

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
"Prof. Jorge A. Sabato"**

**Ensayos de creep bajo atmósfera controlada, diferencias
en resultados respecto a ensayos realizados al aire^(*)**

por Ing. Abel Isaías Mendoza

Director

Ing. Enrique Pablo Chomik

Dr. Claudio Daniel Arenas

^(*) Tesis para optar al título de *Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales*

República Argentina

2024

Resumen

Para evaluar el efecto de la atmósfera sobre el *fin de vida útil y estructura-comportamiento* de componentes de acero para uso nuclear, se investigó su respuesta viscoelástica mediante ensayos mecánicos en laboratorio. Para esto, se realizaron ensayos de creep hasta rotura a probetas de un acero ferrítico tipo P11 (P: *Pipe*) en atmósfera oxidante (aire ~70% de $N_2(g)$) y en otra de $N_2(g)$. Para esta última, se diseñó y construyó la tecnología neumática *ad hoc* requerida. Así, los mapas de Ashby facilitaron un análisis preliminar de la versatilidad de dicho diseño, para estimar -previo al ensayo- que las mediciones de alargamiento correspondieran a las de la probeta del material en estudio, y no a una total que las sobreestimara, donde se le sumaren los alargamientos de los demás componentes que sujetan a la probeta, AISI 310S, lo que demandó conocer el tamaño promedio de grano (~5 μm para el P11, ~32 μm para el AISI 310S) y composición química de los aceros; además de establecer un procedimiento para garantizar el flujo constante de $N_2(g)$ durante el ensayo de creep. Esto último requirió la puesta en valor y operación de un equipo de alto vacío, que evacuó el aire circundante a la probeta, para asegurar atmósfera sólo de $N_2(g)$. Además, se emplearon probetas con secciones transversales de distinta área y geometría, circular (~7 mm²) y rectangular (~6 mm²), para evaluar la influencia de la misma en la respuesta al creep a 597 y 652 °C, y a 69 y 112 MPa, según antecedentes. Así, se indagó en la *estructura-comportamiento* del material mediante, por ejemplo, la velocidad de deformación por creep primario inicial y secundario, obtenida del gráfico deformación vs. tiempo de los ensayos. Como conclusión general, se observó que el acero P11 escurrió más rápido en atmósfera de $N_2(g)$, su oxidación resultó prácticamente nula, con superficie de fractura más frágil y creep de menor duración que en aire, en iguales condiciones de ensayo. Finalmente, el tiempo de rotura (t_r) resultó en una propiedad mecánica que permitió el análisis preliminar de su predicción, mediante el criterio de Larson-Miller.

Palabras clave: creep, atmósfera controlada, aceros nucleares, tiempo de vida, Larson-Miller

Abstract

In order to evaluate the effect of the atmosphere on the lifetime and structure-behavior of steel components for nuclear applications, their viscoelastic response was investigated with mechanical laboratory tests. For this purpose, creep tests were performed to fracture P11 ferritic steel samples (P: *Pipe*) in an oxidizing atmosphere (air ~70% $N_2(g)$) and in a $N_2(g)$ atmosphere. For this, a required *ad hoc* pneumatic technology was designed and built, with the implementation and operation of a high vacuum equipment, to set a pure $N_2(g)$ constant flow during the creep test. In another way, Ashby diagrams allowed a preliminary analysis about versatility design, in order to estimate -before the test- elongation measurements that corresponded only to those of the material sample, and not to another that overestimate it. This could be due to possible elongations of the material components (AISI 310S stainless steel) that hold the test sample. The average grain size (~5 μm for P11, ~32 μm for AISI 310S) and their chemical compositions were required. In addition, specimens with different cross sections areas and geometries, circular (~7 mm²) and rectangular (~6 mm²), allowed to evaluate their influence of the creep response at 597 and 652 °C, and at 69 and 112 MPa, according to bibliography. Thus, the structure-behavior of the material was researched considering the strain rate at initial and secondary primary creep stage, valued from the nominal strain vs. time tests graph. As a general conclusion, it was observed that plastic flow of P11 steel in $N_2(g)$ atmosphere resulted faster than in air atmosphere, with an oxidation almost non-existent, a fragile fracture surface, and a shorter time at break, at the same test conditions. Finally, the time at break (t_r) was a mechanical property that allowed a preliminary analysis of its prediction, according to Larson-Miller criterion.

Keywords: creep, controlled atmosphere, nuclear steels, lifetime, Larson-Miller.

Presentaciones a encuentros y congresos

1. A.I. Mendoza, E.P. Chomik, C.D. Arenas, D.F. Ciriani. *Influencia de los parámetros de ensayos de creep a un acero para uso nuclear*. XLVII Reunión anual de la Asociación Argentina de Tecnología Nuclear. Del 27/11/2023 al 1/12/2023. Centro Cultural Kirchner (CCK). CABA, Argentina.
2. C.D. Arenas, A.I. Mendoza, E.P. Chomik, D.F. Ciriani. *Efecto de la atmósfera en las propiedades viscoelásticas de creep en un acero tipo P11*. XXII Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales de la SAM-CONAMET-SOCHIM. Del 6/8/2024 al 9/8/2024. Ciudad Universitaria-Universidad de Bs. As. (UBA). CABA, Argentina.

Agradecimientos

Agradecer a alguien en particular la condición de posibilidad para que este trabajo exista sería difícil, ya que la vida misma es una red compleja de relaciones humanas, causas y efectos. ¿Por quién debería empezar? ¿Por mi familia y allegados, que generaron las condiciones para mi acceso a la educación formal? ¿Por las instituciones que me brindaron formación profesional? ¿Por los maquinistas de los trenes que me transportaron por los diversos ramales que conforman el trayecto La Plata-CAC?

Siendo entonces necesario limitar el universo, y sin por ello dejar de agradecer a los antes mencionados y a los miles de otros que, a su manera, aportaron al desarrollo de la presente tesis, quiero agradecer especialmente a la Comisión Nacional de Energía Atómica y a todo su personal por brindarme la posibilidad de participar en este proyecto. Por apoyarme y abrirme las puertas de sus aulas y centros de investigación cada vez que fue necesario. Por poner todo el tiempo a disposición instrumental, infraestructura y muy buenos consejos nacidos del saber cómo, los cuales muchas veces incluso llegaban espontáneamente cuando ni me había dado cuenta de que los necesitaba. A todos ellos, gracias.

Índice

Capítulo I. Introducción	10
I.1. Motivación	10
I.2. Marco conceptual. El creep como fenómeno	10
I.3. Desafío tecnológico.....	12
I.4. El gas como parámetro de trabajo	13
I.5. Aplicación tecnológica del ensayo de creep	17
I.6. Bibliografía	19
 Capítulo II. Antecedentes	22
II.1. Ensayo de creep con atmósfera controlada: reseña	22
II.2. Áreas de interés: actores protagonistas	22
II.3. Probetas: sistemas materiales ensayados al creep con atmósfera controlada ..	23
II.4. Equipamiento para controlar la atmósfera	24
II.5. Ensayo y Procesamiento de los datos experimentales	27
II.6. Bibliografía	31
 Capítulo III. Desarrollo experimental.....	34
III.1. Introducción.....	34
III.2. Plan experimental	34
III.3. Materiales -caracterizaciones	37
III.4. Composición química de los aceros	40
III.5. Tamaño promedio de grano.....	42
III.6. Probetas	44
III.7. Equipamiento.....	45
III.8. Procedimiento de ensayo	45
III.9. Parámetros de ensayo: Estímulos aplicados	49
III.9.1. Carga mecánica.....	49
III.9.2. Control de temperatura	51
III.9.3. Control de atmósfera.....	51
III.10. Parámetros de ensayo: Respuestas	57
III.11. Bibliografía.....	59

Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados.....	60
IV.1. Introducción	60
IV.2. Validación de los ensayos de creep.....	61
IV.3. Efecto de la geometría en atmósfera de aire	76
IV.3.1. Velocidades de deformación	76
IV.3.2. Superficies de fractura.....	81
IV.4. Efecto de la atmósfera de N ₂ (g)	82
IV.4.1. Velocidades de deformación	82
IV.4.2. Superficies de fractura.....	84
IV.5. Predicción de fin de vida útil con el criterio de Larson-Miller	85
IV.6. Bibliografía	90
 Capítulo V. Conclusiones.....	 91
V.1. Sobre los componentes ad hoc para garantizar atmósfera controlada	91
V.2. Sobre la validación de los ensayos de creep.....	91
V.3. Sobre el efecto de la geometría y la atmósfera en la respuesta al creep.....	92
V.4. Sobre la predicción del tiempo de vida útil con el criterio de Larson-Miller.....	92
V.5. Sobre las tareas futuras en la línea de trabajo de esta tesis	92
 Apéndice I. Nomenclatura de los aceros	 93
Ap. I. 1 Resumen porcentajes en peso y denominaciones.....	93
An. I. 2 Acero auxiliar.....	94
Ap. I. 2. 1 Espectrometría de chispa (OES).....	94
Ap. I. 2. 2 Espectroscopia de plasmas inducidos por láser (LIBS)	96
Ap. I. 2. 3 Análisis de C y S con horno a inducción y celda infrarroja	102
Ap. I. 2. 4 Determinación de impurezas mediante ICP-OES	103
Ap. I. 3 Acero espécimen	104
Ap. I. 3. 1 Espectrometría de chispa (OES).....	104
Ap. I. 3. 2 Análisis de C y S con horno a inducción y celda infrarroja	106
Ap. I. 3. 3 Determinación de impurezas mediante ICP-OES	107

Apéndice II. Medición de tamaño de grano	108
Ap. II. 1 Introducción	108
Ap. II. 2 Infraestructura y equipamiento	108
Ap. II. 3 Metodología	109
Ap. II. 4 Mediciones sobre las fotomicrografías y cálculo del diámetro promedio de grano	110
Ap. II. 4. 1 Valores medidos y calculados: acero auxiliar	113
Ap. II. 4. 2 Valores medidos y calculados: acero espécimen	115
Ap. II. 4. 3 Fotomicrografías: acero auxiliar	117
Ap. II. 4. 4 Fotomicrografías: acero espécimen.....	119
Ap. II. 5 Resultados	122
Ap. II. 6 Bibliografía	122
 Apéndice III. Estimación gráfica de la velocidad de deformación por creep.....	123
Ap. III. 1 Introducción.....	123
Ap. III. 2 Metodología.....	123
Ap. III. 3 Valores medidos y calculados	124
Ap. III. 3. 1 Ensayo a 597 °C-112 MPa-probeta circular de acero P11-aire ...	124
Ap. III. 3. 2 Ensayo a 597 °C-112 MPa-probeta rectangular de acero P11-aire	125
Ap. III. 3. 3 Ensayo a 652°C-69 MPa-probeta circular de acero P11-aire	125
Ap. III. 3. 4 Ensayo a 652 °C-69 MPa-probeta rectangular de acero P11-aire	126
Ap. III. 3. 5 Ensayo a 597 °C-112 MPa-probeta circular de acero P11-N ₂ (g)	126
Ap. III. 3. 6 Ensayo a 597°C-112 MPa-probeta rectangular de acero P11-N ₂ (g)	127
Ap. III. 3. 7 Ensayo a 652 °C-69 MPa-probeta circular de acero P11-N ₂ (g) ..	127
Ap. III. 3. 8 Ensayo a 652 °C-69 MPa-probeta rectangular de acero P11-N ₂ (g)	128
Ap. III. 4 Resultados.....	128
 Anexo A. Planos.....	129
An. A. 1 Vástagos superior e inferior	129
An. A. 2 Mordazas.....	130
An. A. 3 Probetas.....	131
An. A. 4 Tubo atmósfera controlada	132
An. A. 5 Serpentina precalentamiento N ₂ (g).....	133
An. A. 6 Circuito vacío-N ₂ (g) en máquina de ensayos de termofluencia	134

Lista de figuras

Figura I-1 Equipo para ensayos de creep de la División Fractura,	12
Figura I-2 Esquema de un equipo de creep con atmósfera de sodio líquido [18].	15
Figura I-3 Máquina de ensayos de creep adaptada,	16
Figura II-1 Equipo para ensayos de termofluencia en probetas planas [14].	25
Figura II-2 Facilidad para ensayar probetas al creep en entorno de gases de combustión [8].	25
Figura II-3 Máquina para ensayar tubos bajo presión interna de $H_2(g)$ en atmósfera controlada inerte [11].	26
Figura III-1 Materiales en bruto a caracterizar.	38
Figura III-2 Sistema para verificación al creep del A°auxiliar. En lugar de la probeta de acero P11,	40
Figura III-3 Muestra acero espécimen posicionada para análisis OES.	41
Figura III-4 Muestras preparadas para análisis metalográfico.	42
Figura III-5 Croquis probeta circular.	44
Figura III-6 Croquis probeta rectangular.	44
Figura III-7 Hornos cilíndricos del equipo de creep.	47
Figura III-8 Probeta circular colocada para iniciar ensayo.	48
Figura III-9 Mordazas y probetas presentadas.	48
Figura III-10 Pesaje de varilla extensométrica.	49
Figura III-11 Sistema de tracción mecánica de la máquina de ensayos.	50
Figura III-12 Detalle del peso colgante en la palanca de tracción.	50
Figura III-13 Desarme del horno de creep.	51
Figura III-14 Tubo AC desmontado y disposición de mordazas.	53
Figura III-15 Huelgo para el escape controlado del gas (1) en el tubo AC montado para ensayo.	53
Figura III-16 Botellas de N_2 conectadas para ensayo.	54
Figura III-17 Conexión de la unidad de alto vacío.	55
Figura III-18 Válvulas esféricas en el circuito neumático (para alto vacío y flujo de $N_2(g)$).	56
Figura III-19 Sensor de alto vacío.	57
Figura III-20 Adquisición de datos durante los ensayos de creep.	58
Figura IV-1 Tensiones por entalla de rosca.	64
Figura IV-2 Mapa de Ashby, para el acero P11, consultas marcadas en lápiz.	65
Figura IV-3 Mapas de Ashby, para el acero inoxidable AISI 310S, consultas marcadas en lápiz.	66
Figura IV-4 Simulación de la tensión mecánica aplicada de 112 MPa en la sección transversal de la probeta cilíndrica, en su zona media.	69
Figura IV-5 Simulación del campo tensorial elástico de von Mises en un cuarto de la probeta circular, generado los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de su zona media, a 652 °C. ...	69
Figura IV-6 Vista lateral en corte de la simulación del campo tensorial elástico de von Mises en el conjunto probeta+mordaza+vástago, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la zona media de la probeta, a 652 °C.	70

Figura IV-7 Vista lateral en corte de la simulación del campo tensorial elástico de von Mises en la cercanía de la probeta, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la zona media de la probeta, a 652 °C.	70
Figura IV-8 Vista en perspectiva del mallado para la simulación por elementos finitos del campo tensorial elástico de von Mises del conjunto probeta-mordaza-vástago, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la zona media de la probeta, a 652 °C.	71
Figura IV-9 Vista en perspectiva con corte de la simulación, sin el mallado de elementos finitos del conjunto, del campo tensorial elástico de von Mises, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la probeta en su zona media. Se indica la tensión máxima con una flecha roja (118,15 MPa).	71
Figura IV-10 Vista en perspectiva de la simulación del campo tensorial elástico de von Mises, sin el mallado de elementos finitos, del conjunto, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la probeta en su zona media. Se indica tensión máxima con flecha roja (118,15 MPa).	72
Figura IV-11 Simulación de la tensión mecánica aplicada de 112 MPa en la sección transversal de la probeta rectangular, en su zona media.	72
Figura IV-12 Vista lateral de la simulación por elementos finitos del campo tensorial elástico de von Mises del conjunto cabezal, perno y probeta. Se aprecian las mayores tensiones sobre la probeta y en el perno, donde esta se apoya.	73
Figura IV-13 Vista transversal de la distribución del campo tensorial de von Mises por simulación de elementos finitos de la probeta rectangular y ambos pernos de apoyo.	74
Figura IV-14 Vista en perspectiva de la distribución del campo tensorial elástico de von Mises simulado por el mallado 3D con elementos finitos, luego de aplicar 112 MPa en la sección transversal de la probeta, en su zona media.	75
Figura IV-15 Vista en perspectiva de la simulación del campo tensorial de von Mises por elementos finitos, sin el mallado, del conjunto probeta-pernos-cabezal.	75
Figura IV-16 Esquema gráfico sobre la valoración de las velocidades de deformación.	77
Figura IV-17 Respuesta al creep en atmósfera de aire.	78
Figura IV-18 Efecto de la geometría de la sección transversal de la probeta de acero ferrítico P11 sobre la respuesta al creep en atmósfera de aire.	80
Figura IV-19 Superficies de fractura de probetas circular (superior) y rectangular (inferior), a 652 °C, 69 MPa.	81
Figura IV-20 Efecto de la geometría de la sección transversal de la probeta de acero ferrítico P11 sobre la respuesta al creep en atmósfera controlada de nitrógeno (N ₂ (g)).	82
Figura IV-21 Efecto de la atmósfera sobre las superficies de fractura de probetas circular (izquierda) y rectangular (derecha), a 652 °C, 69 MPa.	84
Figura IV-22 Gráfico Log(tr) vs. 1/T para análisis de Larson-Miller.	86
Figura IV-23 Curva maestra de los parámetros de Larson-Miller. Aleación S-590 [5].	88
Figura IV-24 Tensión aplicada vs. parámetro de Larson-Miller para el acero ferrítico P11.	88
Figura Ap2-1 Fotomicrografía acero auxiliar con las TL trazadas	111
Figura Ap2-2 Detalle TL e intersecciones en fotomicrografía acero auxiliar	111
Figura Ap2-3 Acero auxiliar; micrografía para medición #1	117

Figura Ap2-4 Acero auxiliar; micrografía para medición #2	118
Figura Ap2-5 Acero auxiliar; micrografía para medición #4	118
Figura Ap2-6 Acero auxiliar; micrografía para medición #5	119
Figura Ap2-7 Acero espécimen; micrografía para medición #1	119
Figura Ap2-8 Acero espécimen; micrografía para medición #2	120
Figura Ap2-9 Acero espécimen; micrografía para medición #3	120
Figura Ap2-10 Acero espécimen; micrografía para medición #4	121
Figura Ap2-11 Acero espécimen; micrografía para medición #5	121

Lista de tablas

Tabla III-1 Cantidad de ensayos realizados en cada condición.	36
Tabla III-2 Tensión mecánica y temperatura aplicadas en cada ensayo.....	36
Tabla III-3 Composición química de los aceros.	41
Tabla III-4 Granulometrías empleadas para pulido mecánico.	43
Tabla III-5 Soluciones para los pulidos químicos.	43
Tabla III-6 Tamaños de grano promedio medidos.	43
 Tabla IV-1 Cargas y tensiones calculadas, para entrada a los mapas de Ashby.	64
Tabla IV-2 Predicción analítica de las velocidades de creep secundario, salida de los mapas de Ashby.	67
Tabla IV-3 Parámetros de entrada para la simulación en el rango elástico.	68
Tabla IV-4 Velocidades de deformación inicial y estacionaria en atmósfera de aire.	78
Tabla IV-5 Velocidades de deformación estacionaria de los cuatro (4) casos de estudio, según ensayos en laboratorio y mapas de Ashby.	80
Tabla IV-6 Velocidades de deformación experimentales y de Ashby y tiempo a rotura, según atmósfera.	83
Tabla IV-7 Tensión aplicada vs. parámetro de Larson-Miller.	87
 Tabla Ap1-1 Porcentaje en peso de los principales elementos de los aceros por espectrometría de chispa.	93
Tabla Ap1-2 Denominaciones tabuladas aceros inoxidables.	93
Tabla Ap1-3 Denominaciones tabuladas aceros Cr-Mo grado P.	93
 Tabla Ap2-1 Granulometrías empleadas para pulido mecánico	109
Tabla Ap2-2 Soluciones empleadas para los pulidos químicos	110
Tabla Ap2-3 Relación entre tamaño de grano ASTM (G) y diámetro promedio de grano del material	112
Tabla Ap2-4 Tamaños de grano promedio medidos	122
 Tabla Ap3-1 Ensayos considerados para el cálculo experimental de ϵ'	123
Tabla Ap3-2 Resultados mediciones de velocidad de creep.....	128

Capítulo I. Introducción

I.1. Motivación

La presente tesis se enmarca en la necesidad de incrementar la capacidad instalada de la infraestructura en la División Fractura, de la Gerencia Materiales, Centro Atómico Constituyentes de la Comisión Nacional de Energía Atómica de Argentina, para la realización de ensayos de creep (termofluencia) en atmósfera controlada. En este caso, en su aplicación a probetas de un acero ferrítico, con el propósito de fortalecer la competencia técnica, tanto en términos de conocimiento de la ciencia y tecnología de materiales con los que se trabaja, para, por ejemplo, conocer el efecto de la atmósfera y geometría de probeta en la respuesta al creep, como en la predicción del tiempo de rotura al creep. Esto además aporta posibilidades de trabajo en aplicaciones en las que la División colabora, como, por ejemplo, los programas de extensión de vida de las centrales nucleares argentinas. La capacidad instalada consta de un equipo de creep que permite realizar cuatro ensayos en simultáneo, con tensión y temperatura constantes, a probetas de distintos materiales. La mejora de su capacidad se abocó concretamente a la optimización para ensayos de termofluencia en condiciones atmosféricas controladas, con flujo constante de $N_2(g)$ en este caso; a probetas de un acero ferrítico, como así también en la modernización del sistema de control de temperatura.

I.2. Marco conceptual. El creep como fenómeno

El creep, termofluencia o fluencia lenta es un fenómeno que involucra múltiples parámetros naturales y tecnológicos. Su comprensión es esencial para el diseño y fabricación de componentes que trabajan a altas temperaturas y cargas mecánicas, ya que permite predecir su vida útil mediante criterios de extrapolación de los resultados obtenidos en probeta, mediante, por ejemplo, el criterio de Larson-Miller (LM); que relaciona el tiempo de rotura (t_r), la tensión aplicada (σ) y la temperatura del ensayo de creep (T).

El fenómeno de termofluencia radica principalmente en la deformación plástica de un sistema material, motivada fundamentalmente por calor a determinada temperatura, bajo una tensión mecánica constante. En este sentido, la respuesta plástica se determina también por los demás parámetros naturales, tales como la presión y tipo de fluido (gas o líquido) que rodea al sistema material. Así, el parámetro cinemático que caracteriza a la termofluencia es su *rapidez o velocidad de deformación* [1-3].

Durante los ensayos de creep, las muestras se someten a estímulos termomecánicos en condiciones experimentales controladas, para medir su respuesta en deformación. Estas condiciones -*parámetros*-consisten en: la geometría de la probeta, los estímulos mecánico y térmico aplicados y la atmósfera del ensayo, la respuesta que se mide es el alargamiento de la probeta en función del tiempo, para luego estimar la deformación.

Una propiedad mecánica clave en un ensayo de creep es la velocidad de deformación estacionaria de la probeta, en su creep secundario, ($d\epsilon/dt = \dot{\epsilon}$), la cual se estima mediante la pendiente de una recta de ajuste de los datos experimentales en la región estacionaria, esto es: $d\epsilon/dt = \text{constante}$), en el gráfico: *deformación ingenieril vs. tiempo*. Eventualmente, también se analiza la velocidad de deformación inicial, es decir, con la que responde el material al empezar el ensayo, valorándola mediante la pendiente de la recta tangente a la tendencia de los datos experimentales al comienzo del creep primario.

Comprender cómo estas velocidades varían, al modificar los estímulos aplicados, es de vital interés para estudiar el efecto del cambio de geometría de la sección transversal de la probeta, tensión, temperatura y atmósfera controladas durante el ensayo, como así también los mecanismos de deformación por creep, en otra instancia de investigación. Esto implica la selección de variables a fijar y modificar de forma controlada, seguido por el análisis del alargamiento, que se mide en la muestra (en función del tiempo), bajo condiciones de carga y temperatura constantes, para finalmente calcular la deformación. Esta deformación suele manifestarse en forma de flujo plástico, lento y gradual, que conduce a una deformación permanente en el material mientras transcurre el ensayo [4].

Específicamente, los ensayos en esta tesis permitieron evaluar la velocidad de termofluencia en relación a la geometría de la probeta, a la composición de la atmósfera circundante a la misma, a la temperatura y a la carga aplicada, como así también a su tiempo de rotura. El plan experimental consideró una serie de ensayos *preliminares* en probeta de sección transversal circular, para comenzar a conocer al material y ensayar un análisis introductorio con las observaciones pertinentes, que permitieron establecer los ensayos posteriores.

