, consideradas como más usuales, en la bibliografía<sup>[7]</sup>. La predicción (pred.) de Fe $\delta$  se hizo calculando la relación Cr (eq.)-Ni (eq.) y posicionando su resultado en el diagrama de Schneider<sup>[7]</sup> y el contenido actual de Fe $\delta$  se evaluó observando al microscopio las probetas normalizadas a 1.050 °C (1 h). Las propiedades mecánicas obtenidas a tracción y temperatura ambiente se muestran en la tabla II. Tanto la composición química como las propiedades mecánicas cumplen con el código ASME para sus especificaciones SA213-GrT91/ SA335-GrP91<sup>[1]</sup>.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con una rápida velocidad de calentamiento ( $v = 2.000$  °C/h) se austenizó a las temperaturas de 1.050, 1.125, 1.150 y 1.200 °C, manteniendo 1 h y enfriando al aire en calma. El tamaño de grano, Tg, se evaluó utilizando la técnica de análisis lineal contando 300 granos mediante un equipo computerizado de análisis de imagen (modelo

2001 de Leco). A continuación, se revino a 750 °C durante 1 h, se caracterizó la microestructura y se tomaron durezas Vickers (HV30) (Tabla III y Figs. 1 y 2). A continuación, se estudió la influencia del tiempo de permanencia de 1,4, 8 y 24 h a 1.050 °C y 1.100 °C austenizando a una velocidad de calentamiento rápida e igual a la de antes y se comparó con una velocidad de calentamiento lenta y controlada de 100 °C/h. Los resultados obtenidos (para el acero UVP.15) se muestran en la figura 3.

Se obtuvo un exponencial crecimiento de grano con la temperatura de austenización para  $T \geq 1.050$  °C presentándose fino y único para  $T \leq 1.050$  °C, mezcla de tamaños finos y gruesos para  $1.100$  °C  $\leq T \leq 1.150$  °C y gruesos para  $T \geq 1.175$  °C (Fig. 1). La estructura, tamaño de grano y dureza fue similar para ambos aceros (UPV.1 y UVP.15) como se corresponde a su similar composición química y propiedades mecánicas. No se observó presencia de Fe $\delta$  cuando se austenizó a  $T \leq 1.125$  °C y sí a partir de  $T \geq 1.150$  °C. Para  $T = 1.200$  °C el contenido de Fe $\delta$  fue del orden del 5 %.

Respecto al tiempo de permanencia a la temperatura de austenización no se obtuvo prácticamente variación en el tamaño de grano cuando se austenizó a  $T = 1.050$  °C calentando de forma rápida y se mantuvo un tiempo de 1,4,8 y 24 h y sí cuando se austenizó lentamente de forma controlada. Cuando se austenizó rápidamente ( $v = 2.000$  °C/h) a  $T = 1.100$  °C tampoco se observó prácticamente variación en el tamaño de grano con respecto al tiempo de permanencia aunque eso sí, el tamaño de grano fue mayor que cuando se austenizó a 1.050 °C, lo mismo cuando se austenizó a 1.100 °C con subida lenta y controlada ( $v = 100$  °C/h), pero aquí el tamaño de grano fue mayor. Para ambas temperaturas de austenización (1.050 y 1.100 °C), en la figura 3 se observa un sensible crecimiento de grano con el tiempo de

Tabla I. Composición química de los materiales estudiados

Table I. Chemical composition of materials

Nº de acero	Composición química, % en peso													Cr Equiv.	Ni Equiv.	Fe $\delta$	
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	Nb	Ti	V	Otros			Pred.	Actual
UPV.1	0,092	0,28	0,45	0,010	0,005	8,72	10,00	0,10	0,044	0,08	<0,005	0,23	-	12,1	4,2	No	0
UPV.15	0,10	0,35	0,47	0,020	0,004	8,20	0,91	0,26	0,055	0,075	-	0,24	-	11,6	4,9	No	0
SA213/SA335 T91/P91 (año '98)	0,08- -0,12	0,20- -0,50	0,30- -0,60	$\leq 0,020$	$\leq 0,010$	8,00- -9,50	0,85- -10,05	$\leq 0,40$	0,030- -0,070	0,06- -0,10	-	0,18- -0,25	Al $\leq 0,04$	-	-	-	-