I.3. Desafío tecnológico

El equipo diseñado y fabricado en la División Fractura, para realizar ensayos de termofluencia, Figura I-1, se modificó para realizar ensayos de creep en atmósfera controlada, en el marco de la presente tesis.



Figura I-1 Equipo para ensayos de creep de la División Fractura, previo a las modificaciones.

Si bien en todo procedimiento estándar para realizar un ensayo de creep se controlan parámetros atmosféricos en la zona de probeta -generalmente a temperatura constante del aire que la rodea [5]-, en el contexto de este trabajo, el término "atmósfera controlada" refiere al uso de nitrógeno en condiciones específicas de composición, presión y temperatura.¹ En el abordaje de la aplicación de los primeros criterios de diseño de la tecnología necesaria para garantizar atmósfera controlada, además de considerar la fabricación *ad hoc* del dispositivo, se consultó primeramente a empresas de base tecnológica afines al sector, que expusieron una amplia gama de servicios de venta y posventa de equipamiento tecnológico, para ensayos de materiales [6-8]. Además, universidades públicas y otros organismos estatales [9-13] también ofrecieron asesoramiento en áreas de investigación similares a la abordada en esta tesis.

Aunque, en general, las entidades del sector no proporcionaron una respuesta completa, en lo que respecta a los ensayos de creep en atmósfera controlada; la Universidad Nacional del Litoral -Argentina-brindó respuesta y mostró disposición para mantener vinculación con el equipo de trabajo. En particular resaltaron que, según el tipo de gas utilizado, ya sea argón (Ar),

¹ Garantizado desde un recipiente Dewar con nitrógeno líquido, cuya tecnología permitió extraerlo en fase gaseosa, con una pureza de ~99 %. La presión se reguló con un manómetro, de modo que resultase superior a la atmosférica. La temperatura del gas fue la del ensayo de creep.

nitrógeno (N_2) o una mezcla de ambos, se debe considerar la necesidad de utilizar una atmósfera estanca o con flujo, lo que podría resultar en diferencias significativas de costos [14].

Para garantizar la atmósfera de nitrógeno gaseoso, se diseñó y construyó una cámara tubular de acero inoxidable para Atmósfera Controlada -en adelante: tubo AC-dentro de la cual se realizaron los ensayos. El tubo AC se alimenta con nitrógeno gaseoso, desde dos botellas Dewar, que forman parte de un circuito neumático de anillo abierto.

El procedimiento de control atmosférico consistió en generar, primeramente, vacío de bomba mecánica y bomba difusora, es decir, alto vacío, dentro del tubo AC, para luego inyectarle nitrógeno gaseoso. Esto generó la atmósfera en la que se realizó el ensayo, en un circuito neumático abierto; es decir, el $N_2(g)$ se fugaba al exterior del tubo AC -por efecto de presión positiva-e impidió la entrada de aire atmosférico al espacio donde se encuentra la probeta. Con el nitrógeno fluyendo por la cámara, se aplicaron los estímulos mecánico y térmico, para comenzar al ensayo de creep en atmósfera de $N_2(g)$.

El estímulo mecánico aplicado consistió en un esfuerzo de tracción uniaxial a carga constante, mediante un sistema de brazos de palanca y pesos calibrados.

Por su parte, el estímulo térmico aplicado consistió en garantizar temperatura constante, mediante hornos de tubo de resistencia, lo que se concretó mediante un controlador PID (Proporcional, Integrativo, Derivativo) y un sistema de relés y termocupla. El sistema se actualizó, mediante el reemplazo de los contactores mecánicos ON-OFF (envejecidos) por relés de estado sólido.

Como la geometría de la probeta resultó en uno de los parámetros de ensayo, que se decidió como variable de comparación, se utilizaron -a igual tensión mecánica-dos geometrías de probetas, según especificaciones recomendadas: probeta con geometría de sección transversal circular (en adelante, probeta circular) y probeta con geometría de sección transversal rectangular (en adelante, probeta rectangular). Ambas presentaron dificultades para su mecanizado, debido a su pequeño tamaño (probeta de menor volumen que la herramienta de torno utilizada) y por la necesidad de lograr el menor desgaste del herramental en su proceso de deformación plástica y corte de viruta, especialmente para la fabricación de vástagos y mordazas de acero inoxidable.

1.4. El gas como parámetro de trabajo

A la hora de diseñar ensayos mecánicos con atmósfera controlada, en el de termofluencia también resulta factible utilizar un gas distinto al aire (mezcla de gases) [15-17]. Esto implica

considerar una ingeniería específica del equipamiento. En trabajos previos, de esta línea de investigación, se mencionan adaptaciones a máquinas de creep convencionales, para realizar pruebas en vacío, atmósfera y presión controladas; siendo el denominador común, en ciertas instalaciones donde se prevén pruebas con vacío, la afirmación de que ese sistema se habilita luego para ensayos con atmósfera controlada [16], [18], [19].

En general, los antecedentes consultados no refieren al hecho de si el gas atmosférico se encuentra estanco o circulante durante el ensayo de creep. A diferencia del trabajo de S. Ravi *et al.* [18], quienes utilizaron fluido circulante en el caso de atmósfera de sodio líquido, y mencionan el uso de gas estanco en el caso de atmósfera gaseosa [18]. En la Figura I-2 se visualiza la máquina que utilizaron para realizar ensayos de creep en atmósfera gaseosa controlada, adaptada para ensayar en atmósfera de sodio líquido circulante. Se destaca un componente principal en este desafío tecnológico: que el recipiente, contenedor de la probeta, debe acompañar el alargamiento de la misma durante el ensayo, y garantizar en simultáneo la constancia de la atmósfera requerida. En este caso, se visualiza el uso de un sello de fuelle (indicado como *bellow* en  Figura I-2) en ambos extremos del conjunto que sostiene la probeta.

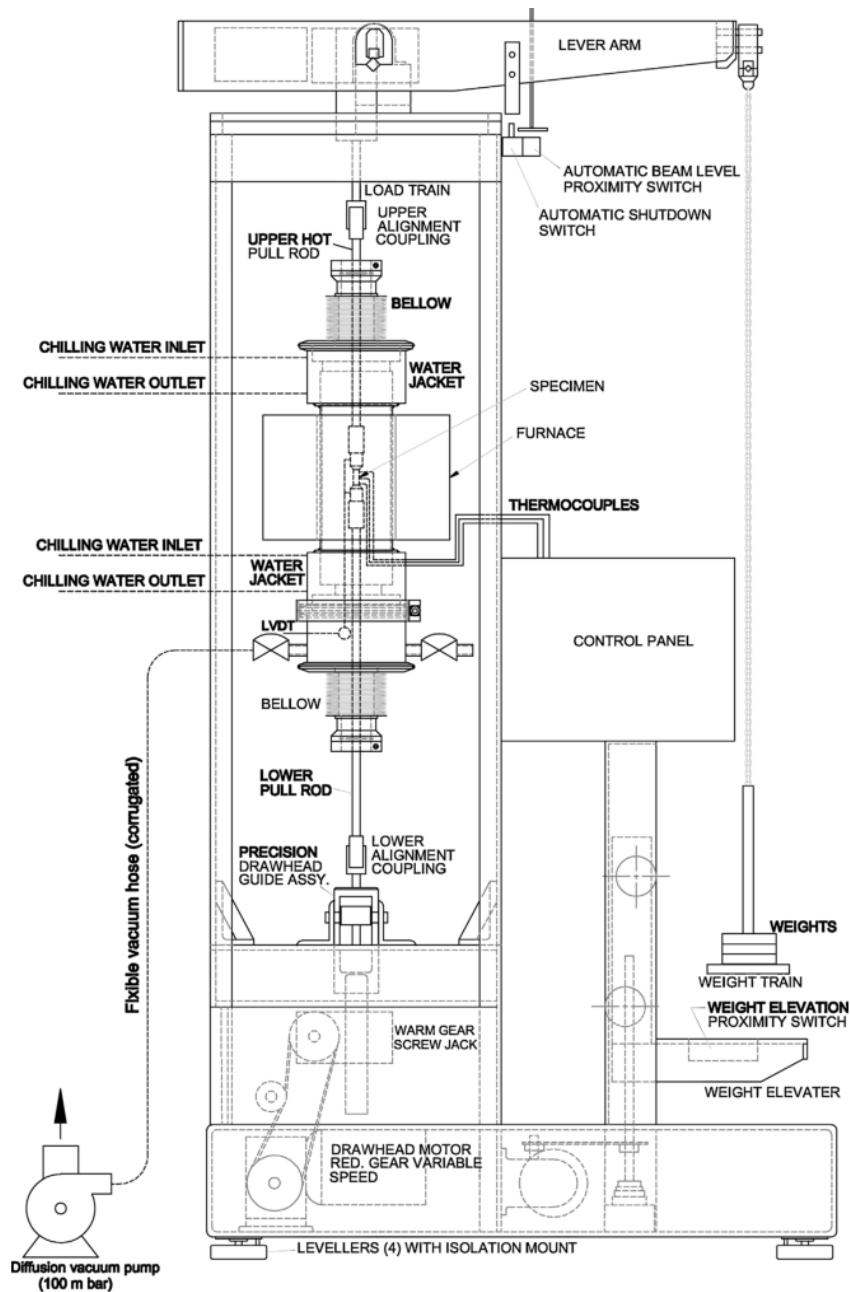


Figura I-2 Esquema de un equipo de creep con atmósfera de sodio líquido [18].

Respecto a la cámara donde se encuentra la probeta, los trabajos previos refieren a la metodología tecnológica para que el gas de la atmósfera llene el volumen creciente de dicha cámara mientras la probeta se alarga, que, generalmente, consistió en dotar a la cámara de tramos expandibles, similares a juntas de expansión comerciales, en los extremos superior e inferior, a los lados del conjunto que soporta a la probeta; de manera que los brazos que sostienen el porta muestra no deslicen respecto de la cámara sino que la misma cambie su longitud solidariamente con la probeta [20-23].

Al modificarse entonces el volumen de trabajo durante el ensayo, se debe considerar el suministro de gas que garantice la constancia de flujo en las condiciones atmosféricas requeridas. Un ejemplo de este sistema tecnológico se visualiza en Figura I-3, donde los índices 4 y 10 señalan las juntas de expansión mencionadas [19].

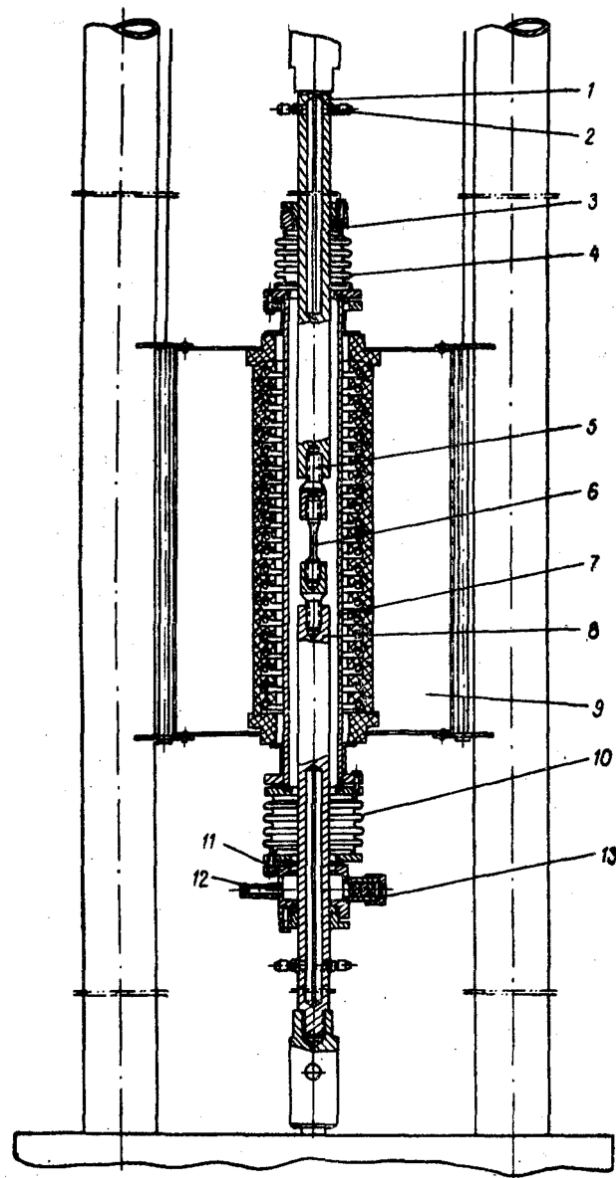


Figura I-3 Máquina de ensayos de creep adaptada, para pruebas en vacío y atmósfera controlada [19].

1.5. Aplicación tecnológica del ensayo de creep

En las distintas áreas del desarrollo científico-tecnológico (nuclear, automotriz, energético, etc.) [18], [24-28] y, en particular, a la hora de estudiar el fenómeno de creep, tanto desde la ciencia como desde la tecnología de los materiales, se recurre a ensayos de laboratorio. Estos se realizan tanto en probetas normalizadas como en otras de formato prueba-piloto (*ad hoc*), abocadas estas últimas a reproducir las condiciones *in situ* del componente de que se trate. En ambos casos, se debe garantizar previamente que los demás materiales de los componentes involucrados en el ensayo, distintos al de la probeta, no experimentarán creep o, los que se activaren, resulten despreciables frente al del material en estudio. La verificación experimental *preliminar* brinda respuesta a este requerimiento, para asegurar que el alargamiento medido represente mayoritariamente al creep de la probeta, y no a otro que resulte de la suma de este último más el de algún otro componente del conjunto que le transfiere carga a la misma.

En una estimación previa al ensayo, que contempla lo anterior, los mapas de Ashby de los materiales involucrados en el ensayo permiten establecer las velocidades de deformación del creep secundario [29]. Así, la del material en estudio debiera resultar órdenes de magnitud superior a la del resto de los materiales; cuanto más difieran, mejor.

Respecto a los ensayos normalizados, se describen en la bibliografía en función de, por ejemplo, el sistema material de estudio. Así, la norma ASTM E139 [30], que establece criterios para ensayos de termofluencia en sistemas materiales metálicos, también menciona que, en caso de requerirse una atmósfera distinta a la del aire natural, la probeta se coloque en una cápsula que “garantice las condiciones adecuadas al gas requerido”. Así lo visualizan y destacan distintos trabajos de investigación [15-17], [31-33].

Con respecto a los segundos, por ejemplo, se encuentran ensayos de prueba-piloto con el objetivo de estudiar la respuesta de la soldadura en elementos tubulares de materiales soldados y sellados para uso petroquímico, sometidos a creep por presión de hidrógeno [34], y ensayos de termofluencia por presiones internas de tubos de caldera en condiciones operativas [35].

El campo de tensiones aplicado en un ensayo normalizado suele materializarse con un sistema mecánico. Sin embargo, en los ensayos para prueba-piloto resulta factible concretar este campo desde otros estímulos, como, por ejemplo, la difusión de oxígeno gaseoso (O_2) en piezas de bajo espesor -entre 0,75 mm y 3,2 mm- de aleación de titanio (Ti), en donde, específicamente, la estructura molecular del material expuesto al oxígeno presentó un volumen específico mayor respecto del metal sin oxidar, lo que provoca campos de tensiones permanentes en el sistema que activan mecanismos de creep [36].

Como parámetros atmosféricos a controlar durante el ensayo de creep también se consideran en distintos trabajos, y en el amplio espectro de sistemas materiales, por ejemplo, la presión parcial de oxígeno [37] y el porcentaje de humedad [26-28], [38], para lo cual se requiere construir un recinto que garantice las condiciones ambientales aplicadas al material de la probeta, según el objetivo del trabajo en cuestión.

Esta tesis pretende entonces destacar la necesidad de comprender los múltiples parámetros naturales y tecnológicos que influyen en los ensayos de creep con atmósfera controlada, para obtener resultados precisos y confiables. Además, se presentó el desafío tecnológico de adaptar una máquina de ensayos de termofluencia, para realizar pruebas bajo una atmósfera en condiciones controladas. Esto implicó consideraciones específicas, en cuanto al suministro y control del gas, y la aplicación precisa de estímulos mecánicos y térmicos.

Por último, el presente trabajo ofrece una base técnica para futuras investigaciones y aplicaciones prácticas por parte de la División Fractura.

I.6. Bibliografía

- [1] G. Schoeck, «Theory of creep,» *Creep and Recovery*, pp. 199 -226, 1957.
- [2] W. N. Findley, J. S. Lai y K. Onaran, de *Creep And Relaxation Of Nonlinear Viscoelastic Materials With An Introduction To Linear Viscoelasticity*, Nueva York, Dover Publications inc., 1989, pp. 2-21.
- [3] C. Andrade, «The concept of creep,» *Creep and Recovery: A Seminar on Creep and Recovery of Metals Held During the Thirty-eighth National Metal Congress and Exposition*, pp. 176 -198, 1957.
- [4] M. A. Meyers, *Mechanical Behavior of Materials*, Cambridge University Press, 2008.
- [5] V. Sabelkin, G. Joshi, S. Mall, W. Porter y R. John, «Monotonic tension and creep behavior of single crystal CMSX-486 under combustion environment,» *Materials Science & Engineering A*, nº 569, p. 106–116, 2013.
- [6] «Instron sistemas de ensayos,» [En línea]. Available: <https://www.instron.com/es-ar/products/testing-systems?region=South%20America&lang=es-AR>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [7] «Advance Instrument Inc.,» [En línea]. Available: http://www.advanceinstrument.com/index_en.php. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [8] «Ibertest,» [En línea]. Available: <https://www.ibertest.es/>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [9] «Astillero Tandanor,» [En línea]. Available: <https://tandanor.com.ar/>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [10] «Instituto Nacional de Tecnología Industrial,» [En línea]. Available: <https://www.argentina.gob.ar/inti>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [11] «Laboratorio de Entrenamiento Multidisciplinario para la Investigación Tecnológica,» [En línea]. Available: <https://www.lemi.gov.ar/>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [12] «Astillero Río Santiago,» [En línea]. Available: <http://www.astillero.gba.gov.ar/>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [13] «Arsenal Naval Puerto Belgrano,» [En línea]. Available: <http://www.arpb.armada.mil.ar/>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [14] Instituto de Desarrollo Tecnológico para la Industria Química (CONICET -Universidad Nacional del Litoral, [En línea]. Available: <https://intec.conicet.gov.ar/>.

- [15] D. Reis, C. Silva, M. Nono, M. Barboza, F. P. Neto y E. Perez, «Effect of environment on the creep behavior of the Ti–6Al–4V alloy,» *Materials Science and Engineering A*, n° 399, p. 276–280, 2005.
- [16] A. Rosen y A. Rottem, «The Effect of High Temperature Exposure on the Creep Resistance of Ti-6Al-4V Alloy,» *Materials Science and Engineering*, n° 22, pp. 23-29, 1976.
- [17] S. H. Kim, J.-H. Cha y C. Jang, «Corrosion and creep behavior of a Ni-base alloy in supercritical-carbon dioxide environment at 650 °C,» n° 174, 2020.
- [18] S. Ravi, K. Laha, S. Sakthy, M. Mathew y T. Jayakumar, «Design of creep machine and creep specimen chamber for carrying out creep tests in flowing liquid sodium,» *Nuclear Engineering and Design*, n° 267, pp. 1-9, 2014.
- [19] V. V. Popovich, V. F. Shatinskii, I. V. Kondratenkov y M. I. Chaevskii, «Adaption of type MP-4G creep testing machines for mechanical tests in vacuum or in protective atmospheres,» *Fiziko-Khimicheskaya Mekhanika Materialov*, vol. 1, n° 5, pp. 596-600, 1965.
- [20] W. S. e. al., «System And Method For Testing Creep Property Under High-Temperature And High-Pressure Environment». China Patente CN109443948, 30 julio 2014.
- [21] R. F. Schweger, «Creep Testing Machine». Estados Unidos 1961 noviembre 28.
- [22] J. -. Y. SUH, H. -. J. KIM, Y. W. CHO, W. S. JUNG, J. -. H. SHIM, D. -. I. KIM, Y. -. S. LEE y J. HONG, «Apparatus for evaluating high -temperature creep behavior of metals , and method of evaluating the same». Seoul (KR) Patente US 20210140862A1, 13 May 2021.
- [23] J. H. Cleland, R. R. Hough y R. Rolls, «An apparatus for constant stress creep testing in ultrahigh vacuum and in controlled atmosphere conditions,» *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 9, n° 8, p. 628, 1976.
- [24] F. Tang, S. Nakazawa y M. Hagiwara, «Transient creep of Ti–Al–Nb alloys,» *Materials Science and Engineering*, n° A235, 2002.
- [25] M. Stueckelschweiger, D. Gruber, S. Jin y H. Harmuth, «Creep testing of carbon containing refractories under reducing conditions,» n° 45, pp. 9776-9781, 2019.
- [26] K. D. Richard y R. W. Wolfgang, «Pressure-Temperature Creep Testing as Applied to a Commercial Rock Salt,» Estados Unidos, 1976.
- [27] W. S. Kenner, T. C. Jones y V. M. L. Boffe, «Controlled Environmental Effects on Creep Test Data of Woven Fabric Webbing for Inflatable Space Modules,» Estados Unidos, 2020.

- [28] B. Sala, P. Watjanatepin, H. Zarafshani, V. Guicheret-Retel, F. Trivaudey, F. Scarpa, K. V. Acker y V. Placet, «Creep behaviour of eco-friendly sandwich composite materials under hygrothermal conditions,» n° 247, 2022.
- [29] M. F. Ashby, «A first report on deformation-mechanism maps,» *Acta Metallurgica*, vol. 20, pp. 887-897, 1972.
- [30] ASTM International, *Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials*, 2011.
- [31] W.-G. Kim, J.-Y. Park, G.-G. Lee, S.-D. Hong y Y.-W. Kim, «Temperature effect on the creep behavior of alloy 617 in air and helium environments,» *Nuclear Engineering and Design*, n° 271, p. 291–300, 2014.
- [32] Woo-Gon Kim et al, «Creep and Oxidation Behaviors of Alloy 617 in Air and Helium environments at 1173 K,» de *Procedia Engineering*, Korea, 2013.
- [33] W.-G. Kim, J.-Y. Park, G.-G. Lee, S.-D. Hong y Y.-W. Kim, «Temperature effect on the creep behavior of alloy 617 in air and helium environments,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 271, pp. 291-300, 2014.
- [34] G. Manna, P. Castello, F. Harskamp, R. Hurst y B. Wilshire, «Testing of welded 2.25CrMo steel, in hot, high-pressure hydrogen under creep conditions,» *Engineering Fracture Mechanics*, n° 74, pp. 956-968, 2006.
- [35] L. Jiang, T. Liying, Z. Rongcan, L. Ji, Z. Zhoubo, H. Shufang y W. Bohan, «Internal pressure creep test device for simulating service environment of boiler tubes in coal-fired power plant, and using method of internal pressure creep test device». China Patente CN 108195688, 2018.
- [36] K. Helmut y W. Lew, «Deformation of titanium by surface oxidation,» *Metallurgical Transactions*, vol. 2, n° 1, pp. 113-115, diciembre 1971.
- [37] J. Sha, T. Hinoki y A. Kohyama, «Thermal and mechanical stabilities of Hi-Nicalon SiC fiber under annealing and creep in various oxygen partial pressures,» *Corrosion Science*, n° 50, pp. 3132-3138, 2008.
- [38] R. Solas, X. Huang y K. Reifsnider, «Creep and stress-rupture of Nafion membranes under controlled environment,» *Mechanics of Materials*, n° 42, pp. 678-685, 2010.

Capítulo II. Antecedentes

II.1. Ensayo de creep con atmósfera controlada: reseña

El propósito del control atmosférico, durante el ensayo de termofluencia, es evaluar el efecto de la ausencia de la oxidación, en relación a la respuesta en atmósfera de aire. Esta comparación permite ponderar cómo la oxidación afecta la respuesta viscoelástica durante el ensayo de creep. Desde una perspectiva tecnológica, esta información permite orientar decisiones *in situ*, como, por ejemplo, estimar el tiempo a rotura por creep y determinar si la oxidación modifica notoriamente esta propiedad mecánica, lo que permitiría evaluar la necesidad o no de pasivar la superficie del componente en cuestión para evitar la oxidación.

Desde la década de los años 60', se realizaron ensayos de creep en condiciones de vacío y atmósfera controlada. Sin embargo, la mayoría de los ensayos que emplean gases atmosféricos, como argón (Ar) o nitrógeno (N₂), se concretaron en el siglo XXI. Ejemplos relevantes son los trabajos presentados por Corea del Sur, para aplicaciones nucleares, que son posteriores a 2010. En las patentes de maquinaria comercial, destinadas a realizar ensayos de termofluencia, se observa que la mayoría [1-3], salvo una excepción [4], se registraron en las primeras dos décadas del siglo XXI. Historización que destaca la evolución y el desarrollo continuo de las técnicas de ensayo de creep a lo largo del tiempo, con un énfasis creciente en la precisión y la aplicación específica, especialmente en el contexto de las tecnologías nucleares.

Cabe destacar que la tecnología aplicada a las cámaras de atmósfera controlada experimentó pocos cambios significativos a lo largo del tiempo. En general, se utilizó una atmósfera circulante con una presión ligeramente superior a la atmosférica, configuración más utilizada en los trabajos experimentales. Mayoritariamente, el gas empleado formó parte de un circuito neumático de anillo abierto, es decir que no se recircula, sino que fluía al exterior de forma controlada, cuya presión positiva garantizaba que no ingresara aire a la cámara portamuestra.

II.2. Áreas de interés: actores protagonistas

Las investigaciones relevadas de la literatura se orientan principalmente a las aplicaciones nucleares, metalúrgicas y aeroespaciales. Estos estudios se abordaron mayoritariamente desde universidades nacionales y organismos estatales [5-22], mientras que sólo uno por una empresa privada [23]. Se abarcó en ellas un amplio espectro de temas específicos, relacionados principalmente con la industria nuclear [9], [13], [14], [18-20], [24], ciencia de los materiales [5-7], [11], [12], [15], [16] y aeronáutica [8], [21-23].

Los trabajos de investigación preexistentes se agrupan en: investigación básica y aplicada, con una predominancia (60%) de la investigación básica en ciencia de materiales. Esto refleja el interés de la comunidad científico-tecnológica por comprender los fundamentos del comportamiento de los materiales, en las condiciones que se activan los mecanismos de creep, tales como: geometría de probeta, atmósfera, tensiones y temperaturas aplicadas, etc.; así como su aplicación en el desarrollo de nuevas tecnologías.

Además, se observa que una proporción significativa de los ensayos se realizó a presión atmosférica normal (1 atm) o bien ligeramente superior, lo que indica una tendencia a replicar las condiciones ambientales estándares de trabajo, para evaluar las respuestas de los materiales en aplicaciones concretas.

Resulta relevante resaltar que las investigaciones en Argentina con un enfoque específico en los ensayos de creep, se realizaron bajo condiciones de presión atmosférica normal [10], [14], [25-28]. Estas investigaciones se encuentran, en su mayoría, estrechamente ligadas a la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), lo que subraya el compromiso de la misma para comprender y gestionar el rendimiento de los materiales en condiciones de creep, particularmente en el ámbito del desarrollo nuclear.

II.3. Probetas: sistemas materiales ensayados al creep con atmósfera controlada

Para realizar ensayos de creep a materiales metálicos, se dispone de normas de ensayos de materiales que especifican los tamaños y geometrías recomendados para las probetas [29-31]. Si bien estas normativas ofrecen diferentes medidas y proporciones, para garantizar la representatividad de los resultados, no referencian específicamente sobre formatos de probeta particularmente idóneos para ensayos en atmósfera controlada.

Es importante destacar que, dada la complejidad técnico-operacional, asociada con la creación y mantenimiento de una atmósfera controlada en las cercanías de la probeta, se opta en tales casos por utilizar especímenes de tamaño reducido, en la medida que los resultados del ensayo continúen siendo representativos del material como un bloque único de materia. En ese sentido es que se utilizan, por ejemplo, miniprobetas, cuya longitud total es de 22 mm, con la ventaja de presentar resultados igualmente representativos, si en su lugar se emplearan probetas de mayor tamaño; así como facilitan el ensayo en condiciones controladas, ya que el volumen de gas a controlar en presión y temperatura es menor. Respecto al tamaño de probeta, se sugiere que el tamaño promedio de grano de un material metálico policristalino no resulte del orden de la menor dimensión de la probeta [32].

Los materiales estudiados para la respuesta al creep en atmósfera controlada consistieron fundamentalmente en sistemas metálicos de interés tecnológico, tales como aleaciones TiAl, Co-Re-Cr, Ni-16Cr-9Fe, acero CrMo2.25, acero inoxidable 316LN, Zircaloy-4, CMSX-486 base níquel (Ni) (monocristalino). Estas pruebas se realizaron con el objetivo de conocer su respuesta ante sollicitaciones prolongadas de carga mecánica y temperatura, que emularon sus condiciones operativas, lo que permitió caracterizar el comportamiento del material en condición de trabajo.

Como ejemplo de lo anterior, uno de los antecedentes en esta línea describe que se experimentó con Ni-16Cr-9Fe, aleación resistente a la corrosión, utilizada en tuberías de agua presurizada en reactores nucleares PWR. Allí, se ensayó la aleación, dopada con distintos porcentajes de carbono (C), a su temperatura de operación, para verificar cómo esto varía su resistencia al creep y a la corrosión bajo tensión en condiciones operativas [33].

II.4. Equipamiento para controlar la atmósfera

La literatura reveló que, para los ensayos de creep en condiciones atmosféricas normales, se utilizan, en general, equipos comerciales convencionales de termofluencia, **Figura II-1**, así como instalaciones *ad hoc*, para adaptarse a los requerimientos experimentales. Un ejemplo ilustrativo de este último enfoque se encuentra en la **Figura II-2**, que exhibe una instalación diseñada para someter probetas de material de interés aeronáutico al fenómeno de creep en un entorno de llama y gases de combustión de un carburante en particular, en las condiciones operativas a las que se expone el material en servicio [8].

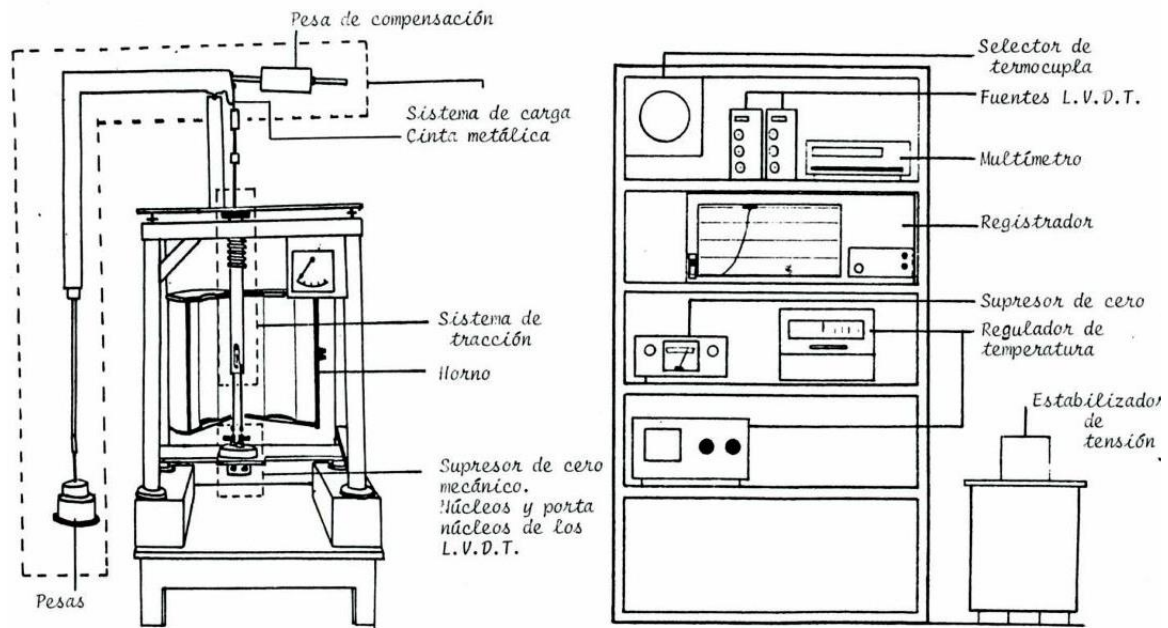


Figura II-1 Equipo para ensayos de termofluencia en probetas planas [14].

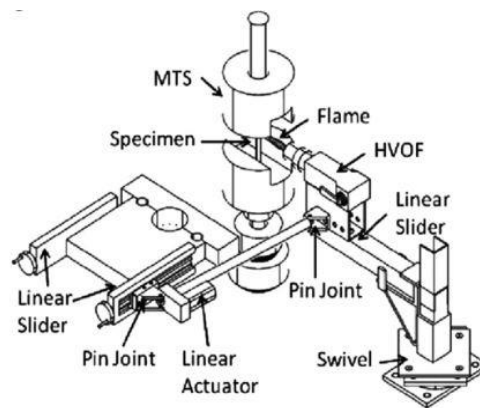


Figura II-2 Facilidad para ensayar probetas al creep en entorno de gases de combustión [8].

En cuanto al método de aplicación del estímulo mecánico, los dispositivos de ensayo más utilizados son los que provocan termofluencia a través de tracción uniaxial mediante un brazo de palanca con pesas de masa conocida, como en esta tesis. Además, se encuentran en bibliografía ensayos menos frecuentes que empleen métodos de indentación y presurización interna con hidrógeno, en probetas tubulares. Este último método implica el sellado de los extremos de la probeta, mientras se la mantiene externamente inmersa en una atmósfera inerte como medida de seguridad ante eventuales fugas, Figura II-3.

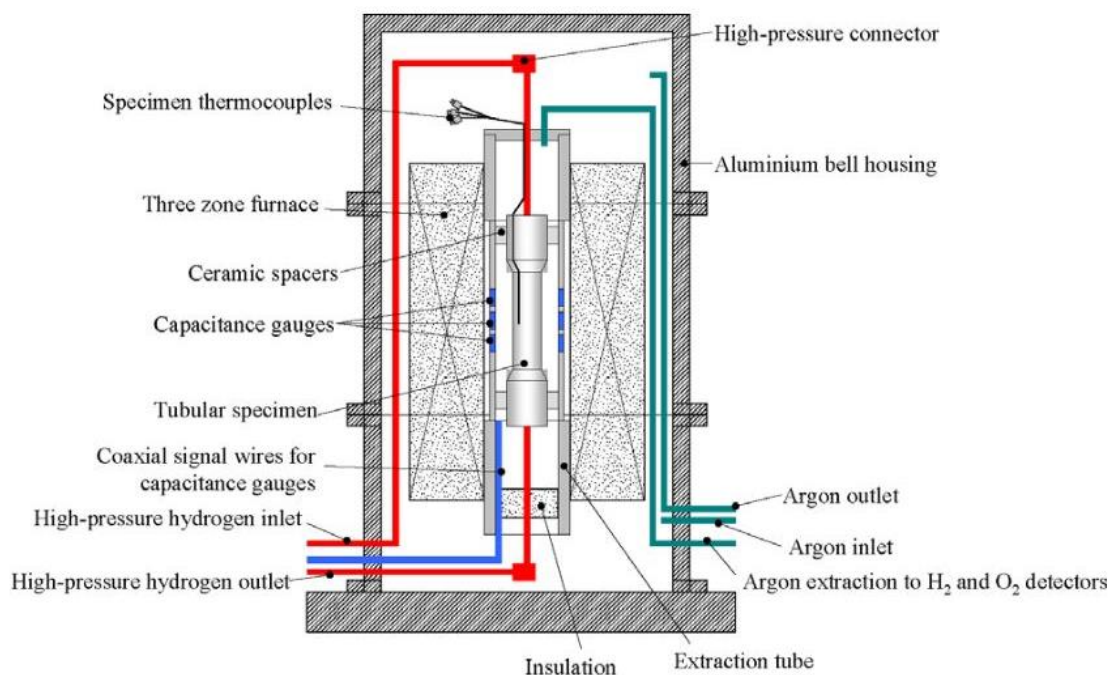


Figura II-3 Máquina para ensayar tubos bajo presión interna de $H_2(g)$ en atmósfera controlada inerte [11].

Respecto al control de atmósfera, el análisis de catálogos comerciales [34-37] y patentes alusivas [1-4] reveló una notable carencia de información detallada sobre las especificaciones técnicas de las instalaciones, destinadas a realizar ensayos en atmósfera controlada. En contraste, la mayoría de los estudios técnicos e informes indicaron que los ensayos de fluencia lenta, con control de la composición atmosférica, se realizaron principalmente en equipos comerciales diseñados para pruebas en condiciones atmosféricas normales, modificados *ad hoc* para generar la atmósfera controlada requerida.

En cuanto al gas circulante, de los artículos enfocados en los ensayos de creep, en el 44% se optó por realizarlos en condiciones de aire atmosférico, mientras que en el 56% restante se emplearon atmósfera controlada con otros gases y/o vacío. Las atmósferas aplicadas fueron las de argón (Ar) y $N_2(g)$, cuando se necesitaba eliminar o mitigar la oxidación de las muestras, mientras que, en casos puntuales, como en componentes que operan en un entorno de un gas en particular, se utilizó el gas afín.

Las cámaras que garantizan la atmósfera controlada son de volumen variable, gracias a juntas de expansión colocadas en el extremo superior.

En los casos consultados que refieren a ensayos de creep por tracción uniaxial, se midió el alargamiento de la probeta mediante galgas extensométricas (strain gauges) o varillas de extensometría, que traducen el desplazamiento relativo entre ellas en el exterior de la zona de trabajo, fuera del horno, cuantificándolo con un reloj comparador.

II.5. Ensayo y Procesamiento de los datos experimentales

Si bien en esta tesis no se analizan ni discuten los mecanismos de deformación plástica que se activan durante los ensayos, los trabajos previos dan cuenta no sólo de su metodología e importancia, sino también acerca del uso combinado de los gráficos relevados para dichos estudios con el análisis de las superficies de fractura, que sí se abordarán en los siguientes capítulos del presente trabajo.

De este modo, y con el objetivo de profundizar la comprensión acerca de la interacción entre los mecanismos de deformación y las condiciones ambientales para el caso de materiales metálicos bajo tensión y temperatura controladas, la bibliografía aborda la temática mediante técnicas experimentales que presentan varios puntos en común, respecto a las mediciones de creep en atmósfera controlada. En general, se suele trabajar en un gráfico *deformación ingenieril vs. tiempo*.

En este sentido, se obtienen las velocidades de deformación por creep *primario* y *secundario*, mediante la derivada primera de la deformación en función del tiempo, en la tendencia experimental relevada, de cuyo gráfico también se pondera el tiempo a rotura. Se mencionan a continuación trabajos que sientan antecedentes en esta línea.

En 2011, D. Peter, F. Otto *et al* abordaron el estudio de la fisuración por corrosión bajo tensión (SCC) en tubos de generadores de vapor en plantas nucleares con reactores nucleares del tipo PWR [33]. Allí sugieren que, aunque tradicionalmente se consideraba el comportamiento de deformación como atermal, debido a las bajas temperaturas de operación, el creep por dislocación completa puede ocurrir bajo tensiones residuales elevadas. Estas condiciones provocarían la fisuración intergranular, un fenómeno que también está influenciado por la presencia de carbono (C) en la aleación. En este caso, el procesamiento de datos consistió en graficar la deformación ingenieril de las probetas en función del tiempo, midiendo nuevamente la pendiente de las rectas afines, para obtener las velocidades de deformación por creep respectivas (ϵ). Además, se relevaron gráficos de tensión aplicada (σ) versus deformación ingenieril (ϵ), para cada una de las aleaciones ensayadas, y se utilizó microscopía electrónica de barrido (SEM), para analizar las superficies de fractura. El análisis por SEM permitió una caracterización detallada de las superficies de fractura, proporcionando valiosa información de los mecanismos de falla.

En 1994, T. M. Angeliu y G. S. Was investigaron el efecto del contenido de carbono (C) y cromo (Cr) en el comportamiento al creep y fisuración intergranular de aleaciones de Ni-Cr-Fe [38]. Graficaron la deformación ingenieril de las probetas en función del tiempo y midieron

las velocidades de deformación por creep ($\dot{\epsilon}$). Adicionalmente, graficaron la velocidad de deformación por creep en su estado estacionario en función de la tensión aplicada. Para investigar la entalladura de las probetas debido a la tracción, así, graficaron la longitud de cavitación de los bordes de grano en función de su inclinación respecto al eje de tracción. Las pruebas mostraron que, a menor contenido de estos elementos, la velocidad de deformación por creep en estado estacionario aumentaba, correlacionándose con una mayor severidad de la fisuración intergranular. Así, destacaron que el creep y la fisuración intergranular están interrelacionados a través de la formación de vacíos y cavidades en los bordes de grano, sugiriendo que el deslizamiento en estas zonas promueve la cavitación y, eventualmente, la falla del material.

En 2003, R. Sohn y T. Narita trabajaron sobre la oxidación de una aleación Fe-25Cr en argón (Ar) a 973 K [39], observaron cómo las tensiones externas afectaban el comportamiento de fisuración de la capa de óxido formada. Además de graficar la deformación ingenieril de las probetas en función del tiempo y medir las velocidades de creep ($\dot{\epsilon}$), midieron el ancho de las fisuras superficiales, que aparecieron en la capa externa de óxido del material de las probetas, después del ensayo de creep a carga constante. Centrarón el análisis en comparar los craquelados superficiales en la capa de óxido de las probetas en cada uno de los ensayos. Destacaron que las grietas se producían en los límites de grano hacia el final de la segunda etapa de creep, y luego en los granos de la aleación, cuya tenacidad del óxido disminuía con el crecimiento de la capa y la deformación por creep.

En otro orden de cosas, y con el objetivo de verificar la funcionalidad de la máquina de ensayos de creep, en 1969, I. Le May *et al* graficaron la deformación ingenieril de las probetas en función del tiempo, de allí estimaron la pendiente de estas curvas para determinar las distintas velocidades de creep ($\dot{\epsilon}$) [40]. Este procedimiento se centró en la validación del equipo y en la obtención de parámetros fundamentales de creep, específicamente en pruebas comparativas de creep en un acero inoxidable austenítico, bajo diferentes atmósferas: aire, nitrógeno (N_2), argón (Ar) y vacío. Los resultados mostraron que el acero se debilitaba significativamente bajo condiciones oxidantes en aire, en comparación con su comportamiento en argón (Ar) y vacío, donde se preservaban mejor sus propiedades mecánicas. En nitrógeno (N_2), los resultados resultaron inconclusos. Este debilitamiento se explicó por la interacción entre los mecanismos de oxidación y deformación, destacándose también una mayor formación de grietas en las superficies en atmósferas no oxidantes.

Del mismo modo, más recientemente, en 2010, D. A. P. Reis *et al* se enfocaron en verificar la funcionalidad del equipo mediante la realización de pruebas típicas [21]. Graficaron la

deformación ingenieril de las probetas en función del tiempo y midieron la pendiente de la recta en la fase estacionaria, para obtener las velocidades de creep (ϵ). Este estudio replicó el enfoque del trabajo mencionado en el párrafo anterior, subrayando la consistencia en los métodos de verificación del equipo. En este caso, el desarrollo de un sistema para ensayos de fluencia en atmósfera controlada permitió estudiar la influencia de la oxidación en la aleación Ti-6Al-4V bajo diferentes atmósferas a 500°C y 520 MPa. Finalmente, se demostró que la atmósfera de nitrógeno (N₂) resultó más eficaz, para aumentar la vida útil del material, evidenciando la importancia de un ambiente controlado para mejorar la durabilidad y desempeño del material en condiciones de alta temperatura y carga constante.

Finalmente, y en el mismo orden de cosas que los últimos dos casos testigo, en 2011, D. Peter, F. Otto *et al* presentaron un dispositivo avanzado de prueba de creep para miniprobetas, de dimensiones similares a las utilizadas en esta tesis, bajo una atmósfera de gas inerte a temperaturas de hasta 1150°C [32]. A este sistema lo aplicaron para estudios sobre deslizamiento en los límites de grano en una aleación TiAl, formación de cavidades por creep en cobre (Cu), y obtención de datos de creep a alta temperatura para una aleación Co-Re-Cr, demostrando la versatilidad y precisión del dispositivo. El objetivo central de este estudio también se centró en probar la máquina con ensayos típicos, siguiendo un enfoque similar a la generalidad de las fuentes consultadas, graficar la deformación ingenieril de las probetas en función del tiempo y midiendo las velocidades de creep (ϵ).

En resumen, los trabajos consultados se centraron principalmente en la verificación del equipo y la medición de parámetros básicos de creep. En ese sentido, hubo estudios que incorporaron análisis adicionales, como SEM, evaluación de fisuras superficiales y análisis de relaciones microestructurales. Estos enfoques detallados permitieron una comprensión más integral del comportamiento de creep bajo diferentes condiciones experimentales, reflejando la diversidad de técnicas necesarias para abordar las complejidades del fenómeno de creep en atmósferas controladas.

En términos generales, la literatura precedente a esta tesis ofrece una cantidad limitada de detalles técnicos sobre el proceso de ensayo en cuestión. Si bien queda claro que en los ensayos se aplica tensión mecánica, temperatura y atmósfera, para luego medir alargamiento, la escasez de información técnica es particularmente evidente en las secciones relacionadas con los métodos utilizados para garantizar una atmósfera controlada confiable, ya que predominan generalizaciones, en lugar de descripciones técnicas específicas.

Por ejemplo, R. Sohn y T. Narita, en 1969, describieron la utilización de un equipo Servo-pulsar Shimadzu Co. con una cámara ambiental acoplada, a la que se le aplicó vacío [39]:

“...después de la evacuación, al recipiente se le introduce gas argón (Ar) y el procedimiento se repite varias veces...”. Así, en la misma línea literaria inespecífica, en el trabajo de W.-G. Kim *et al* [9], se relata el procedimiento cualitativamente: “...se hizo vacío y se llenó la cámara de prueba con el gas de ensayo. Se repitió el procedimiento tres veces...”

En los antecedentes no se especifica si se realiza una evacuación del aire en la cámara antes de la introducción de la atmósfera de ensayo, o si se presume que el aire se desplaza previamente. Esta perspectiva implica un riesgo experimental significativo, debido a una interpretación simplista de la interacción entre un gas diatómico, como el $N_2(g)$, y el aire, una mezcla de gases, como sugieren las referencias bibliográficas consultadas. Es crucial destacar que, concebir al aire como un gas singular, aportaría solamente a un análisis equivocado a escala atómica, si se pretendieran discutir mecanismos de deformación plástica o garantizar que el ensayo se realizó en atmósfera controlada, como si ese control estuviera exento de la composición química de la misma.

Es decir que, a pesar de saberse que el aire no es un gas, el abordaje en los trabajos previos vislumbra concepciones como si lo fuera. Esta conceptualización reduccionista redundante en un proceso básico que se omite: el mezclado de un gas de única especie con una mezcla de gases en la cual ya existe el mismo. En este caso, el nitrógeno gaseoso. Ya que, al inyectar $N_2(g)$ en el interior de un recinto, que contiene aire, se debe destacar que el mismo ya posee cerca del 70 % en volumen de $N_2(g)$ también.

¿Por qué el $N_2(g)$ inyectado resultaría distinguible respecto del resto de las especies gaseosas presentes en el aire, como para asumir que fenomenológicamente no se mezclará con el $N_2(g)$ ya existente y las demás especies gaseosas que, de por sí, ya se encuentran mezcladas con $N_2(g)$? planteo cuya refutación resulta contraria a la que la literatura previa exhibe de manera tácita, sin mencionarlo explícitamente.

En consecuencia, desde el rigor científico, para asegurar que la atmósfera se constituirá únicamente con el gas requerido para el ensayo, se debieran evacuar por completo todas las especies químicas gaseosas presentes en el interior del recinto, esto incluye al $N_2(g)$ del aire presente. Así, una rutina de vacío cumpliría este requerimiento experimental, para luego plantear una segunda etapa de incorporación solamente de la especie gaseosa requerida, $N_2(g)$ en este trabajo.

La ingeniería para esto último no se vislumbra en la tecnología de los trabajos previos en esta línea de investigación. Así, esta tesis propone una novedosa y original estrategia y tecnología que pretende satisfacer el rigor científico de un ensayo de creep con una atmósfera *verdaderamente* controlada.