**Tabla II.** Propiedades mecánicas de los materiales estudiados [después de N+R (1.050/750 °C) 1 h]

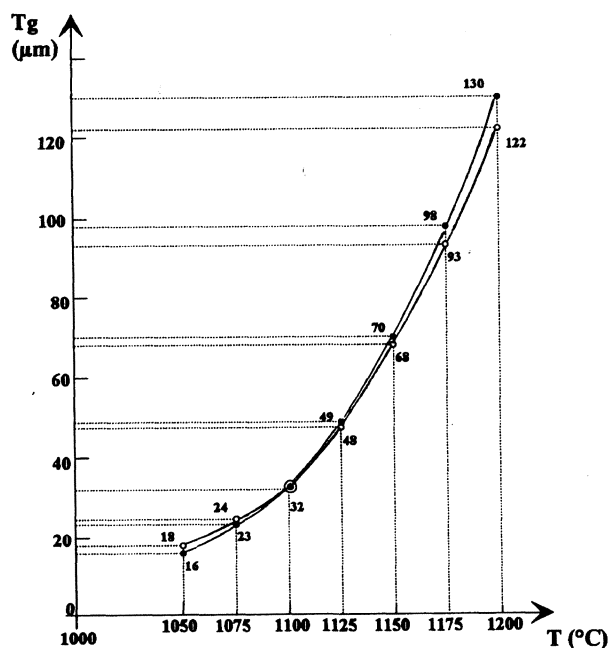
*Table II. Mechanical properties of materials [after N+R (1050/750 °C) 1 h]*

Nº de acero	Composición (de identificación)	Re (0,2%) (N/mm <sup>2</sup> )	R <sub>m</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	A (%)	Z (%)	Re/Rm
UPV.1	Base-Experimental	590	731	23	74	0,81
UPV.15	Base-Experimental	592	740	24	73	0,80
	SA 213/SA335T91/P91 (año'98)	≥415	≥585	≥20	≥40	≥0,71

**Tabla III.** Crecimiento de grano y estructura en función de la temperatura de austenización

*Table III. Grain growth and structure as a function of austenitizing temperature*

Nº de acero	Crecimiento de grano (mm)+Estructura y dureza (HV30) después de R (750°C) por 1 h					
	1.050 °C	1.100 °C	1.125 °C	1.150 °C	1.175 °C	1.200 °C
UPV. 1	16µ (240)	32µ (247)	49µ (250)	70µ (253)	98µ (260)	130µ (262)
	Tg Fino	Tg Mezcla	Tg Mezcla	Tg Mezcla + Feδ (trazas)	Tg Grueso + Feδ	Tg Grueso + Feδ (5%)
UPV. 15	18µ (236)	32µ (245)	48µ (248)	68µ (250)	93µ (261)	122µ (264)
	Tg Fino	Tg Mezcla	Tg Mezcla	Tg Mezcla + Feδ (trazas)	Tg Grueso + Feδ	Tg Grueso + Feδ (6%)



**Figura 1.** Crecimiento de grano en función de la temperatura de austenización. Aceros UPV.1 y UPV.15.

*Figure 1. Grain growth as a function of austenitizing temperature. Steels UPV.1 y UPV. 15.*

permanencia, cuando se sube con una velocidad lenta y controlada, en cambio es prácticamente insensible cuando se calienta de forma rápida a la temperatura de austenización.

#### 4. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos y la discusión realizada se puede concluir que :

- Se observa un exponencial crecimiento de grano con la temperatura de austenización a partir de 1.050 °C. Los dos aceros presentan el mismo Tg = 32µ a 1.100 °C.
- La Feδ aparece a partir de 1.150 °C siendo del 5 % a 1.200 °C. En todos los casos la dureza de la microestructura es ≤ 265 HV.
- El crecimiento de grano es prácticamente independiente del tiempo de permanencia cuando se austeniza con una rápida velocidad de calentamiento. En cambio cuando el calentamiento es lento y controlado el Tg es dependiente de aquel. En ambos casos, el Tg a 1.100 °C es mayor que a 1.050 °C.