II.6. Bibliografía

- [1] L. Jiang, T. Liying, Z. Rongcan, L. Ji, Z. Zhoubo, H. Shufang y W. Bohan, «Internal pressure creep test device for simulating service environment of boiler tubes in coal-fired power plant, and using method of internal pressure creep test device». China Patente CN 108195688, 2018.
- [2] W. S. e. al., «System And Method For Testing Creep Property Under High-Temperature And High-Pressure Environment». China Patente CN109443948, 30 julio 2014.
- [3] J. -. Y. SUH, H. -. J. KIM, Y. W. CHO, W. S. JUNG, J. -. H. SHIM, D. -. I. KIM, Y. -. S. LEE y J. HONG, «Apparatus for evaluating high -temperature creep behavior of metals , and method of evaluating the same». Seoul (KR) Patente US 20210140862A1, 13 May 2021.
- [4] R. F. Schweger, «Creep Testing Machine». Estados Unidos 1961 noviembre 28.
- [5] F. Tang, S. Nakazawa y M. Hagiwara, «Transient creep of Ti–Al–Nb alloys,» *Materials Science and Engineering*, nº A235, 2002.
- [6] R. Widmer y N. J. Grant, «The Role of Atmosphere in the Creep-Rupture Behavior of 80 Ni-20 Cr Alloys,» *Journal of Basic Engineering*, pp. 882-886, diciembre 1960.
- [7] J. Sha *et al.*, «Thermal and mechanical stabilities of Hi-Nicalon SiC fiber under annealing and creep in various oxygen partial pressures,» *Corrosion Science*, nº 50, pp. 3132-3138, 2008.
- [8] V. Sabelkin, G. Joshi, S. Mall, W. Porter y R. John, «Monotonic tension and creep behavior of single crystal CMSX-486 under combustion environment,» *Materials Science & Engineering A*, nº 569, p. 106–116, 2013.
- [9] W.-G. Kim, J.-Y. Park, G.-G. Lee, S.-D. Hong y Y.-W. Kim, «Temperature effect on the creep behavior of alloy 617 in air and helium environments,» *Nuclear Engineering and Design*, nº 271, p. 291–300, 2014.
- [10] J. I. Delmastro, *Optimización del diseño de una maquina de creep-fatiga*, Bariloche: CNEA; Instituto Balseiro; Universidad Nacional de Cuyo, 2019.
- [11] G. Manna, P. Castello, F. Harskamp, R. Hurst y B. Wilshire, «Testing of welded 2.25CrMo steel, in hot, high-pressure hydrogen under creep conditions,» *Engineering Fracture Mechanics*, nº 74, pp. 956-968, 2006.
- [12] A. Rosen y A. Rottem, «The Effect of High Temperature Exposure on the Creep Resistance of Ti-6Al-4V Alloy,» *Materials Science and Engineering*, nº 22, pp. 23-29, 1976.

- [13] W.-G. Kim, I. Ekaputra, J.-Y. Park, M.-H. Kim y Y.-W. Kim, «Investigation of creep rupture properties in air and He environments of alloy 617 at 800 °C,» n° 306, pp. 177-185, 2016.
- [14] A. J. Marzocca, *Influencia de la microestructura sobre la termofluencia (creep) de Zircaloy-4 a 673 K*, Buenos Aires: Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires., 1985.
- [15] V. V. Popovich, V. F. Shatinskii, I. V. Kondratenkov y M. I. Chaevskii, «Adapation of type MP-4G creep testing machines for mechanical tests in vacuum or in protective atmospheres,» *Fiziko-Khimicheskaya Mekhanika Materialov*, vol. 1, n° 5, pp. 596-600, 1965.
- [16] J. H. Cleland, R. R. Hough y R. Rolls, «An apparatus for constant stress creep testing in ultrahigh vacuum and in controlled atmosphere conditions,» *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 9, n° 8, p. 628, 1976.
- [17] W. S. Kenner, T. C. Jones y V. M. L. Boffe, «Controlled Environmental Effects on Creep Test Data of Woven Fabric Webbing for Inflatable Space Modules,» Estados Unidos, 2020.
- [18] S. H. Kim, J.-H. Cha y C. Jang, «Corrosion and creep behavior of a Ni-base alloy in supercritical-carbon dioxide environment at 650 °C,» n° 174, 2020.
- [19] Woo-Gon Kim et al, «Creep and Oxidation Behaviors of Alloy 617 in Air and Helium environments at 1173 K,» de *Procedia Engineering*, Korea, 2013.
- [20] S. Ravi, K. Laha, S. Sakthy, M. Mathew y T. Jayakumar, «Design of creep machine and creep specimen chamber for carrying out creep tests in flowing liquid sodium,» *Nuclear Engineering and Design*, n° 267, pp. 1-9, 2014.
- [21] D. A. P. Reis, C. M. Neto, M. d. C. A. Nono, M. J. R. Barboza, C. R. M. d. Silva y F. P. Neto, «Development of a system to creep tests in controlled atmosphere,» de *65th ABM International Congress, 18th IFHTSE Congress and 1st TMS/ABM International Materials Congress*, 2010.
- [22] D. Reis, C. Silva, M. Nono, M. Barboza, F. P. Neto y E. Perez, «Effect of environment on the creep behavior of the Ti-6Al-4V alloy,» *Materials Science and Engineering A*, n° 399, p. 276-280, 2005.
- [23] K. Helmut y W. Lew, «Deformation of titanium by surface oxidation,» *Metallurgical Transactions*, vol. 2, n° 1, pp. 113-115, diciembre 1971.
- [24] H. Schroeder *et al.*, «Helium effects on the creep and fatigue resistance of austenitic stainless steels at high temperatures,» *Nuclear Engineering and Design. Fusion*, vol. 2, n° 1, 1985.
- [25] C. Zarate, «Máquina de ensayos de creep-fatiga,» Mar del Plata, 2006.

- [26] A. L. Marzocca, «Caracterización de los precipitados presentes en un acero ASTM A335 Gr. P91 soldado por el proceso FCAW,» 2014.
- [27] H. De Cicco, C. A. Danon y N. E. Zavaleta-Gutierrez, «Influencia del tiempo de revenido a 780 °C sobre la resistencia al creep del acero ASTM A335 P91,» *Revista Materia*, vol. 23, nº 02, 2018.
- [28] M. A. Bergant, «Estudio de las cinéticas de recuperación y creep en aceros al Cr-Mo sin y con deformación previa,» 2008.
- [29] ASTM, «E139-11 (2011) Standard Method for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials,» *Annual Book of ASTM Standards*.
- [30] DIN Deutsches Institut für Normung, «DIN 50125: Testing of Metallic Materials».
- [31] ASTM International. American Society for Testing and Materials, «E292 – 09 Standard Test Methods for Conducting Time-for-Rupture Notch Tension Tests of Materials,» 2010.
- [32] D. Peter, F. Otto et al, «High temperature test rig for inert atmosphere miniature specimen creep testing,» *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 42, nº 6, pp. 493 -499, 2011.
- [33] J. K. Sung, «Effect of Carbon on the Low-Temperature Creep Behavior of Ni-16Cr-9Fe,» *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*, vol. 23A, pp. 1033-1037, 1992.
- [34] «Ibertest,» [En línea]. Available: <https://www.ibertest.es/>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [35] «Instron sistemas de ensayos,» [En línea]. Available: <https://www.instron.com/es-ar/products/testing-systems?region=South%20America&lang=es-AR>. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [36] «Advance Instrument Inc.,» [En línea]. Available: http://www.advanceinstrument.com/index_en.php. [Último acceso: 09 febrero 2023].
- [37] A. Group, «AET Group,» [En línea]. Available: <https://www.aet.group/en/home>. [Último acceso: 06 04 2023].
- [38] T. M. Angelu y G. S. Was, «Creep and intergranular cracking of Ni-Cr-Fe-C in 360 °C,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25A, pp. 1169 -1183, 01 06 1994.
- [39] R. Sohn y T. Narita, «Cracking Behavior of Cr₂O₃ Scales on Fe-25Cr Alloys under Creep Deformation at 973 K in Ar Atmosphere,» *Oxidation of Metals*, vol. 59, 2003.
- [40] I. Le May, K. J. Truss y P. S. Sethi, «The Effects of Some Gaseous Environments on the Creep of a Stainless Steel,» *Journal of Basic Engineering*, vol. 91, pp. 575 -580, 12 1969.

Capítulo III. Desarrollo experimental

III.1. Introducción

Realizar un ensayo de laboratorio permite plantearse *a priori*: ¿Qué tipo de estímulo se aplica a la probeta? ¿Qué respuesta se espera medir como consecuencia de dicho estímulo?

Durante la realización de un ensayo, se aplican condiciones controladas a la probeta, para medir su respuesta. La probeta, el estímulo aplicado y dicha respuesta son componentes centrales del proceso experimental, a los cuales se denominarán, de aquí en adelante, como *parámetros de ensayo*.

En este capítulo se proporciona una descripción conceptual y técnica de los ensayos realizados, y de los desafíos tecnológicos que surgieron durante la planificación y ejecución del proceso experimental, explicando su abordaje y resolución.

Con el objetivo de agilizar la lectura, se optó por presentar la información desde lo general a lo particular; primeramente, con descripciones globales de cada proceso en los apartados *Plan experimental* y *Procedimiento de ensayo*, posteriormente, en las siguientes secciones, se profundiza en detalles técnicos sobre cada uno de los procesos que se presentan.

Así, en la sección *Materiales -caracterizaciones* se abordan las propiedades intrínsecas, tanto de los metales que se utilizaron, para construir la facilidad de ensayo, como las del material a ensayar. En la sección *Probetas*, se presenta la geometría y dimensiones de las mismas. Finalmente, en la sección *Equipamiento* se describen las características de la máquina de ensayos y los parámetros controlados y/o medidos desde la misma. Se incluyeron en dicho inciso todas las reformas aplicadas a la infraestructura disponible, como parte de la presente investigación, para cumplir con el plan experimental.

III.2. Plan experimental

En el ensayo de creep, una propiedad mecánica importante es la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ de la probeta, que permite evaluar su dependencia con el material de ensayo y los estímulos aplicados.

Por medio de técnicas analíticas, para extrapolar los resultados a tiempos y temperaturas diferentes de los de la prueba en laboratorio, el ensayo proporciona información valiosa sobre la resistencia a la deformación de un material a largo plazo, es decir, su estabilidad estructural y su capacidad para soportar cargas durante períodos prolongados. Los resultados de estas pruebas son fundamentales en el diseño y la selección de materiales, para aplicaciones donde

se requiere resistencia a la deformación bajo cargas constantes -especialmente a altas temperaturas-, donde, ciertos fenómenos, como la termofluencia, resultarían críticos a la prestación del componente.

En la presente tesis, se realizaron ensayos de creep hasta la rotura con probetas de acero ASTM A-335-P11 (en adelante, *acero espécimen*) extraídas de un tubo sin costura utilizado para servicio de vapor a alta temperatura. El objetivo principal fue analizar la variación de la tasa de deformación, representada por $\dot{\epsilon}$. En ese sentido, y para cada ensayo, se midió el alargamiento de la probeta en función del tiempo de ensayo transcurrido. Además, se registró el tiempo a rotura, con el fin de recopilar datos para comparar con las predicciones según los diagramas de Larson-Miller, previo a los ensayos.

Durante la ejecución del plan experimental, se realizaron ensayos con distintos valores de los parámetros: *carga mecánica, temperatura, composición de atmósfera y geometría de probeta*, con el propósito de comparar la respuesta del material según el caso.

Inicialmente se trabajó con atmósfera de aire en probetas del *acero espécimen*, variando los parámetros mencionados en el párrafo anterior. Posteriormente, se realizó una segunda serie de ensayos con atmósfera de nitrógeno gaseoso ($N_2(g)$), variando los demás parámetros del mismo modo que en la serie de ensayos en aire. Las características de los estímulos se resumen:

- El estímulo mecánico aplicado consistió en una carga de tracción uniaxial constante.
- El estímulo térmico consistió en garantizar una temperatura constante.

El control del flujo de nitrógeno gaseoso se concretó mediante una ingeniería aplicada, que permitió cumplir con los objetivos señalados en el capítulo I de la presente tesis. De esta manera, se presentan los ensayos realizados, clasificados según atmósfera de ensayo y geometría de la sección transversal de las probetas.

El objetivo experimental se abocó a explorar respuestas *preliminares* de las probetas ensayadas, es decir, la realización, análisis y conclusiones de los primeros ensayos en las condiciones tecnológicas fabricadas *ad hoc*. A futuro, resultará factible un plan experimental que permita analizar estadística de datos, debiendo así aumentar la cantidad de ensayos. En total, se realizaron 14 ensayos, Tabla III-1. Esto, con el objetivo de evaluar la validez del criterio de Larson-Miller para predecir tiempo de fin de vida útil, incluyendo el cambio de atmósfera que rodea al material de estudio.

Tabla III-1 Cantidad de ensayos realizados en cada condición.

Gas atmosférico		Aire	N ₂ (g)
Perfil transversal probeta	Circular	6	4
	Rectangular	2	2

Total	=	14	Ensayos
-------	---	----	---------

La selección de los parámetros *carga mecánica y temperatura*, para cada ensayo de creep, según Tabla III-2, se realizó de acuerdo al criterio de Larson-Miller, basado en datos estadísticos recopilados de pruebas anteriores en un acero tipo P11, documentadas en el manual EPRI [1], esto permitió estimar de forma preliminar, para el acero espécimen utilizado en esta tesis, el valor de su parámetro de Larson-Miller.

Así, se estableció una duración aproximada de 168 horas por ensayo (7 días), como variable de entrada, con el objetivo de cumplir con los plazos para la presente investigación, de acuerdo a las ecuaciones del análisis que vincula el tiempo de rotura al creep, la tensión mecánica y temperatura en dicho ensayo, según el manual [1].

Tabla III-2 Tensión mecánica y temperatura aplicadas en cada ensayo.

Ensayo N°	Atmósfera	Geometría probeta	Temperatura [°C]	Tensión [MPa]
1	Aire (≈70% N ₂ (g))	Circular	597	112
2				138
3			652	53
4				69
5			758	24
6				37
7		Rectangular	597	112
8			652	69
9	N ₂ (g)	Circular	597	112
10				112
11			652	69
12				73
13		Rectangular	597	112
14			652	69

III.3. Materiales -caracterizaciones

Las caracterizaciones consistieron en la estimación de la composición química de los aceros y sus tamaños promedios de grano. Estas aportaron información al análisis que permitió garantizar la veracidad del alargamiento medido. Es decir, que la medición de este, durante el ensayo de creep, se correspondiera con el de la probeta del material en estudio, y no con otra que resultare de la suma de esta última con las de los demás componentes solidarios a la probeta, que también experimentarán la temperatura y carga mecánica del ensayo. Así, el uso del mapa de Ashby requiere conocer al policristal metálico en cuestión, con nomenclatura específica y tamaño promedio del grano.

En complemento al análisis de la probeta, la simulación por elementos finitos del estado tensional estructural exhibe la configuración particular de la posible concentración de tensiones en los valles y crestas de los filetes de roscas, presentes en los cabezales y vástagos que sujetan a la misma, cuyos valores de tensiones también aportan al ingreso de los mapas de Ashby para el análisis mencionado acerca de garantizar que las velocidades de deformación por creep en estos puntos no excedan a la de la probeta.

Como se mencionó anteriormente, para realizar los ensayos en las probetas de *acero espécimen*, se diseñaron tanto un sistema de sujeción, que permitiera aplicar carga mecánica uniaxial a las mismas, como otro que permitiera controlar la atmósfera, con el tubo AC². Para la fabricación de ambos, se utilizó material proveniente de lotes de acero inoxidable (en adelante, *acero auxiliar*) disponibles en los talleres de la División³. Esta elección se fundamentó en la disponibilidad inmediata de dicha materia prima, así como en la alta posibilidad⁴ de que el material resultare adecuado para los propósitos como acero para uso nuclear.

Luego de seleccionados dichos materiales, se sometieron a las caracterizaciones química y estructural. Se muestra en Figura III-1 las piezas de donde se extrajo el material, para mecanizar las probetas (*acero espécimen*) y los accesorios complementarios⁵ (*acero auxiliar*).

² Tubo AC: *tubo de Atmósfera Controlada*. Cámara tubular dentro de la cual se realiza el ensayo en atmósfera de N₂(g).

³ Cada vez que se lee esta palabra, se refiere a: División Fractura. Gerencia Materiales. Centro Atómico Constituyentes. Comisión Nacional de Energía Atómica. República Argentina.

⁴ Según la experiencia del personal de la División, luego se verificó por los análisis de laboratorio mencionados en este capítulo.

⁵ Se construyeron en *acero auxiliar* los siguientes accesorios complementarios para la máquina de ensayos: mordazas para probeta rectangular; mordazas para probeta circular; vástagos; tubos AC. Para visualizar sus planos técnicos, ver Anexo A.



Tubo A°especimen



Barra A°auxiliar

Figura III-1 *Materiales en bruto a caracterizar.*

Como se mencionó, y para asegurar que el alargamiento medido en el ensayo de creep refleje fielmente el de la probeta, y no el de las mordazas y vástagos, primeramente, se estimaron las velocidades de deformación ($\dot{\epsilon}$), para el acero espécimen y el acero auxiliar, con los mapas de Ashby correspondientes, según las condiciones de ensayo previstas en esta tesis. Estos proporcionan una herramienta de análisis sobre los diferentes mecanismos de deformación que se activarían en un material, en diversas condiciones de temperatura, carga y tamaño de grano. Permiten identificar los rangos de temperatura y tensión mecánica en los que cada mecanismo de deformación resulta dominante, lo que facilita la selección de materiales para aplicaciones específicas y el diseño de componentes que operan en determinadas condiciones [2].

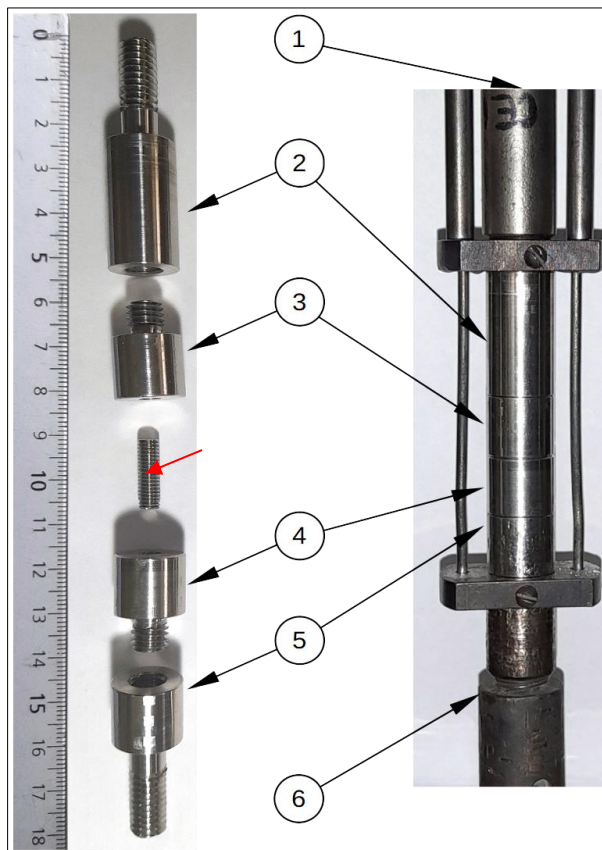
Previamente, por lo tanto, se caracterizaron los materiales involucrados, en dos aspectos: se midieron el tamaño promedio de grano y la composición química, ya que dichos mapas se confeccionan para determinado tamaño promedio de grano y sistema material conocido. También permitieron estimaciones del tiempo a rotura, mediante el criterio de Larson-Miller, según el handbook disponible para este análisis [1].

Posteriormente a las caracterizaciones, y considerando los estímulos *temperatura* y *carga mecánica*, definidos para 168 h (7 días) de ensayo, se estimó que los componentes resultarían aptos para las condiciones de trabajo requeridas, de modo que la velocidad de deformación de la probeta resultare mayor a las de los demás componentes involucrados en su emplazamiento (el análisis y discusión de este apartado se ampliará en el capítulo 4).

Una vez estimada analíticamente la idoneidad experimental del *acero auxiliar*, para conformar las mordazas y accesorios complementarios⁶ se la contrastó empíricamente, lo cual requirió de una prueba piloto. Esto implicó emplazar al dispositivo de ensayo de la misma manera que se procedería para los ensayos con las probetas del acero espécimen, con la excepción de que no se colocó una probeta entre las mordazas (Figura III-2). En su lugar, se unieron las dos mordazas entre sí mediante un vástago continuo de rosca macho (de material distinto al de la probeta –acero comercial-) y se aplicaron los estímulos *temperatura* (758°C, la mayor temperatura contemplada en el plan experimental) y *carga mecánica* -mediante brazo de palanca con 17,2 kgf de peso-. Esta prueba piloto duró 72,5 horas, durante las cuales no se observó cambio alguno en la morfología de mordazas ni en la de los elementos complementarios.

Además de la respuesta mecánica -velocidad de deformación-, estimada analíticamente con los mapas de Ashby y verificada en laboratorio, también se analizó la respuesta del sistema al estímulo térmico, mediante el análisis experimental de los alargamientos producidos por expansión térmica. Esto se visualizó en el reloj comparador, sin aplicar carga mecánica. Así, se estableció un tiempo de espera previo a la aplicación de la carga mecánica (inicio del ensayo de creep), con el criterio de confirmar que el sistema alcanzó su equilibrio térmico. Por lo tanto, se estableció que el material seleccionado para la fabricación de los accesorios resultó adecuado para el plan experimental.

⁶ Se construyeron en *acero auxiliar* los siguientes accesorios complementarios para la máquina de ensayos: mordazas para probeta rectangular; mordazas para probeta circular; vástagos; tubos AC. Para visualizar los planos técnicos de los mismos, ver Anexo A.



Izquierda: elementos a utilizar en la verificación del acero auxiliar.

Derecha: prueba de verificación emplazada, lista para comenzar tracción y calentamiento.

Referencias:

- 1) Espiga superior de tracción
- 2) Vástago superior
- 3) Mordaza superior
- 4) Mordaza inferior
- 5) Vástago inferior
- 6) Espiga inferior de tracción

Figura III-2 Sistema para verificación al creep del A° auxiliar. En lugar de la probeta de acero P11, se utilizó un vástago de rosca macho continuo de acero comercial (flecha roja).

III.4. Composición química de los aceros

Para determinar la composición química de los materiales a utilizar, se los caracterizó mediante diferentes técnicas, a saber:

- Espectrometría de chispa (OES; Optical Emission Spectrometry), Figura III-3.
- Espectroscopía de plasmas inducidos por láser (LIBS; Laser-Induced Breakdown Spectroscopy).
- Análisis de carbono (C) y azufre (S) con horno a inducción y celda infrarroja.
- Determinación de impurezas mediante ICP-OES.

Conocer la composición química permitió establecer las denominaciones técnicas de los aceros utilizados, lo cual garantizó una búsqueda bibliográfica acorde a los sistemas materiales de trabajo.

Se observa en la Figura III-4 la disposición de la muestra rectangular de acero espécimen sobre la platina portamuestras de la máquina OES, y el electrodo de chispeo posicionado para iniciar el ensayo de caracterización.



Figura III-3 Muestra acero espécimen posicionada para análisis OES.

A continuación, se resumen los resultados de los análisis químicos cuantitativos en laboratorio de ambos aceros; para más detalle, consultar el Apéndice 1.

Tabla III-3 Composición química de los aceros.

Análisis acero auxiliar	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	N	Nb	Ti	P	S
Espectrometría de chispa (OES)	0,0507	23,62	18,83	1,83	0,829	0,289	0,0661	0,0447	0,0878	0,0279	0,0012
Análisis de C y S con horno a inducción y celda infrarroja	0,041	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	0,0032
Determinación de impurezas mediante ICP-OES	n/a	24,2	19,4	1,9	n/a	<1	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a

Análisis acero espécimen	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
Espectrometría de chispa (OES)	0,253	0,414	0,21	0,004	0,0041	1,03	0,0189	0,648
Análisis de C y S con horno a inducción y celda infrarroja	0,27	n/a	n/a	n/a	0,0018	n/a	n/a	n/a
Determinación de impurezas mediante ICP-OES	n/a	0,56	n/a	n/a	n/a	0,9	n/a	<1

Con la caracterización mediante el análisis de la *composición química*, se determinó que los aceros resultaron (ver Apéndice 1):

Acero auxiliar (mordazas; vástagos; tubo AC)..... $\approx$ acero inoxidable, **AISI 310S**

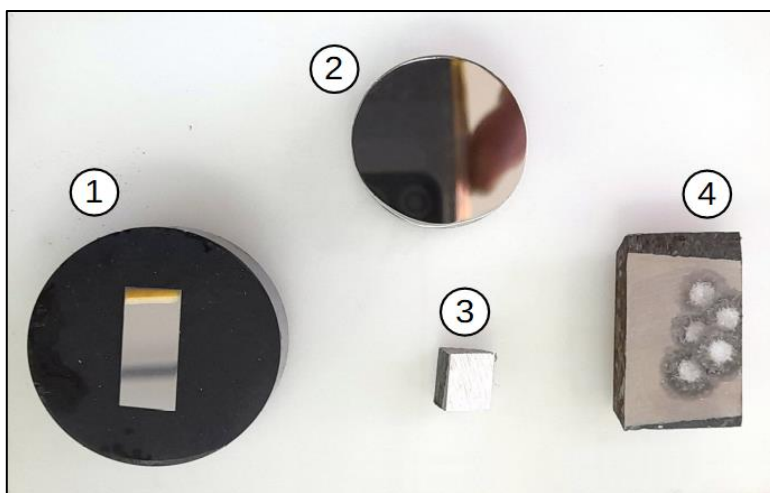
Acero espécimen (probetas)..... $\approx$ acero ferrítico, ASTM A 335 **P11**⁷

⁷ Se priorizó el contenido de cromo (Cr) y molibdeno (Mo) para la denominación.

III.5. Tamaño promedio de grano

Se estimó el tamaño promedio de grano de los aceros a utilizar, lo cual implicó un doble objetivo. Por un lado, conocer el tamaño promedio del grano, en tanto condición necesaria para el uso del mapa de Ashby; mientras que, por otro, verificar que, en el caso del *acero espécimen*, su tamaño promedio de grano no resultare mayor a la menor dimensión de cada probeta, de modo que los resultados del ensayo de creep en laboratorio resultaren representativos del comportamiento como un todo del policristal del acero P11 [3], requerimiento que resulta factible de validarlo si se considera evitar concebir al policristal como la vinculación discreta de varios monocristales en serie. Así, se utilizaron muestras de ambos materiales para realizar un análisis metalográfico, que permitió develar los bordes de grano y obtener micrografías por microscopía óptica.

De las muestras de *acero auxiliar* (inoxidable) se cortó una rodaja o disco de barras cilíndricas comerciales de diámetro 15 mm, trabajándose luego directamente con este trozo, sin necesidad de inclusión. Las muestras de *acero espécimen* (P11) se obtuvieron cortándolas de un tubo sin costura, con una amoladora de banco -disco de corte 30A24-. Debido a su forma y tamaño, se encapsuló la inclusión en baquelita, mediante una prensa de embutido durante 6 minutos, a 180°C, según procedimiento sugerido por personal del sector: División Metalografía y Ensayos Termomecánicos, de la Gerencia Materiales (CAC-CNEA). En Figura III-4 se aprecian las muestras preparadas.



1)Muestra embutida A°especimen ; 2)Muestra circular A°auxiliar ; 3)Muestra para análisis químico A°auxiliar ; 4)Muestra para análisis químico A°especimen

Figura III-4 Muestras preparadas para análisis metalográfico.

Luego del corte y embutido, se pulieron las superficies mediante granulometría decreciente en el siguiente orden de aplicación:

Tabla III-4 Granulometrías empleadas para pulido mecánico.

Granulometría [μm]	Método para pulido mecánico
65	Papel abrasivo
40	
25	
15	
6	Pasta de diamante
1	
0,3	Pasta de alúmina

Tras el pulido mecánico, se continuó con un pulido químico, según Tabla III-5. Cada muestra se pulió nuevamente antes de cada ataque con pasta de alúmina, para eliminar impurezas atmosféricas, propias del paso del tiempo.

Tabla III-5 Soluciones para los pulidos químicos.

Muestra	Material	Ataque químico
1	Acero auxiliar	Ácido oxálico 10% ; carga = 10 V
2	Acero espécimen	Reactivo Vilella. 1 [g] de ácido pícrico + 5 [ml] de HCl + 100 [ml] de etanol
		Nital al 2% (2 [ml] HNO ₃ + 98 [ml] de Etanol (C ₂ H ₅ OH))
		80[ml] de etanol 96% ; 10 [ml] de N ₂ O ₃ ; 10 [ml] de HCl ; 1 [g] de ácido pícrico

Con las micrografías obtenidas con microscopio óptico Olympus BM60, se estimaron los tamaños de grano de ambos policristales, según las metodologías que sugiere la norma ASTM E112-13. Se optó por el método de intersección lineal de Heyn, tanto para el *acero auxiliar* como para el *acero espécimen*. Los tamaños de grano estimados se presentan en la Tabla III-6.

Tabla III-6 Tamaños de grano promedio medidos.

Muestra	Material	Diámetro promedio de grano ($\bar{d}$) [μm]	Tamaño de grano ASTM (número G)
1	Acero auxiliar	32,0 ± 7,4	7
2	Acero espécimen	5,5 ± 0,8	12

El diámetro promedio de grano de la muestra 1 es de $32,38 \pm 7,7 \mu\text{m}$, y el de la muestra 2 de $5,46 \pm 0,8 \mu\text{m}$. Se concluye que el *acero espécimen* es apto para el ensayo, ya que su diámetro promedio de grano resulta tres órdenes de magnitud menor que la mínima dimensión de las probetas, (diámetro= $3,00 \pm 0,02 \text{ mm}$ para la de sección circular; espesor= $2,00 \pm 0,05 \text{ mm}$ para la de sección rectangular).

III.6. Probetas

En los ensayos se emplearon dos tipos de probetas, cuya geometría fue propuesta para ensayos de creep:

- *Probeta circular* (probetas con perfil transversal circular)
- *Probeta rectangular* (probetas con perfil transversal rectangular)

Todas las probetas se elaboraron mediante mecanizado por control numérico computarizado (CNC) en los talleres de la Gerencia de Materiales (CAC-CNEA), con material extraído longitudinalmente de un fragmento de tubo sin costura, proporcionado para este propósito por la División Fractura. Se adjunta a continuación (Figura III-5; Figura III-6) los croquis respectivos, con las medidas en mm. Los planos técnicos se encuentran en el Anexo A.

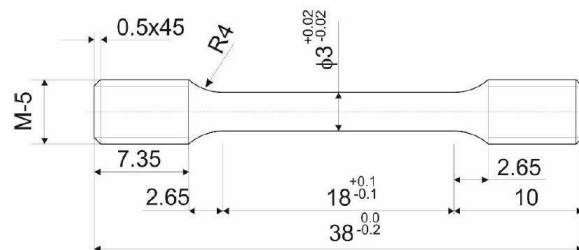


Figura III-5 Croquis probeta circular.

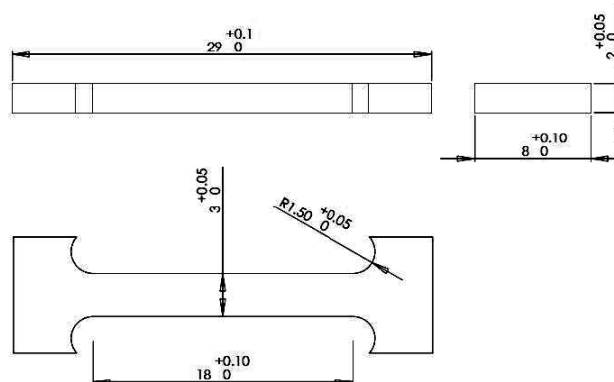


Figura III-6 Croquis probeta rectangular.

III.7. Equipamiento

Como se mencionó, la División Fractura cuenta con infraestructura para realizar ensayos de termofluencia, hasta cuatro en simultáneo. El equipo en cuestión se construyó por el personal de la División y modernizado en varias oportunidades, siendo la última optimización la que se presenta en esta tesis. Así, en esta ocasión se actualizó el sistema de control de temperatura y se construyó un sistema acoplado a la máquina, que permite la realización de ensayos en atmósfera controlada. Para detalles de los procesos de modernización, ver apartado III.9 en el presente capítulo.

Cada módulo para ensayo de creep del equipo disponible consiste en un horno, en cuyo interior se colocan las probetas de creep, recinto donde resulta factible controlar temperatura y composición de la atmósfera. El estímulo mecánico aplicado a cada probeta consiste en una carga uniaxial vertical constante.

III.8. Procedimiento de ensayo

Se enumeran a continuación los pasos del procedimiento para realizar el ensayo, tanto en atmósfera de aire como en una de $N_2(g)$. Ambos ensayos son similares, con la diferencia de que en el ensayo en $N_2(g)$ se establecen las acciones pertinentes para evacuar el aire de la cámara que contiene a la probeta, previo a inyectar el flujo de este gas.

Ensayo de termofluencia -procedimiento

Los ensayos de creep se realizaron de acuerdo al siguiente protocolo:

- a) Verificar los parámetros del controlador PID, de acuerdo a la temperatura de trabajo.
- b) Armar el conjunto mordazas-varilla extensométrica y emplazarlo en la máquina de creep en su posición de trabajo. Colocar la probeta entre las dos mordazas, asegurando alineación vertical entre las mismas. En el caso de ensayo con $N_2(g)$, este paso incluirá montar las mordazas y probeta dentro de la cámara tubular de atmósfera controlada (en adelante: *tubo AC*), cuya estanqueidad neumática se concretará mediante la colocación de una arandela elastomérica de sacrificio (O-ring) y una capa de resina epoxi.

Este O-ring, junto a una ligera capa de grasa de vacío, cubre el huelgo existente entre el vástago superior y la pared del tubo AC. El O-ring engrasado y la cavidad por la cual se introduce la termocupla se cubrirán mediante un pegamento, que soportará la diferencia de presión entre la atmósfera natural y la del interior de la cámara (resina epoxi).

- c) Colocar, en la parte superior de la varilla extensométrica, el reloj comparador. Posicionar la aguja del dial en el valor cero, para garantizar lectura directa de la medición.
- d) Colocar la termocupla, de manera que mida la temperatura en el punto medio de la probeta, es decir, a una altura correspondiente a la mitad de su longitud inicial.
- e) Establecer régimen de alto vacío en el circuito neumático⁸: abrir válvulas #1 y #3; cerrar válvula #2 (ver Anexo A); activar la unidad de vacío y esperar hasta garantizar nivel de alto vacío [entre 10^{-3} y 10^{-6} mbar] dentro del tubo AC.⁹
- f) Cerrar la válvula #1, ver Anexo A, que comunica el circuito con la unidad de vacío, y rápidamente abrir la válvula #2 para habilitar el ingreso de $N_2(g)$ al circuito, cuyo sentido de flujo resulta opuesto al del vacío. De esta manera, se permite que el nitrógeno ocupe el espacio vacío, formando un circuito neumático de anillo abierto¹⁰, que descarga al exterior a través de la parte superior del tubo AC, evitando la entrada de aire atmosférico al sistema debido a la presión positiva.¹¹ Esto se refuerza eliminando el sello elastomérico (arandela O-ring), lo cual evita que quede dentro del horno y provoque una atmósfera contaminada con los gases del caucho quemado del O-ring. Debe quitarse, junto con el O-ring, todo resto de resina epoxi, previo al posicionamiento del horno, que aportará la temperatura controlada de trabajo.
- g) Posicionar el horno, de modo que la probeta quede en su centro geométrico.
- h) Encender la cámara de video. Iniciar la filmación de la marcación del reloj comparador (adquisición de datos del alargamiento de la probeta). Este encendido temprano del sistema de adquisición permite apreciar las posibles dilataciones-contracciones térmicas, previas a la aplicación de la carga mecánica.
- i) Encender el horno, esperar a que se establezca la temperatura de trabajo. Seguidamente, esperar 10 minutos, para homogeneizar la temperatura en su interior.
- j) Colocar en la máquina de creep la palanca de tracción uniaxial, con los pesos calibrados dentro de la canastilla contenedora y en la posición de aplicación de carga de trabajo en su extremo. A partir de aquí se considera que comienza el ensayo de termofluencia.

⁸ El plano del circuito vacío- $N_2(g)$ construido se encuentra en el Anexo A.

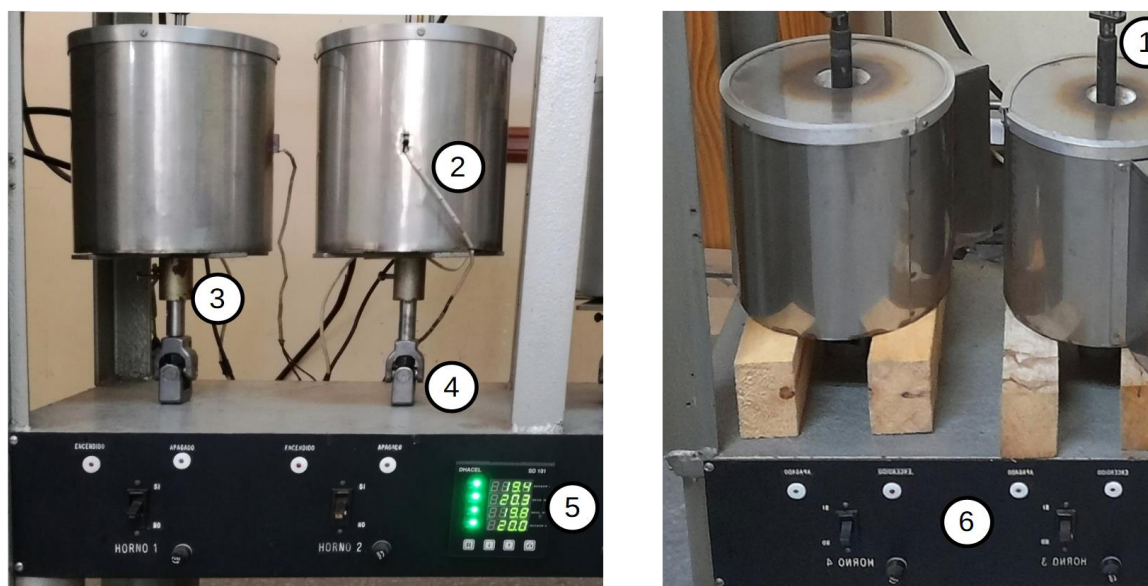
⁹ No es necesario, en caso de ensayo en atmósfera de aire.

¹⁰ Es decir, el gas de trabajo no se recircula, se permite su fuga al exterior del circuito, disminuyendo lo máximo posible con el tamaño de la luz del espacio entre las paredes del recipiente contenedor de la probeta y el vástago superior que transmite la carga mecánica a la misma.

¹¹ No es necesario, en caso de ensayo en atmósfera de aire.

- k) El ensayo termina cuando la probeta rompe.
- l) Terminado el ensayo (rotura de probeta), relevar los datos de alargamiento *versus* tiempo, adquiridos en el archivo video. Relevar el gráfico del ensayo, deformación vs. tiempo, adaptabilidad (J^{12}) vs. tiempo, Log(J) vs. Log(t), o el que se requiera.

Los hornos son cilíndricos con un eje vertical, Figura III-7, y cuentan con una cavidad axial central pasante, dentro de la cual se realiza el ensayo.



1-Espiga superior de carga mecánica. 2-Termocupla. 3-Espiga inferior de carga mecánica. 4-Articulación cardánica. 5-Visor de temperaturas hornos. 6-Tablero de encendido hornos.

Figura III-7 Hornos cilíndricos del equipo de creep.

En dicha cavidad axial se introducen las probetas y el sistema de mordazas y vástagos, que está soportado por las espigas de transmisión de carga, ubicadas en la parte inferior y superior del horno. En los casos de ensayos en $N_2(g)$, se sitúa en el interior de la cavidad del horno la cámara de atmósfera controlada, tubo AC, donde se coloca la probeta, sujeta por las mordazas y los vástagos superior e inferior, respectivamente, Figura III-10.

¹² Adaptabilidad=deformación ingenieril/tensión ingenieril



Figura III-8 *Probeta circular colocada para iniciar ensayo.*

La espiga de tracción se vincula mecánicamente a la mordaza superior. La mordaza inferior se fija al plano base robusta de la máquina, mediante una articulación cardánica, de modo de absorber automáticamente cualquier desalineación vertical, para corregirla.

Todas las mordazas se fabricaron en *acero auxiliar*. Como se mencionó, se utilizaron dos clases de probetas, circular y rectangular, Figura III-9 , cada probeta, según geometría, requirió un formato *ad hoc* de mordaza; los cuales, a su vez, siguieron los planos técnicos pertinentes.

En el caso de las probetas cilíndricas, se utilizaron mordazas roscadas. Para las probetas rectangulares, se utilizaron mordazas ranuradas, en las cuales la probeta se apoyó mediante pernos pasantes. Para visualizar los planos de las mismas, consultar Anexo A.



Mordazas y probeta rectangular



Mordazas y probeta circular

Figura III-9 *Mordazas y probetas presentadas.*

Las espigas de tracción, superiores e inferiores, se modificaron en el marco de la tesis para facilitar la colocación y retiro de las probetas.

Todas las componentes integradas a la facilidad de ensayo se diseñaron y construyeron en la División Fractura (planos técnicos en el Anexo A). Para esto, se utilizó *acero auxiliar* y, una vez fabricadas, se pesó cada una de estas piezas de modo de conocer su contribución al peso total aplicado a la probeta, Figura III-10, para contrarrestarlo con la masa adecuada en la canastilla, al accionar el brazo de palanca y garantizar que la probeta experimente la carga que ocasione la tensión mecánica requerida, según el área de la sección transversal de la probeta.

Todos los componentes agregados al sistema de tracción mecánica se pesaron en balanza calibrada de laboratorio.



Figura III-10 Pesaje de varilla extensométrica.

III.9. Parámetros de ensayo: Estímulos aplicados

III.9.1. Carga mecánica

En cada módulo de la máquina, se emplea un sistema de brazo de palanca y pesos colgantes calibrados, para aplicarle a la probeta una carga mecánica uniaxial constante, mostrado en la Figura III-11.



*Vista general del sistema de tracción mecánica de la máquina de ensayos.
Se aprecian cuatro palancas horizontales con sus respectivos pesos.*

Figura III-11 Sistema de tracción mecánica de la máquina de ensayos.

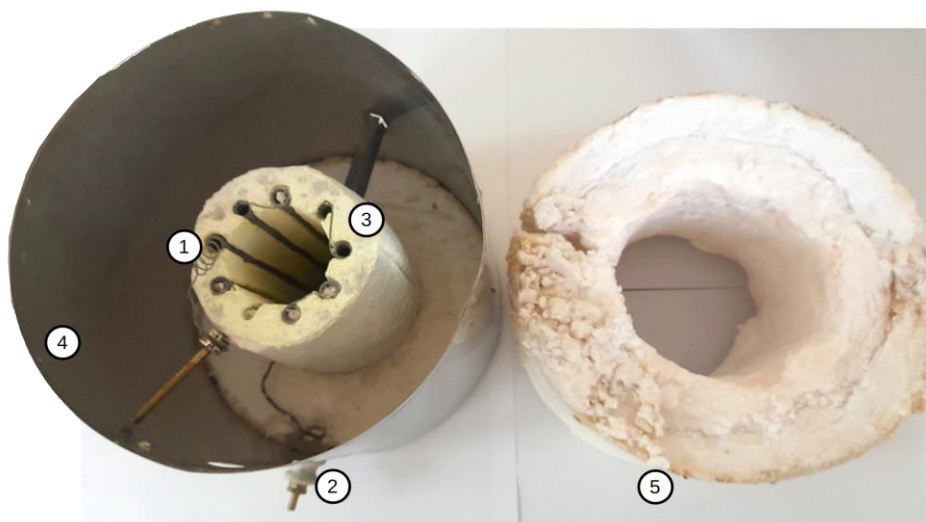
El brazo de palanca horizontal se vincula en un extremo con la espiga superior, transmisora de carga mecánica, y en el otro con peso calibrado mencionado, contenido en una canastilla pendiente que se aprecia en la Figura III-12. Las dimensiones del brazo de palanca a utilizar, la ubicación de su punto de apoyo, dónde pivota el brazo, y la masa del peso calibrado se determinan mediante algoritmo establecido por la División en ensayos previos a esta tesis.



Figura III-12 Detalle del peso colgante en la palanca de tracción.

III.9.2. Control de temperatura

Para las temperaturas de trabajo, y el tiempo de rotura estimado, según el criterio de Larson-Miller, la energía térmica para cada ensayo se garantizó por medio de hornos cilíndricos de resistencia, que se sometieron a limpieza interna, Figura III-13, y la constancia de temperatura mediante un controlador PID, acoplados a relés y termocuplas, que permiten controlarla con una precisión de $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.



1-Resistencia eléctrica. 2-Bornes. 3-Aislación cerámica. 4-Carcasa externa de A° inoxidable. 5-Aislamiento de amianto que envuelve a la aislación cerámica.

Figura III-13 Desarme del horno de creep.

Como se mencionó, se actualizó el sistema de control de temperatura, mediante el reemplazo de los relés mecánicos por relés de estado sólido; ya que estos presentan mayor velocidad de conmutación, no experimentan desgaste por rozamiento mecánico de sus componentes y operan silenciosamente. Así, la posibilidad de falla de la máquina durante el ensayo se mitiga notoriamente y mejoran las condiciones laborales en el laboratorio.

III.9.3. Control de atmósfera

El control de composición atmosférica en la zona de probeta se realiza con el conjunto mordazas+probeta en el interior de una cámara tubular de atmósfera controlada -tubo AC- dentro de la cual se realizaron los ensayos. El tubo AC forma parte de un circuito neumático de anillo abierto¹³ alimentado con $\text{N}_2(\text{g})$.

¹³ Es decir, el gas de trabajo no recircula, se permite su flujo hacia el exterior del circuito.

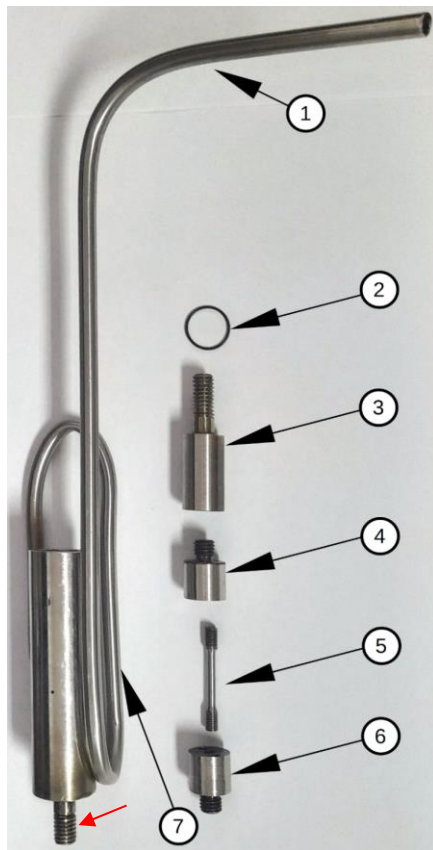
Cada tubo AC presenta un doble propósito: garantizar estanqueidad, para generar alto vacío, y contener al $N_2(g)$ durante el ensayo.

La estanqueidad del tubo AC, fundamental para establecer régimen de alto vacío para extraer el aire, se garantiza mediante el sello con un anillo elastomérico (O-ring) de caucho y grasa de vacío en el huelgo entre la pared externa del vástago superior y la interna del tubo AC, referencia 2 de la Figura III-14.

El tamaño del huelgo es tal que no ocasiona pérdidas significativas del gas de trabajo ni genera rozamientos que distorsionan las mediciones del ensayo. El huelgo, señalado en verde en la Figura III-15, también facilita el flujo libre del $N_2(g)$, lo que evita el ingreso de aire externo, por efecto de presión positiva. Así, durante el ensayo, el vástago superior se desliza hacia fuera del tubo AC, por el alargamiento de la probeta durante el ensayo.

El tubo AC contiene al gas de trabajo durante su flujo positivo hacia el exterior atmosférico natural. Se denominó a la cámara como “tubo AC”, porque su cuerpo principal consiste en un tubo cilíndrico, dentro del cual se aloja la probeta con Atmósfera Controlada.