#### REFERENCIAS

- [1] SA, ASME, 213 Gr T91/SA 335 Gr P91. *Spec. for seamless ferritic and austenitic alloy-steel boiler, superheater, and heat-exchanger tubes for high temperature-service.* Section II. Part. A. New York, 1999, pp. 315-325, 539-550.
- [2] F. ARAV y J.C. VAN MORTEL, *Prop. and application of the 9%Cr Steel T91/P91.* SSE, 1995.



N / R (1.050 / 750 °C)

Tg = 16μ



N / R (1.125 / 750 °C)

Tg = 49μ

Martensita revenida



N / R (1.150 / 750 °C)

Tg = 70μ

Martensita + Feδ (trazas)



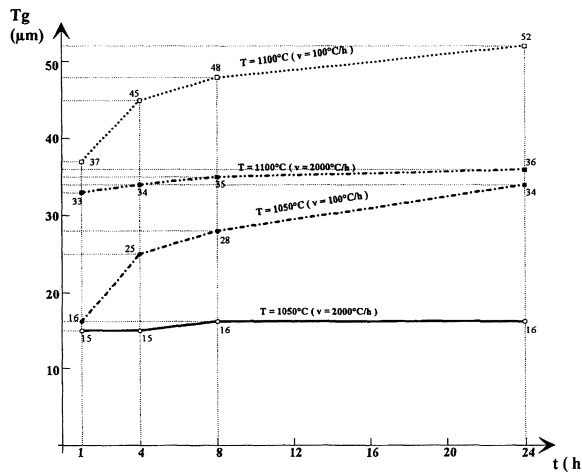
N / R (1.200 / 750 °C)

Tg = 130μ

Martensita + Feδ (5%)

**Figura 2.** Tamaño de grano y estructura del acero UPV-1 austenizado a 1.050 (a), 1.125 (b), 1.150 (c) y 1.200 (d) durante 1 h y enfriado al aire en calma (x400).

*Figure 2.* Grain size and structure of steel UPV.1 austenitized a 1050 (a), 1125 (b), 1150 (c) and 1200 °C (d) for 1 h and air cooled (x400).



**Figura 3.** Influencia del tiempo de permanencia sobre el crecimiento de grano para temperaturas de austenización de 1.050 °C y 1.100 °C.

Figure 3. Influence of time on grain growth for austenizing temperatures of 1050 and 1100 °C.

[3] K. BELL, An analysis of published creep rupture data for modified 9%Cr steel weldments. TWI report No. 598. March, 1997.

[4] S. GUTIÉRREZ, J.M. SAN JUAN y O. RUANO, V Cong. de Prop. Mecánicas de Sólidos. Barcelona, 1996, pp. 284-301.

[5] S. GUTIÉRREZ, J.M. SAN JUAN y A. VALEA, Tratermat'98 Madrid. Mayo, 1998, pp. 297-304.

[6] S. GUTIÉRREZ, I.G. URRUTIA y J.M. SAN JUAN, VI Reunión Nacional de Materiales San Sebastián. Junio, 1999, pp. 183-184.

[7] H. SCHNEIDER, Invest. Casting of High Strength 12%Cr. Foundry T.J. No. 108 (1980) 562-563.

[8] S. GUTIÉRREZ et al., Life optimization of dissimilar metal welds for high T design : P22, P91 and Eshete 1250 steels. BRITE-EURAM (BRE-CT 94-0939). Proyecto No. B7-7301, 1997.

[9] T. FUJITA, Advance high chromium ferritic steels for high T. Metal Progress (1996) 33-40.

[10] T. KANERO et al., Modified 9Cr steel boiler tube and pipe. C. Report No 105. NKK. Tokio, 1991.

[11] V.K. SIKKA et al., Modified 9Cr1Mo steel an improved alloy for steam generator application. Proc. Conf. ASM. Warrenm (1983) 65-84.

[12] A.M. BARNES, 9Cr1Mo microstructure and toughness. TWI. Report, 7224/813.02. (1994).