El fondo del tubo AC posee, en su cara interna, un orificio con rosca hembra, para fijar la mordaza inferior, referencia 6 de la Figura III-14; y, en su cara externa, un vástago roscado, para fijarse a la espiga inferior de tracción de la máquina de ensayos (flecha roja en la Figura III-14). Por el extremo superior del tubo se introduce la mordaza superior, que sostiene la probeta por su extremo superior. La mordaza inferior sostiene a la probeta por el extremo inferior. Todo el conjunto se desplaza libre en el interior de la cámara.



- Referencias:*
- 1-Entrada de $N_2(g)$
 - 2-Anillo elastomérico de sacrificio
 - 3-Vástago superior
 - 4-Mordaza superior (probeta circular)
 - 5-Probeta circular
 - 6-Mordaza inferior (probeta circular)
 - 7-Serpentín de precalentamiento del $N_2(g)$

Figura III-14 Tubo AC desmontado y disposición de mordazas.

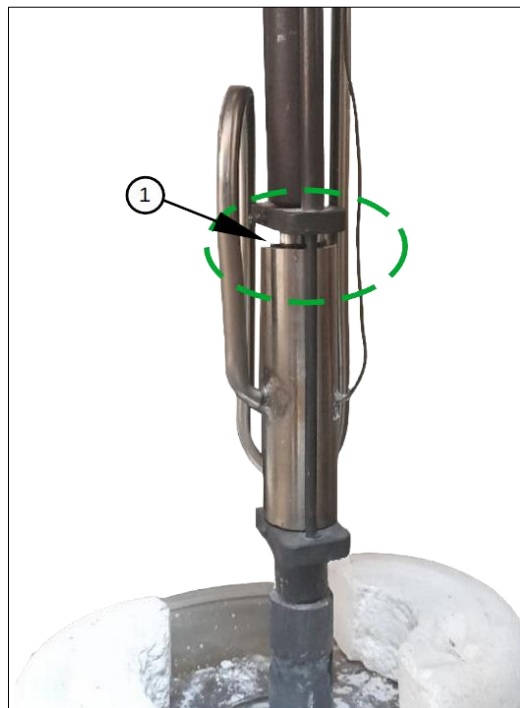
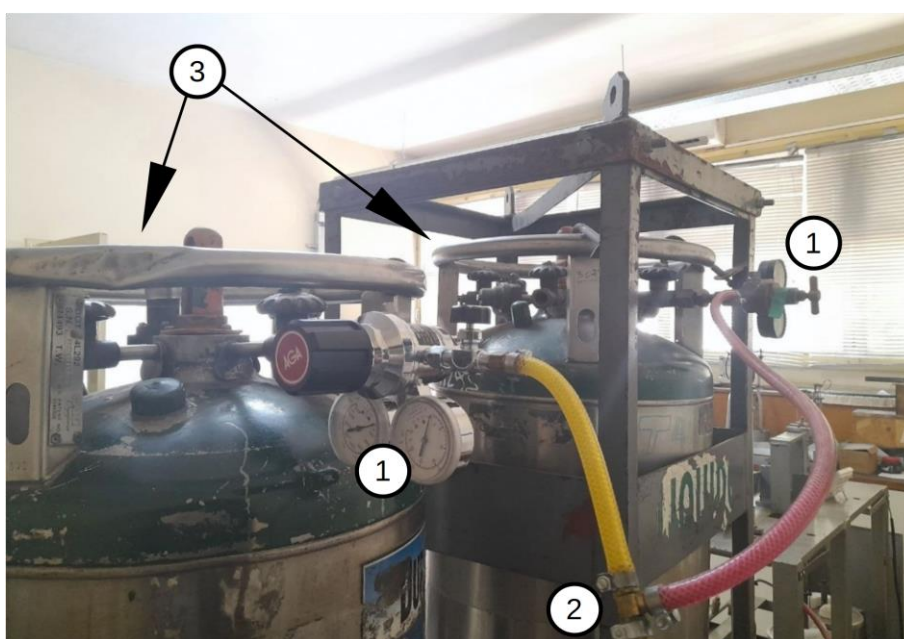


Figura III-15 Huelgo para el escape controlado del gas (1) en el tubo AC montado para ensayo.

El gas de trabajo se inyecta por el extremo inferior de la cámara y fluye por el extremo superior, por su presión positiva, evitando así el ingreso de aire atmosférico natural (mezcla de gases). Para evitar choques térmicos y pérdidas de calor dentro de la cámara, el gas se precalienta antes de ingresar en la misma, por medio del flujo dentro de un serpentín metálico que recibe continuamente calor de las resistencias del horno. Este diseño permite precalentar el $N_2(g)$, para evitar que absorba calor de las probetas; así se asegura una temperatura constante durante el ensayo, a medida que se renueva el gas por flujo positivo.

El $N_2(g)$ se provee al circuito desde una botella Dewar, conectada en paralelo con otra similar, Figura III-16, de modo que, en caso de agotarse, se la reemplaza por otra con carga completa, sin interrumpir el flujo de $N_2(g)$. El plano técnico del circuito neumático completo vacío- $N_2(g)$, acoplado a la máquina de ensayos de termofluencia, se visualiza en el Anexo A.



1-Válvula reguladora de presión. 2-Conexión en paralelo $N_2(g)$. 3-Botella Dewar de N_2 líquido; capacidad de 180 l (100 m³ de gas)

Figura III-16 Botellas de N_2 conectadas para ensayo.

En los antecedentes no se discute sobre la necesidad -o no- de evacuar la mezcla de gases (aire) presente en el recinto del portamuestras, previo al ensayo de creep, lo que incentivó la creatividad, inventiva y desafío científico-tecnológico de construir un sistema que efectivamente lo evacuara. Una práctica común en estas circunstancias es, gradualmente, diluir el aire mediante la inyección de gas en la cámara de ensayos en circuito de anillo abierto. Esto disminuye la cantidad de aire en el recinto, a expensas del aumento de la concentración del gas de ensayo. No obstante, en los trabajos previos no se menciona la precisión de la purga del aire

desplazado. En este sentido, se aumenta la concentración de nitrógeno gaseoso en el aire presente, es decir, no se trataría de una atmósfera libre de oxígeno y demás especies gaseosas presentes en el aire.

Durante la fase de planificación de los ensayos, se estableció emplear $N_2(g)$ como gas de atmósfera controlada, debido a su capacidad para prevenir la oxidación de las muestras, la cual se provocaría por la presencia de oxígeno en el aire. La oxidación altera las propiedades y la estructura de los materiales, y así modifica significativamente la respuesta de los materiales en un ensayo mecánico. Es por este motivo que, como parte del presente trabajo, se dotó a la instalación de un circuito neumático que asegura, antes de inyectar $N_2(g)$ en el tubo AC, un régimen de alto vacío, mediante un sistema de bombas mecánica y difusora, Figura III-17.



1-Conexión hacia la máquina de ensayos. 2-Conexión hacia el paralelo de botellas Dewar de $N_2(g)$. 3-Trampa para enfriamiento de la bomba difusora. 4-Salida de alto vacío.

Figura III-17 Conexionado de la unidad de alto vacío.

La elaboración del procedimiento se basó en la comprensión de la dinámica molecular de los gases. Así, la composición del aire se configura por medio de una mezcla de gases, en la que el $N_2(g)$ constituye una proporción significativa ($\sim 70\%$). Por lo tanto, la sola inyección de $N_2(g)$, sin previa evacuación del aire contenido en la cámara, podría resultar insuficiente para eliminar por completo el oxígeno en la zona del portamuestra. Ya que, al agregar más $N_2(g)$, se estaría diluyendo el aire, enriqueciéndolo en nitrógeno, en lugar de desplazarlo por completo.

Respecto a la estanqueidad del circuito neumático, para el control atmosférico, se utilizaron mangueras tramadas de PVC y válvulas esféricas manuales, una para cada módulo, de modo que, finalizado un ensayo, se interrumpe el flujo en ese módulo, que ya no necesita; así, se ahorra gas y se aprovecha en los demás ensayos en curso, Figura III-18. Ambos implementos brindaron resultados satisfactorios sobre el funcionamiento neumático, tanto para la inyección de $N_2(g)$, a la presión de trabajo, como para la generación de alto vacío.



Arriba: detalle de la válvula esférica

Derecha: válvulas esféricas que habilitan el flujo de $N_2(g)$ a cada módulo de ensayo. Las flechas indican el sentido de circulación del gas.

Figura III-18 Válvulas esféricas en el circuito neumático (para alto vacío y flujo de $N_2(g)$).

En el caso del tubo AC, el requerimiento significativo de estanqueidad para establecer el régimen de alto vacío, previo al flujo de $N_2(g)$, demandó una cantidad considerable de trabajo. Para retirar el aire presente en el interior del circuito neumático, desde la boca de la botella Dewar hasta el interior del tubo AC, se optimizaron las estanqueidades de distintas partes del sistema, con las particularidades constructivas y operativas que cada una requirió.

Así, como se mencionó, el O-ring elastomérico, cubierto con grasa para vacío y pegamento del tipo resina epoxi, permitieron sellar el huelgo entre la pared externa del vástago superior y la interna del tubo AC. Además, se obturaron los intersticios plausibles de incorporar aire atmosférico natural durante el proceso de vacío, tales como: uniones de mangueras, huelgos que generan las abrazaderas de las válvulas esféricas en la manguera, codos, tes de conexión,

etc., y luego se colocó, donde fuera posible, tramos de camisas cilíndricas sin costura termocontraíbles, para reforzar la estanqueidad, como en el extremo del serpentín, que queda fuera del horno para conectar la manguera.

El circuito cuenta con una unidad de vacío mecánico y bomba difusora, marca Veeco VS-9, presión nominal de trabajo: 10^{-3} - 10^{-7} [mbar]. La misma se reacondicionó en el marco de la tesis, renovando componentes eléctricos y agregándole un sensor del tipo Ionómetro Bayard-Alpert, Figura III-19. Con esta bomba se generó la condición de alto vacío, para evacuar el aire, y luego inyectar el gas de trabajo en el tubo AC.



Arriba: Ionómetro Bayard-Alpert

Derecha: Ionómetro Bayard-Alpert instalado en la unidad de vacío y detectando alto vacío en circuito

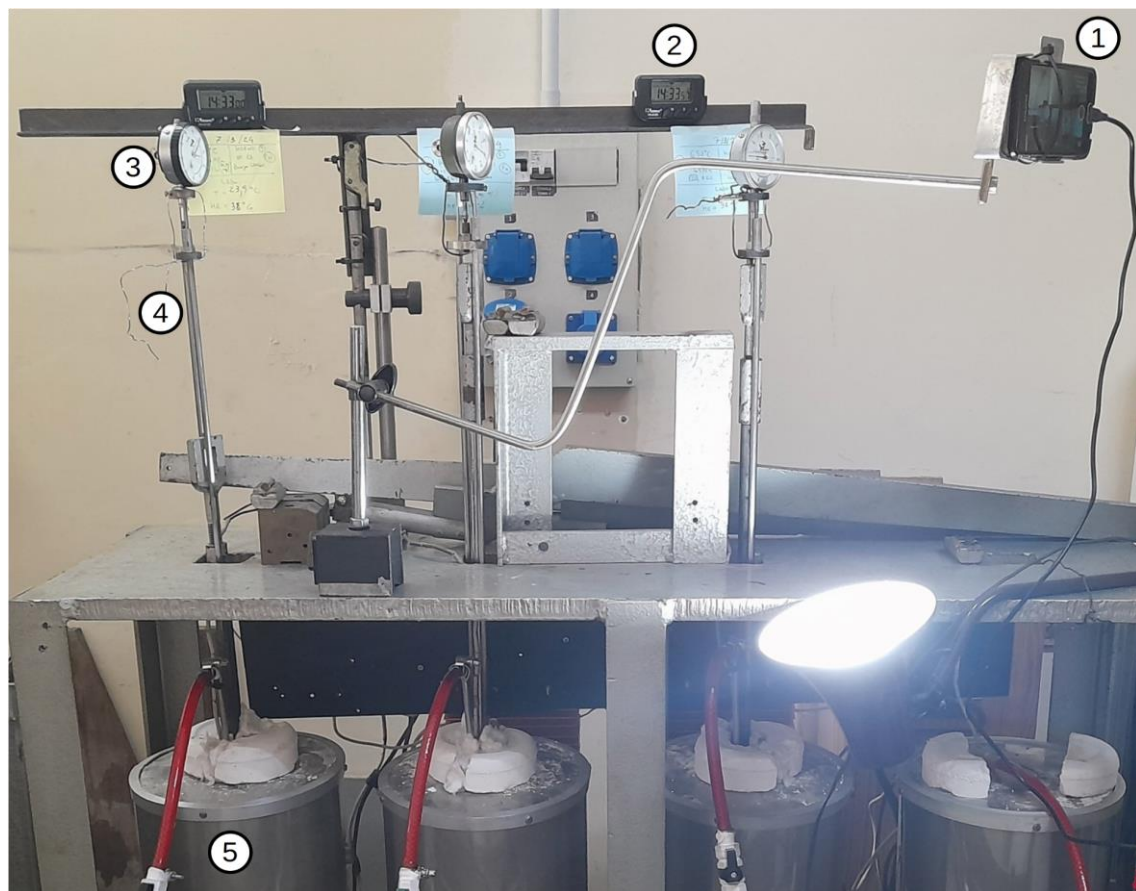


Figura III-19 Sensor de alto vacío.

III.10. Parámetros de ensayo: Respuestas

En el ensayo de creep se midieron los alargamientos de la probeta en distintos instantes de tiempo. El alargamiento de la probeta se midió mediante varillas extensométricas que, solidarias a la espiga de mecánica superior, transmiten el alargamiento lineal a un reloj comparador, ubicado en la parte superior del sistema de extensometría. Estas varillas extensométricas se modificaron para los ensayos de la tesis, alargándolas lo suficiente para medir un potencial estiramiento del 100% de la longitud inicial de las probetas. Se agregaron, a su vez, topes de seguridad en la parte superior, para evitar golpes en el reloj comparador, al

momento de la rotura de la probeta y esto provoque la aplicación brusca de una carga de impacto, producto del ángulo disponible de movimiento del brazo de palanca. El tiempo de ensayo empezó a medirse mediante cronómetros, a partir de la colocación de la carga, registrándose el valor indicado en el reloj comparador, con un sistema de fotografía a intervalos cada 2,4 segundos. Estos controles se relevaron en una planilla, que informa: número de horno, tiempo transcurrido, deformación lineal acumulada, temperatura y humedad relativa ambiente al momento de la medición.



En la imagen se aprecian los cuatro módulos de ensayo. Tres de ellos presentan montadas las varillas de extensometría y el reloj comparador. Referencias: 1-Cámara de fotografía. 2-Cronómetro. 3-Reloj comparador. 4-Varilla extensométrica. 5-Horno de creep.

Figura III-20 Adquisición de datos durante los ensayos de creep.

III.11. Bibliografía

- [1] EPRI, The Grades 11 and 12 Low Alloy Steel Handbook: 1¼Cr½Mo, 1Cr½Mo, 13CrMo44, 620/621, STPA 22/23, 2007.
- [2] M. F. Ashby, «A first report on deformation-mechanism maps,» *Acta Metallurgica*, vol. 20, pp. 887-897, 1972.
- [3] D. Peter, F. Otto et al, «High temperature test rig for inert atmosphere miniature specimen creep testing,» *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 42, n° 6, pp. 493 -499, 2011.

Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados

IV.1. Introducción

En este capítulo, se analizan y discuten los criterios científico-tecnológicos abordados en los diseños, desarrollos, fabricación *ad hoc* y aplicación de los componentes cuya calidad de prestación, en los ensayos de creep con atmósfera controlada, se validaron por vía analítica y experimental.

La validación analítica consistió en la estimación de las velocidades de deformación estacionarias (creep secundario) desde los mapas de Ashby, previas caracterizaciones químicas para establecer nomenclatura y medición de tamaño de grano. Así, se consideró no sólo el estado termomecánico de la probeta en el ensayo (tensión mecánica y temperatura) sino también los posibles efectos de las crestas y valles de los filetes de rosca involucrados, mediante análisis de las posibles concentraciones de tensiones y deformaciones; esto se validó además mediante simulación del estado tensional triaxial de los sistemas materiales involucrados, considerándolos como un continuo fraccionado con elementos finitos 3D, tanto en las probetas de geometría circular y rectangular.

Luego, se destaca la discusión acerca del efecto de la geometría de la probeta, las atmósferas de aire y $N_2(g)$ y los parámetros del ensayo de creep sobre la velocidad de deformación por creep del acero ferrítico analizado y su tiempo a rotura para, finalmente, abonar a la discusión de una predicción preliminar por el criterio de Larson-Miller.

Así, este capítulo se presenta en cuatro apartados:

- validez de los ensayos de creep,
- el efecto de la geometría en atmósfera de aire,
- el efecto de la atmósfera de nitrógeno gaseoso en la respuesta al creep, y
- la predicción por el criterio de Larson-Miller.

Las discusiones contemplan los desafíos en las tareas experimental y analítica, de modo que se validen mutuamente, según se avanza en la lectura, complementando así lo presentado en el capítulo 3 sobre el desarrollo experimental.

IV.2. Validación de los ensayos de creep

Plantear la validez de un ensayo de creep requiere constatar la veracidad de lo que se mide, en este caso: el alargamiento de la probeta en el tiempo, que se pretende que exprese el creep del material. Es decir, garantizar que la lectura del reloj comparador represente mayoritariamente la respuesta del sistema material de la probeta, esto, con la posibilidad de despreciar la de los materiales solidarios a la misma, que también experimentan la temperatura y carga mecánica aplicadas.

Para esto entonces, frente a la imposibilidad de que estos materiales auxiliares no experimenten creep, lo que se evalúa es la posibilidad de que su termofluencia resulte poco influyente en la del material ensayado. Esto se construye mediante la evaluación de la *velocidad de deformación estacionaria* (creep secundario) de los sistemas materiales ensayados. Así, la validez de estos ensayos radica en que la velocidad de deformación de la probeta resulte significativamente mayor que la del material del conjunto tractor (mordazas y vástagos), a la temperatura y tensión mecánica aplicadas.

Al mismo tiempo, validar las mediciones de alargamiento también implicó un análisis empírico previo, acerca del balance térmico del conjunto en el interior de horno, para despreciar además mediciones de alargamiento, o contracciones, que no manifestaran un creep por doble estímulo termomecánico sino sólo térmico.

Por otro lado, sumado a los mecanismos de deformación plástica por creep que se activan en todos los sistemas materiales involucrados, en atmósfera de aire, se debe considerar la activación de un mecanismo de corrosión por oxidación que, claramente, influirá en los anteriores. Por esto, se planificó y decidió que el material de los componentes accesorios (vástagos y mordazas) presentara una despreciable oxidación y mayor dificultad para fluir a las temperaturas y tensiones de trabajo. Así, se optó que, frente al acero ferrítico de la probeta en estudio, se mecanizaran *ad hoc* todos los componentes accesorios en acero inoxidable.

La nomenclatura estandarizada de estos aceros se estableció mediante la comparación de los resultados de la caracterización (análisis químicos) con la información tabulada en el ASM Specialty Handbook [1] en el caso del acero auxiliar, y con la norma ASTM A335 [2], en el caso del acero espécimen (ferrítico). Determinándose así que el acero inoxidable del vástago y mordazas resultó un AISI 310S y el de la probeta un ASTM A 335 P11.

Seguidamente, se procedió a la validación de los ensayos de creep, tanto analítica como experimentalmente. Analíticamente, por medio de simulaciones con elementos finitos y mapas de Ashby, y luego, empíricamente, a través de ensayos con las mordazas y vástagos sin la

probeta del acero ferrítico en estudio, reemplazando en su lugar por un vástago de rosca macho, que mantuviera en contacto las superficies de ambas mordazas. Se comprobó que no se manifestó creep, y que las fluctuaciones en alargamiento se debieron al efecto sólo de la temperatura, hasta que el sistema alcanzó su equilibrio térmico. Esto permitió determinar el tiempo de termalización previo al ensayo, que se adoptó como 10 minutos, una vez alcanzada la temperatura de trabajo.

Se constataron las diferencias de velocidades de deformación estacionaria entre materiales, por medio de los mapas de Ashby. Para esto, se consideraron no sólo las condiciones de temperatura y tensiones mecánicas aplicadas a la probeta sino también las configuraciones de tensiones, a la misma temperatura de trabajo, como consecuencia de posibles concentraciones de tensiones en las crestas y valles de los filetes de las roscas involucradas, con volúmenes diferentes de material, según criterios de mecánica de fractura, que considera al material como un continuo, y que luego se evaluaron por simulación de elementos finitos, que no considera al material como un único continuo sino como un ensamble de elementos continuos en el espacio 3D, según geometría y dimensiones afines.

Por otro lado, empíricamente, la velocidad de termofluencia del material ensayado se estimó a partir del gráfico deformación ingenieril vs. tiempo, de los ensayos realizados en laboratorio, una comparación con lo que Ashby pronostica en sus mapas resultó de gran importancia, sobre todo considerando que dichos mapas no mencionan su validez si se activan otros fenómenos durante el creep, como la oxidación, por ejemplo; tampoco si se modifica la geometría de la sección transversal de la probeta, aún con la misma tensión aplicada.

Como se presentó, en esta sección del capítulo, se abordan el análisis y discusión de la metodología empleada para garantizar que la medición del alargamiento durante el ensayo de creep refleje la deformación específica del acero espécimen, y no la del conjunto tractor compuesto por mordazas y vástagos. El creep resulta inherente a todos los materiales, por lo que resulta esencial medir la velocidad de deformación en los aceros espécimen y auxiliar, para asegurar que el fenómeno de fluencia ocurra predominantemente en la probeta, permitiendo la validación de que el alargamiento medido en el reloj comparador corresponde a la misma.

Como se mencionó, para validar los ensayos, se estimaron analíticamente las velocidades de deformación, tanto del acero espécimen como del acero auxiliar y, posteriormente, se verificaron experimentalmente mediante pruebas piloto con ensayos en laboratorio.

La estimación analítica de la velocidad de termofluencia en las condiciones de ensayo se realizó con los mapas de Ashby. Para el material de que se trate, cada mapa de Ashby registra el mecanismo de deformación mayoritariamente activado y estima las velocidades de

deformación. Los parámetros de entrada a cada mapa son: el tamaño de grano, la temperatura homóloga del material -es decir, la temperatura de trabajo, normalizada con la temperatura absoluta de fusión, T_F -y la tensión de trabajo, normalizada con datos de tabla [3].

Se realizaron entonces mediciones del tamaño de grano de los aceros auxiliar y espécimen, seguidas de sus análisis químicos. Posteriormente, se seleccionaron los mapas de Ashby pertinentes de la bibliografía disponible [3], según mejor se ajustaban a las características de los aceros en estudio. Particularmente, para estas primeras estimaciones de las velocidades de deformación, se consultaron mapas de para tamaños de grano promedio de 50 y 200 μm , para el acero auxiliar, y 100 μm para el acero espécimen; siempre en las condiciones operativas que serían aplicadas en los primeros ensayos previstos.

Se consideraron, asimismo, las posibles concentraciones de tensiones en la cadena cinemática de vástagos, mordazas y probetas, lo que resultaría en la activación de mecanismos de deformación plástica por creep con mayor protagonismo que en el acero espécimen (P11) en sitios alejados del alma de la probeta, como en las crestas y valles de los filetes de roscas involucrados, tanto en probeta cilíndrica como rectangular, según criterios del handbook específico al respecto [4].

En la Figura IV-1 se visualizan los filetes de rosca analizados, donde se contempló que la concentración de tensión ocurre 3,85 veces el valor de la tensión remota a dicha zona de concentración, es decir: $\sigma_{amplificada} \approx 3,85 \cdot \sigma_{remota}$. La tensión remota se considera como aquella que se produce lejos del filete, en un cilindro sólido continuo del mismo diámetro que el externo de la rosca.

Para el abordaje de las concentraciones de tensiones en la probeta rectangular, se estudió el caso por simulación del continuo con elementos finitos 3D, junto a la circular, para confirmar lo planteado por el handbook y los mapas de Ashby.

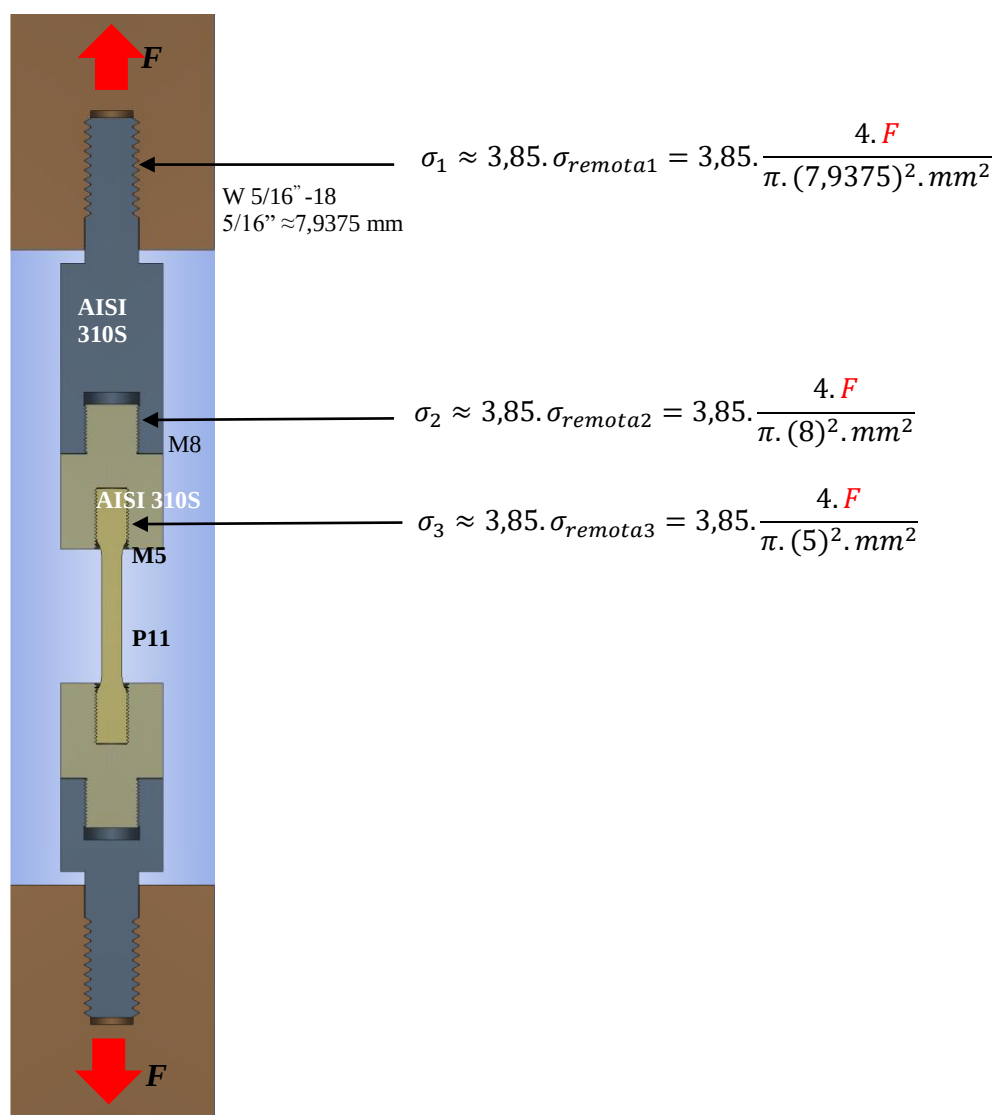


Figura IV-1 Tensiones por entalla de rosca.

Así, de acuerdo al handbook consultado [4] se establecieron los factores de concentración por rosca, para estimar las tensiones σ_1 , σ_2 , σ_3 , que figuran en Tabla IV-1 a partir de la geometría de las piezas y cargas uniaxiales representativas de los ensayos. Para el caso del acero inoxidable de las mordazas y vástago, AISI 310S, se utilizó el mapa de Ashby de un inoxidable 304, por resultar el mapa disponible del acero más cercano en composición.

Tabla IV-1 Cargas y tensiones calculadas, para entrada a los mapas de Ashby.

T	Carga uniaxial teórica	σ_{creep}	Vástagos; Inox 304	Mordazas; Inox 304	Probetas; P11
			σ_1	σ_2	σ_3
°C	N	MPa	MPa	MPa	MPa
582	106,14	193	106,14	104,5	267,5
637	42,9	78	42,9	42,23	108,1
758	20,35	37	20,35	20,03	51,3

Con los valores estimados, se consultaron los mapas de Ashby que se presentan en la Figura IV-2 y Figura IV-3, en rojo se indican el nombre del mecanismo dominante de creep.

Resulta pertinente destacar el párrafo del punto 1.4 del libro de mapas de Ashby [3]:

“...Uno debe ser cuidadoso de no atribuirle a los mapas mucha precisión. A pesar de que son lo mejor que podemos presentar, ellos están lejos de la perfección o completitud. Todas las ecuaciones en las siguientes secciones, y los mapas construidos con ellas, deben adoptarse sólo como una primera aproximación. Los mapas no son los mejores (tampoco los peores)...”

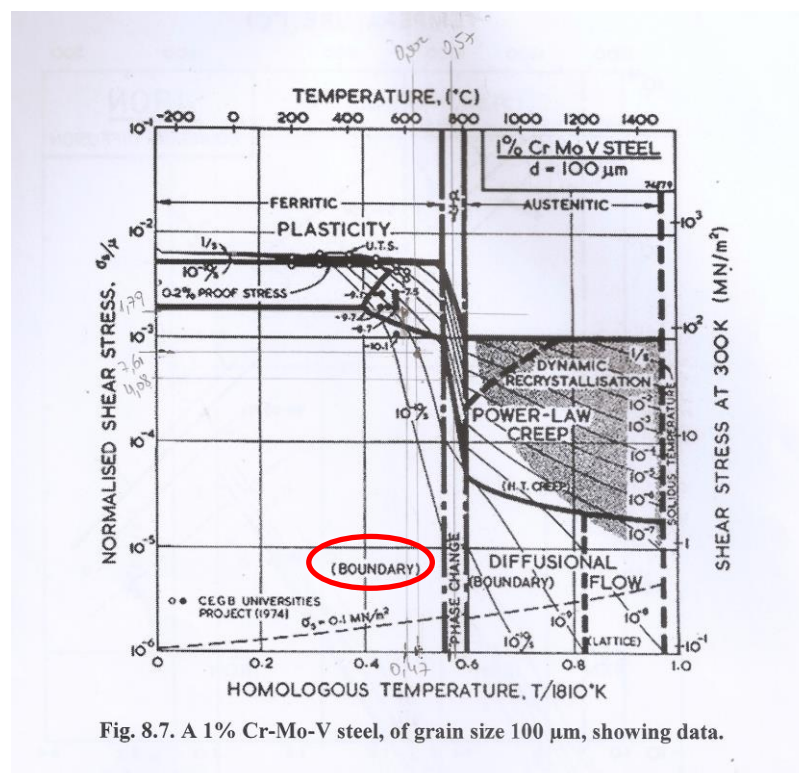
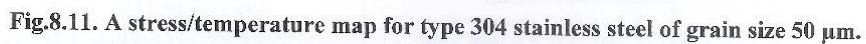


Fig. 8.7. A 1% Cr-Mo-V steel, of grain size $100 \mu\text{m}$, showing data.

Figura IV-2 Mapa de Ashby, para el acero P11, consultas marcadas en lápiz.



66

A continuación, se presentan en la Tabla IV-2 los valores analíticos de las velocidades de deformación estacionarias, $\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt$, según los mapas de Ashby [3] de aceros cercanos en composición a los de esta tesis.

Tabla IV-2 Predicción analítica de las velocidades de creep secundario, salida de los mapas de Ashby.

Temp.	Temp. normalizada	Vástagos acero auxiliar; inox 304			Mordazas acero auxiliar; inox 304			Probeta; acero espécimen; P11	
T	T[K]/(1810K)	$\tau = \sigma_1 / (2 \cdot \mu)$	$d\epsilon/dt$ D _{grano} ~ 50 μm	$d\epsilon/dt$ D _{grano} ~ 200 μm	$\tau = \sigma_2 / (2 \cdot \mu)$	$d\epsilon/dt$ D _{grano} ~ 50 μm	$d\epsilon/dt$ D _{grano} ~ 200 μm	$\tau = \sigma_3 / (2 \cdot \mu)$	$d\epsilon/dt$ D _{grano} ~ 100 μm
°C	K/K	MPa	s ⁻¹	s ⁻¹	MPa	s ⁻¹	s ⁻¹	MPa	s ⁻¹
582	0,472	9,85.10 ⁻⁴	3,00.10 ⁻¹⁰	1,00.10 ⁻¹⁰	9,70.10 ⁻⁴	7.10 ⁻¹⁰	10 ⁻¹⁰	2,5.10 ⁻³	2.10 ⁻⁸
637	0,503	4,18.10 ⁻⁴	1,00.10 ⁻⁹	1,00.10 ⁻¹⁰	4,12.10 ⁻⁴	10 ⁻⁹	10 ⁻⁹	1,05.10 ⁻³	10 ⁻⁹
758	0,570	2,24.10 ⁻⁴	8,10.10 ⁻⁹	2,00.10 ⁻¹⁰	2,21.10 ⁻⁴	-	2.10 ⁻¹⁰	5,66.10 ⁻⁴	10.10 ⁻⁶

En todas las condiciones propuestas, se observa que las velocidades de deformación del creep estacionario del acero espécimen resultan analíticamente mayores que las del acero auxiliar, lo cual validarían a las mediciones del alargamiento como representantes del material de la probeta creep.

Por otra parte, la simulación del estado tensional triaxial de von Mises¹⁴ del conjunto probeta+mordazas+vástago por elementos finitos se basó en considerar la respuesta elástica inicial de los materiales, es decir, al comienzo del ensayo de creep. Esto, entendiendo que, aunque la distribución del gradiente de tensiones se modificaría durante el proceso de deformación plástica, sin embargo, no de manera significativa como para descartar este estado tensional y considerarlo para que brinde los valores iniciales desde los que partirán las tensiones ocasionadas por las cargas y temperaturas aplicadas, con las posibles concentraciones de tensiones, cuyos valores resulten mayores que los esperables en la probeta (112 MPa a 652 °C en estas simulaciones) y entonces esto se constituya en un motivo de activación de mecanismos de deformación plástica por creep en zonas alejadas de la probeta en estudio.

Justamente, son estas tensiones elásticas de von Mises las que se compararán con los límites de tensiones al comienzo de las deformaciones plásticas, cuando comienza el creep.

Si bien en el ensayo a 112 MPa, de los cuatro ensayos de creep seleccionados para el análisis del efecto de la geometría de la probeta y la atmósfera controlada, la temperatura fue de 597 °C;

¹⁴ El criterio de von Mises, para valorar el estado triaxial de tensiones de un sólido estructural, refiere a un valor de tensión efectiva o equivalente proporcional a las tensiones principales (axiales y de corte) en el elemento finito analizado. Así, se aduce a que la falla elástica de un material dúctil ocurre por distorsión del elemento y su tensión efectiva supera un valor umbral, generalmente adoptado como el de la resistencia mecánica de dicho material.

para evaluar el campo tensorial de von Mises que se generaría en una configuración de sollicitación térmica más exigente para el material, se simuló a 652 °C; ya que la temperatura debiera resultar protagonista en la activación de los mecanismos de creep, entonces si la máxima tensión simulada ocurre en el material P11 a esta temperatura, con más razón a 597 °C.

Así, el equipo de la División Estudio y Ensayo de Componentes Estructurales (EECE)¹⁵ utilizó el módulo structural analysis, del paquete ANSYS 19.2 (WorkBench), con los planos técnicos pertinentes (Anexo A) y los valores de las constantes elásticas y densidad a 652 °C como parámetros de entrada en la simulación, Tabla IV 3, para construir las simulaciones

Tabla IV-3 Parámetros de entrada para la simulación en el rango elástico.

Temp.	Parámetro		Vástagos y mordazas acero auxiliar; inox 304 ¹⁶	Probeta; acero espécimen; P11 ¹⁷	Pernos para probeta rectangular ¹⁸
652 °C	Módulo elástico	E [GPa]	~150	~140	~145
	Módulo de Poisson	ν	~0,38	~0,4	~0,4
	Densidad	ρ [g/cm ³]	~8	~7,85	~7,9

Con la ventaja de las simetrías geométricas, se asume simetría fenomenológica estructural: los campos mecánicos de tensiones y deformaciones resultan simétricos en volúmenes simétricos de los materiales. Entonces, desde la mecánica del continuo, se simulan cuartos o medios de los volúmenes comprendidos en las estructuras de los componentes, para luego vincular la totalidad del material real mediante la simetría en cuestión, y construir así las imágenes que expresen la simulación en 3D del conjunto analizado.

De este modo, desde la Figura IV-4 a la Figura IV-9 se muestran imágenes de la simulación de la distribución de tensiones de von Mises en el rango elástico de todo el conjunto, para la probeta circular, tras aplicar 112 MPa ($1,12 \cdot 10^8$ Pa) de tensión mecánica uniaxial, distribuidos homogéneamente en la sección transversal de la probeta (color rojo).

¹⁵ Perteneciente al Departamento Ensayos No Destructivos y Estructurales (ENDE) de la Gerencia de Desarrollo, Ensayos y Gestión de Vida la gerencia de Área Energía Nuclear de la CAC-CNEA (Argentina).

¹⁶ High Temperature Characteristic of Stainless Steels, A Designers' Handbook Series, N° 9004, American iron and steel institute.

¹⁷ EPRI, The Grades 11 and 12 Low Alloy Steel Handbook: 1¼Cr½Mo, 1Cr½Mo, 13CrMo44, 620/621, STPA 22/23, 2007.

¹⁸ Se desconoce el fabricante. Para los pernos se emplearon los extremos cilíndricos de las mechas con el diámetro que generaron los orificios pasantes pertinentes. Se adoptan valores promedios de los dos casos anteriores.

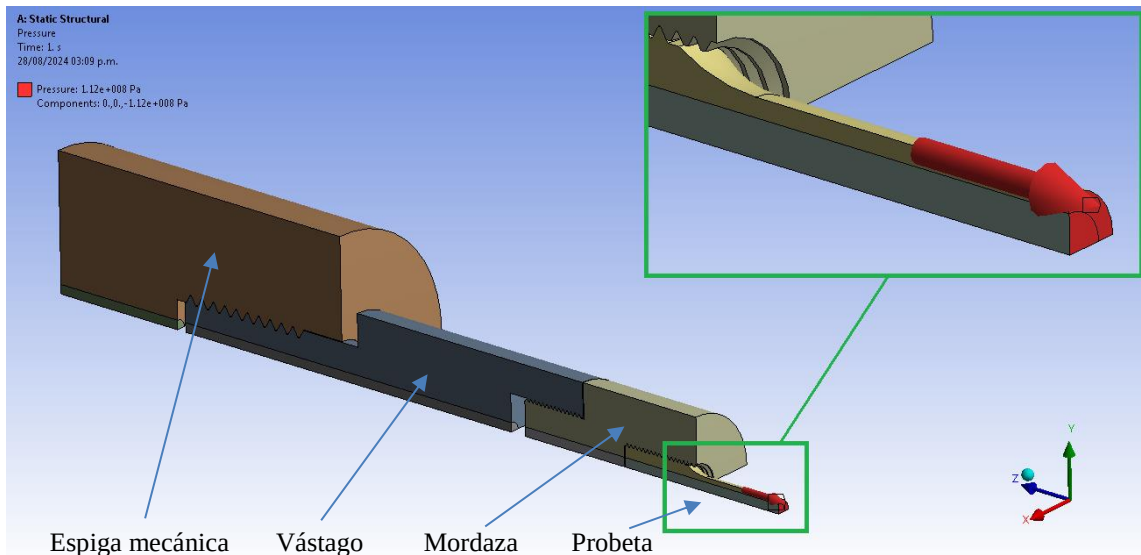


Figura IV-4 Simulación de la tensión mecánica aplicada de 112 MPa en la sección transversal de la probeta cilíndrica, en su zona media.

En la Figura IV-5 se aprecia que las tensiones máximas no se localizan en los filetes de rosca de la cabeza de la probeta sino en su zona útil. La mayor tensión simulada ocurre hacia el extremo de la probeta, y es de ~118 MPa, ~6 MPa superior a la aplicada. Esto resulta alentador, ya que indica que, superado este estado elástico simulado, la fluencia (escurrimiento plástico) se produciría en el alma del acero ferrítico P11, y no en los vástagos y/o cabeza de acero inoxidable AISI 310S. Excelente diagnóstico de la simulación, ya que las probetas cilíndricas rompieron cerca de alguno de sus extremos.

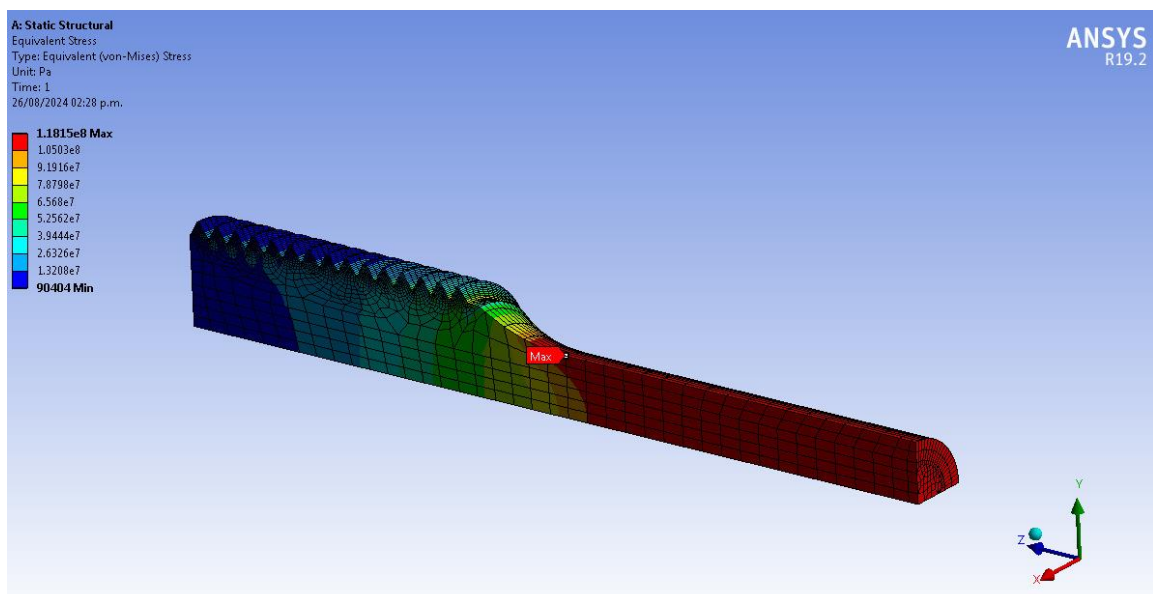


Figura IV-5 Simulación del campo tensorial elástico de von Misses en un cuarto de la probeta circular, generado los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de su zona media, a 652 °C.

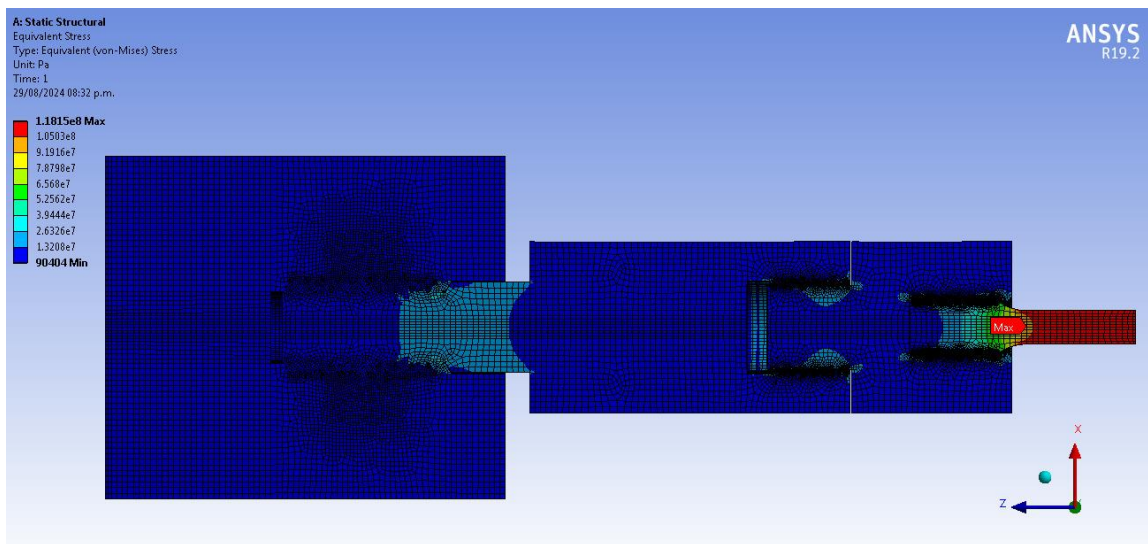


Figura IV-6 Vista lateral en corte de la simulación del campo tensorial elástico de von Misses en el conjunto probeta+mordaza+vástago, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la zona media de la probeta, a 652 °C.

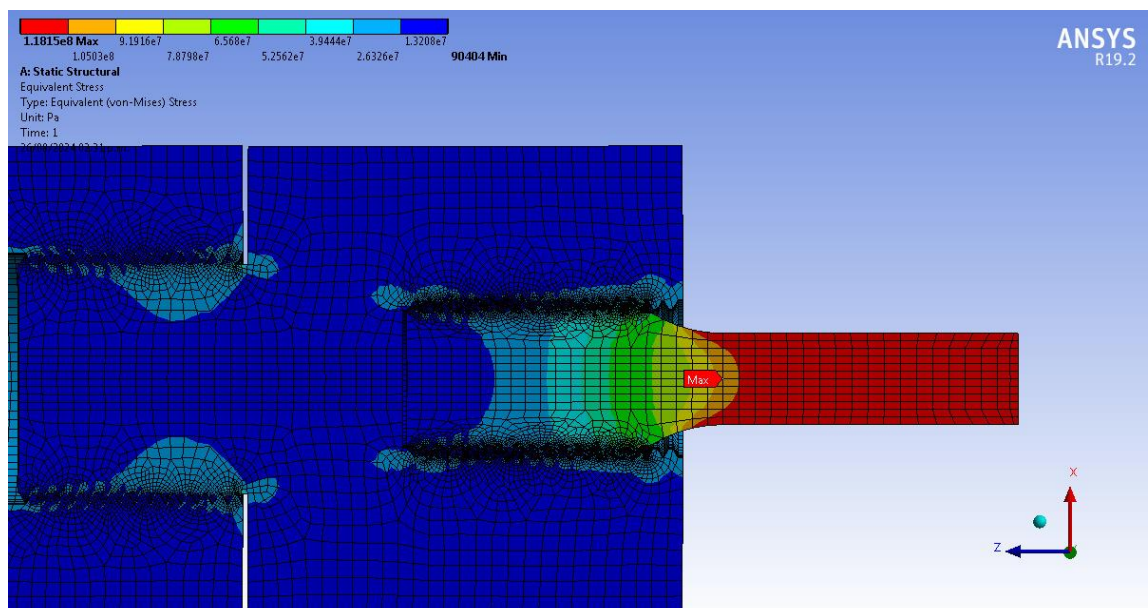


Figura IV-7 Vista lateral en corte de la simulación del campo tensorial elástico de von Misses en la cercanía de la probeta, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la zona media de la probeta, a 652 °C.

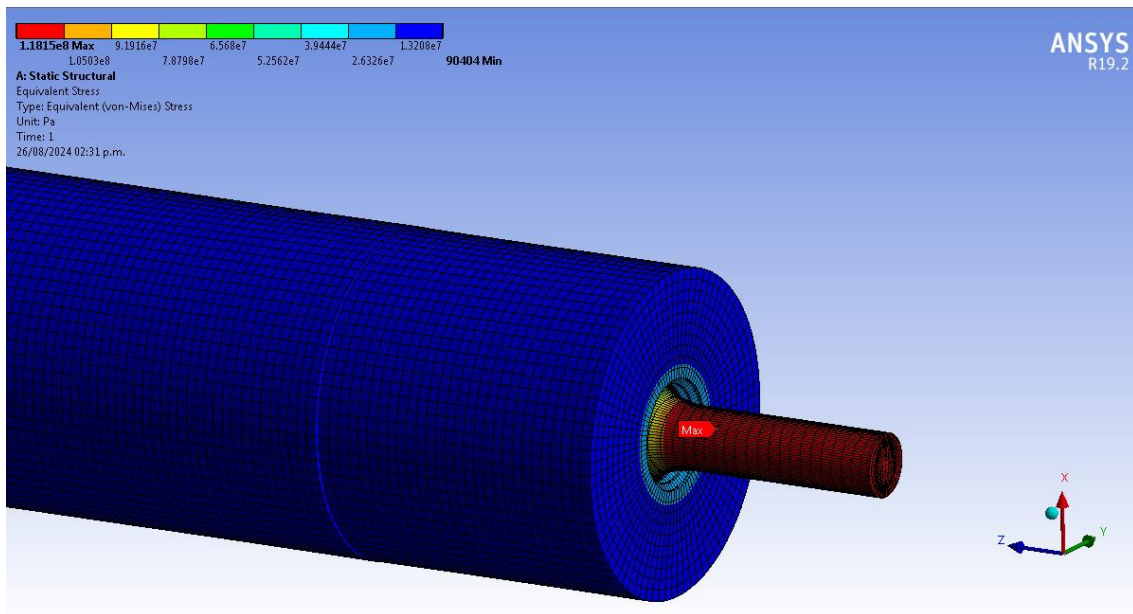


Figura IV-8 Vista en perspectiva del mallado para la simulación por elementos finitos del campo tensorial elástico de von Mises del conjunto probeta-mordaza-vástago, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la zona media de la probeta, a 652 °C.

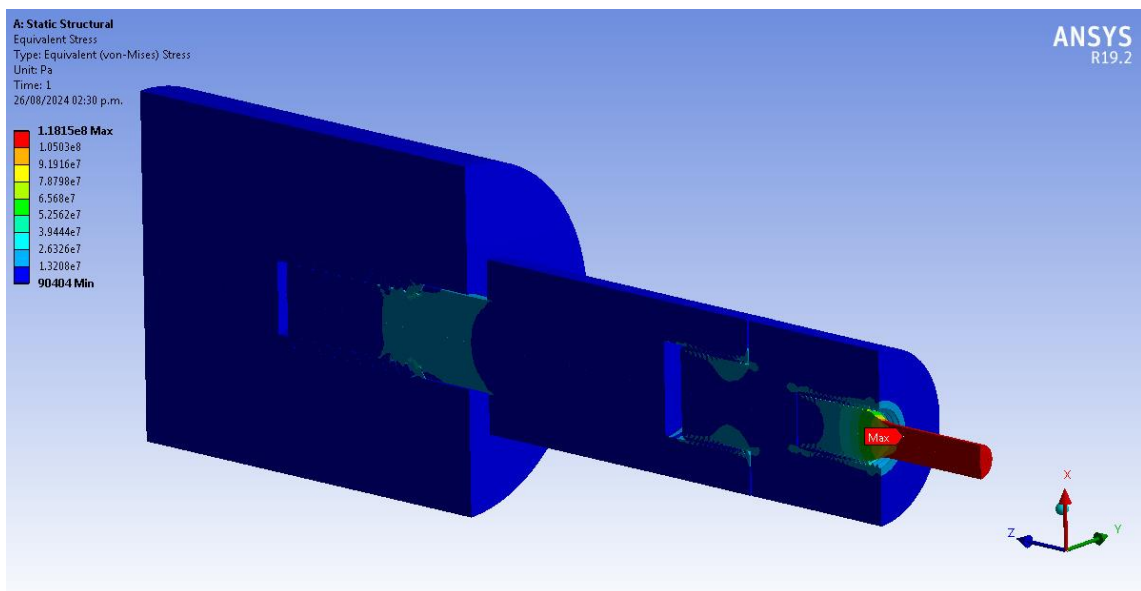


Figura IV-9 Vista en perspectiva con corte de la simulación, sin el mallado de elementos finitos del conjunto, del campo tensorial elástico de von Mises, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la probeta en su zona media. Se indica la tensión máxima con una flecha roja (118,15 MPa).

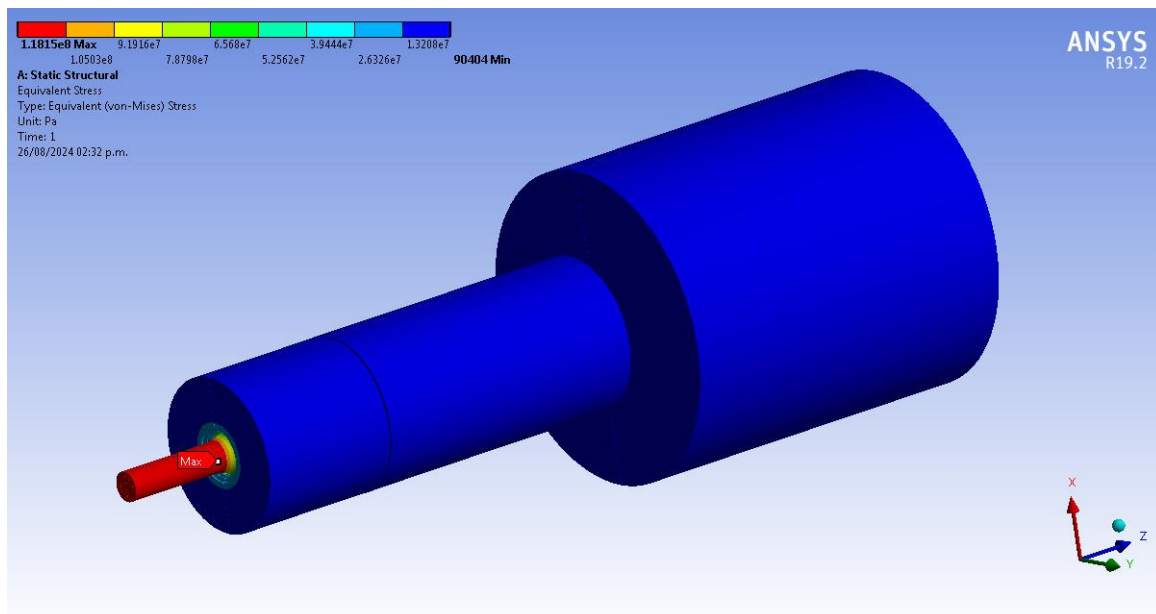


Figura IV-10 Vista en perspectiva de la simulación del campo tensorial elástico de von Misses, sin el mallado de elementos finitos, del conjunto, generado por los 112 MPa de tensión mecánica aplicada en la sección transversal de la probeta en su zona media. Se indica tensión máxima con flecha roja (118,15 MPa).

Para el caso de la probeta rectangular, el análisis de las posibles concentraciones de tensiones resulta diferente al caso anterior, así, se recurrió directamente a la simulación del campo tensorial de von Misses por elementos finitos generados por los 112 MPa, aplicados en la sección central de la probeta, en su zona media, Figura IV-11.

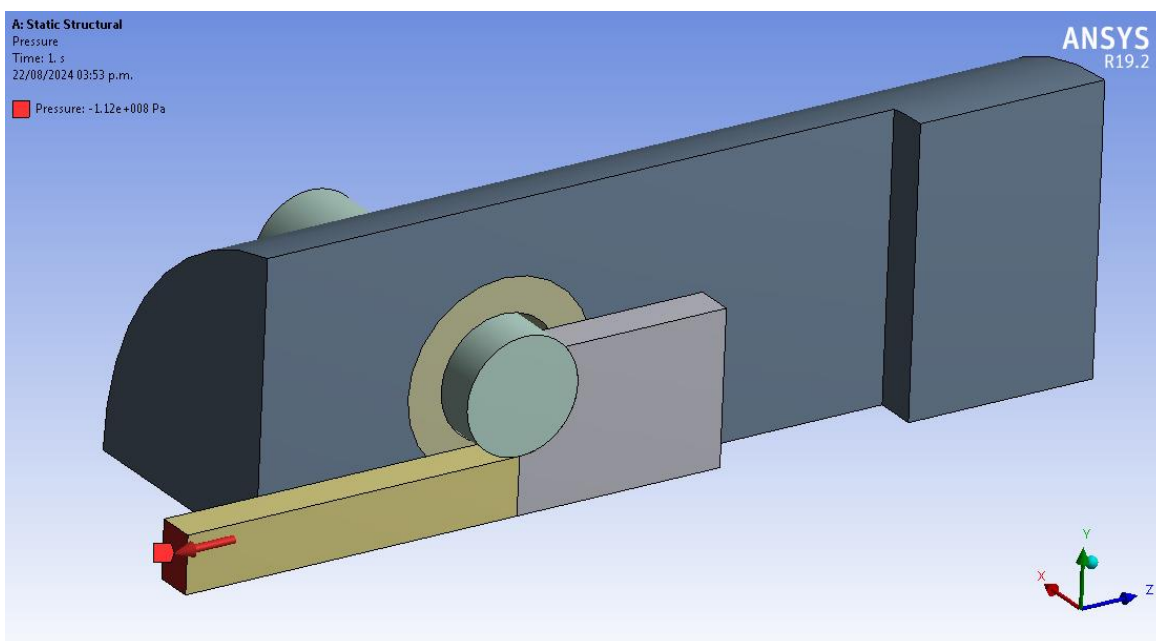


Figura IV-11 Simulación de la tensión mecánica aplicada de 112 MPa en la sección transversal de la probeta rectangular, en su zona media.

La Figura IV-12 muestra una vista frontal al espesor de la probeta de la simulación por elementos finitos, pero no permite vislumbrar los sitios de mayores tensiones, expresados en color rojo en la barra del gradiente de tensiones de von Misses.

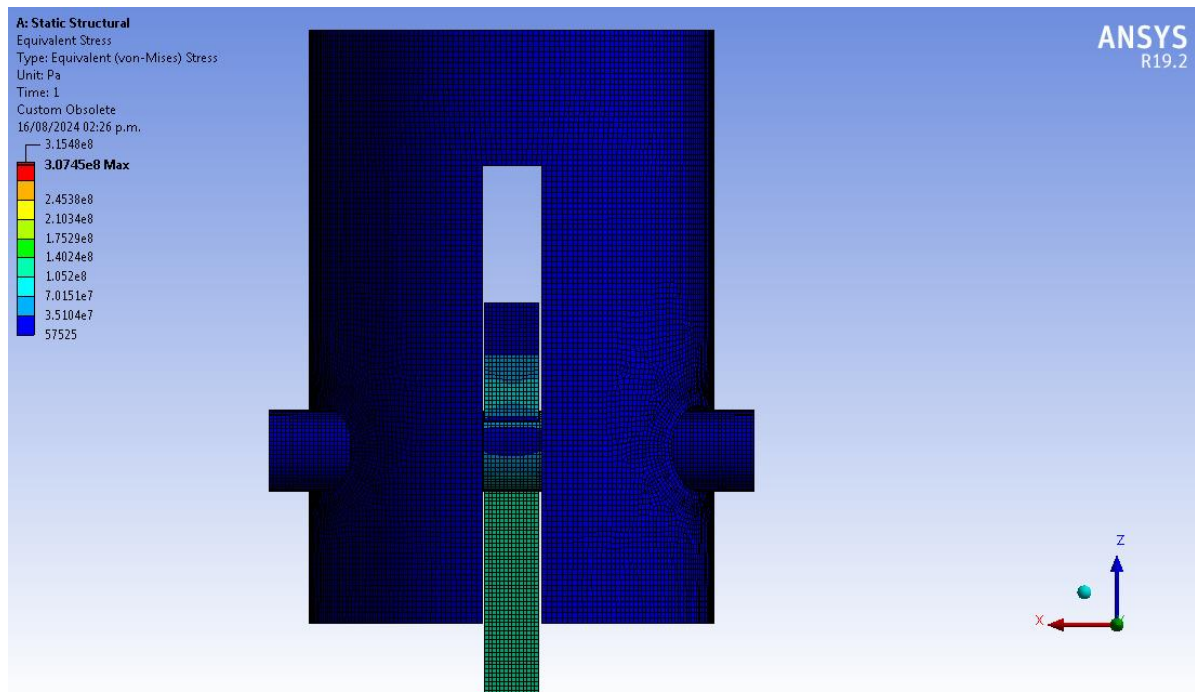


Figura IV-12 Vista lateral de la simulación por elementos finitos del campo tensorial elástico de von Misses del conjunto cabezal, perno y probeta. Se aprecian las mayores tensiones sobre la probeta y en el perno, donde esta se apoya.

En cambio, la Figura IV-13 presenta una vista de la simulación que permite vislumbrar los sitios de concentración de las máximas tensiones. Estos se ubican sobre el apoyo directo de la probeta y, como en el caso de la probeta cilíndrica, el material que fluiría es el acero P11, y no el del perno o el del cabezal. Su valor máximo ronda los ~ 295 MPa, frente a los ~ 112 MPa aplicados, ~ 183 MPa extras. Eventualmente, una pequeña deformación plástica en el perno no invalidaría la medición en el reloj comparador, ya que las deformaciones en el contorno circular que no resultan paralelas al eje de aplicación de carga, no se solapan con las que registra dicho instrumento. Además, frente a una apreciable deformación plástica del perno, se debería conocer su curso durante el ensayo, ya que sería equivocado asumir que debiera restársele a los valores de alargamiento el total final que se apreciara en el mismo.

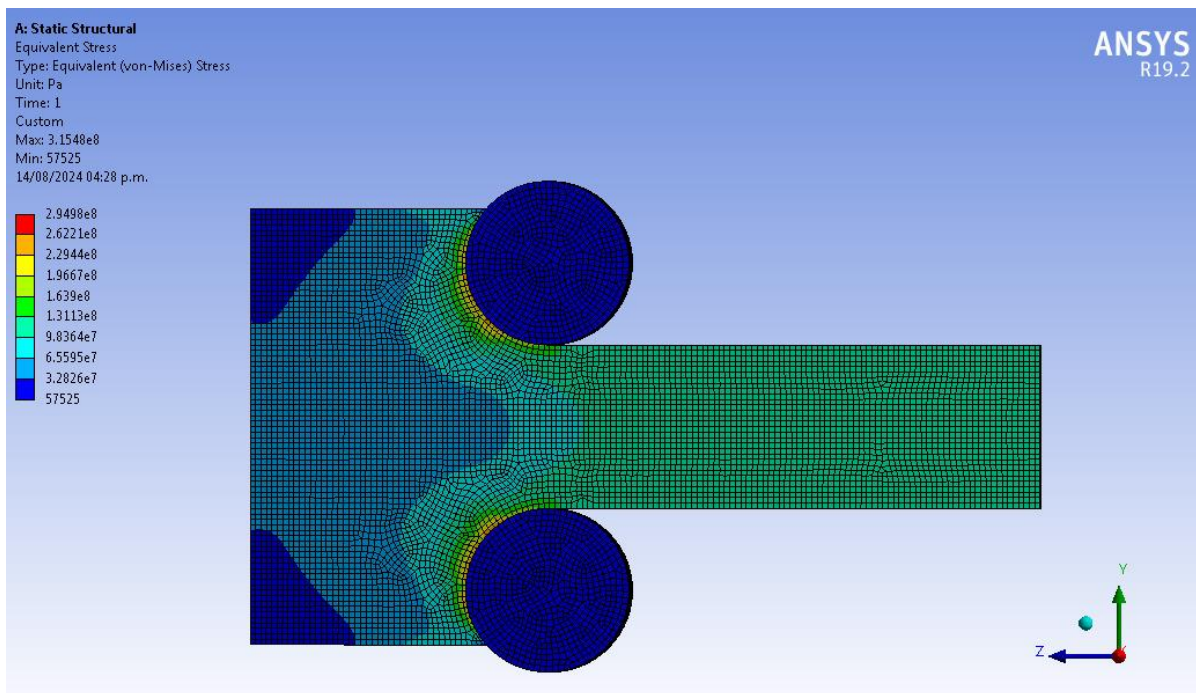


Figura IV-13 Vista transversal de la distribución del campo tensorial de von Mises por simulación de elementos finitos de la probeta rectangular y ambos pernos de apoyo.

Para una mejor apreciación de la realidad 3D del ensayo, la Figura IV-14 muestra que las concentraciones de las máximas tensiones de von Mises no se establecen en todo el ancho de apoyo de la probeta rectangular sobre los pernos, sino solamente en sus aristas circulares. Más alentador aún, ya que la deformación plástica por creep en esa zona no aportará significativamente a la del alma de la probeta. Es decir que esos 183 MPa de von Misses extras se generan en poco volumen de material, y alejado de la zona útil. La Figura IV-14 muestra la distribución de tensiones elásticas de von Misses del conjunto real sólido en 3D, en vista perspectiva.

Esto permite destacar que, si bien se plantea ingresar a los mapas de Ashby para tensiones generadas en el volumen del material en valores distintos a los que se aplica al alma de la probeta, como los que se estimaron por concentración de tensiones no por simulación por elementos finitos sino por criterios de mecánica de fractura en borde de filete, se debe recordar que dichos mapas se construyen con lo que ocurre en la probeta y no en pequeños volúmenes de material, alejados de dicha alma.

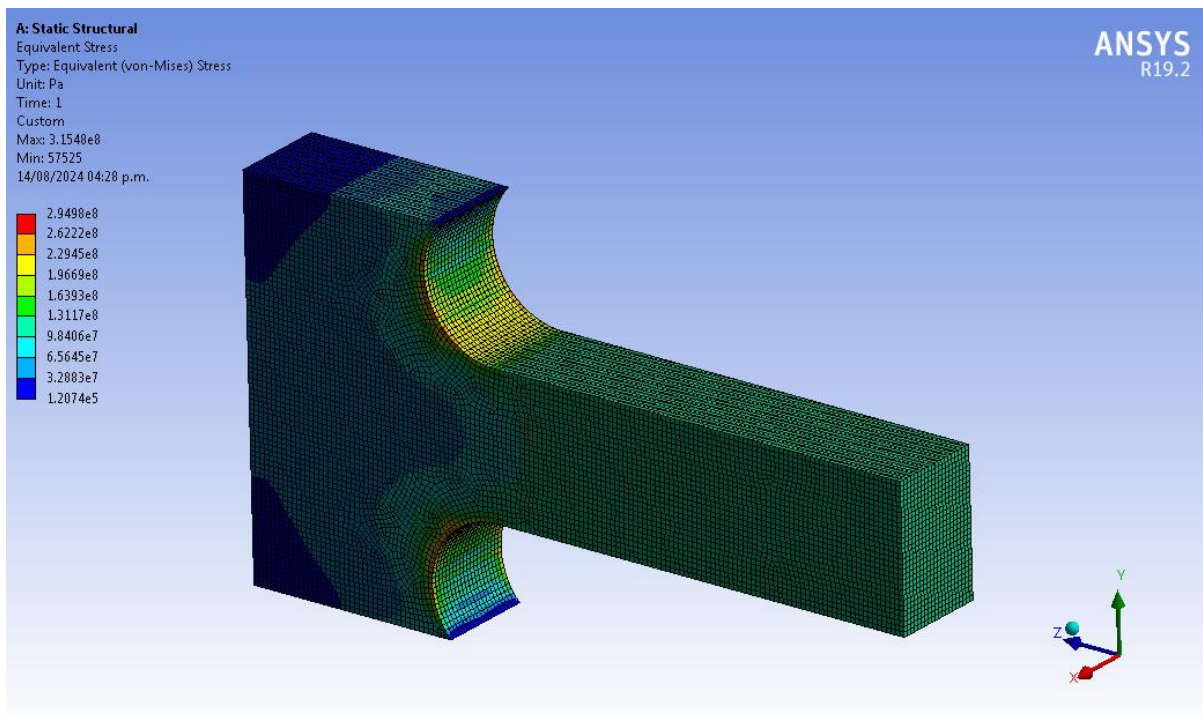


Figura IV-14 Vista en perspectiva de la distribución del campo tensorial elástico de von Mises simulado por el mallado 3D con elementos finitos, luego de aplicar 112 MPa en la sección transversal de la probeta, en su zona media.

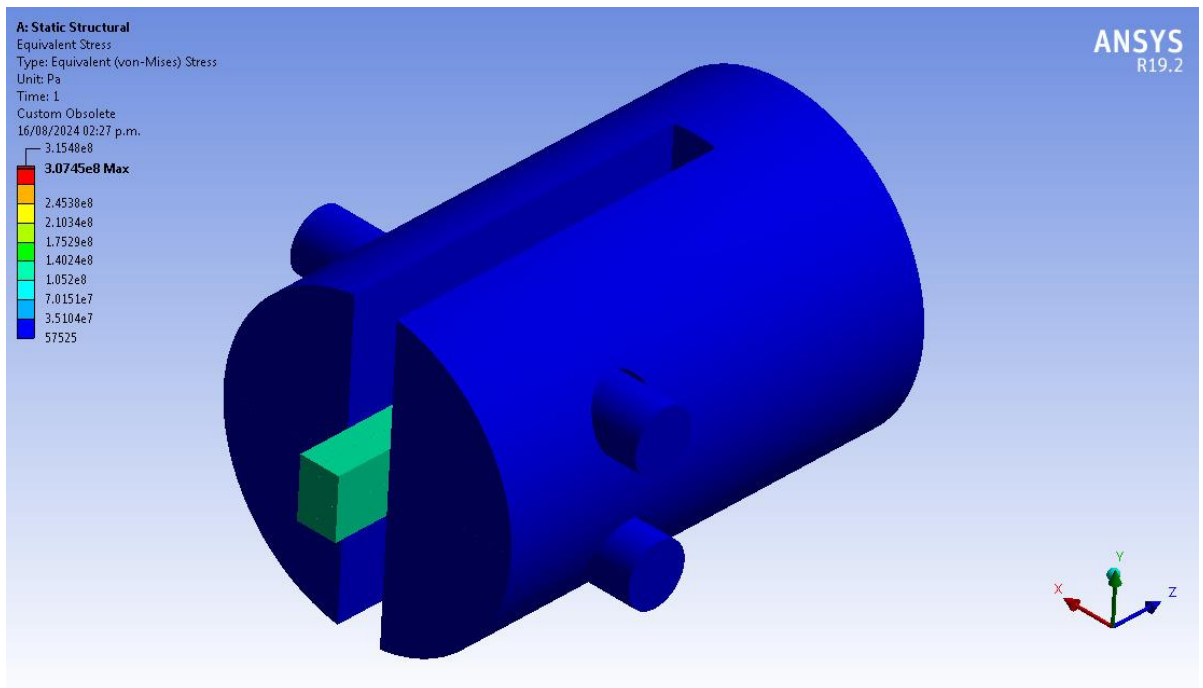


Figura IV-15 Vista en perspectiva de la simulación del campo tensorial de von Misses por elementos finitos, sin el mallado, del conjunto probeta-pernos-cabezal.

Hasta aquí se discutió la estimación analítica de las velocidades de deformación por creep, según mapas de Ashby, con las posibles concentraciones de tensiones, por criterios de mecánica de fractura y por simulación con elementos finitos del campo elástico de tensiones de von Mises. La determinación experimental de dichas velocidades se llevó a cabo tras la finalización de los ensayos correspondientes, lo que permitió analizar el posible efecto de la geometría de la sección transversal de las probetas, y la comparación con las estimaciones analíticas.

IV.3. Efecto de la geometría en atmósfera de aire

Para analizar el efecto de la geometría de la sección transversal de la probeta del acero P11 en su respuesta al creep, se evalúan los posibles cambios en las velocidades de deformación para geometrías diferentes, en los gráficos de creep relevados del ensayo experimental, y las superficies de fractura, en la zona de la estricción y rotura de las probetas. Para este apartado, se comenzó con ensayos en atmósfera de aire para varias probetas de geometría circular; luego, se establecieron cuatro condiciones de análisis para dilucidar comparaciones con los de geometría rectangular.

IV.3.1. Velocidades de deformación

Se estimaron las velocidades de deformación al comienzo del ensayo (inicio del creep primario) y en el estado estacionario (creep secundario). La metodología empleada consistió en la representación gráfica de la deformación ingenieril en función del tiempo de ensayo. Posteriormente, se aplicó un análisis de regresión lineal en las regiones de comienzo del creep primario y en el creep secundario de cada gráfico respectivamente. La pendiente de estas rectas proporcionó las velocidades iniciales de deformación para creep primario y secundario, en s^{-1} , correspondientes a la derivada de la deformación ingenieril con respecto al tiempo de ensayo en cada región, ofreciendo así una medida cuantitativa de los fenómenos de termofluencia en la probeta en el tiempo. La Figura IV-16 muestra el caso para el ensayo en probeta circular a 597 °C y 112 MPa.

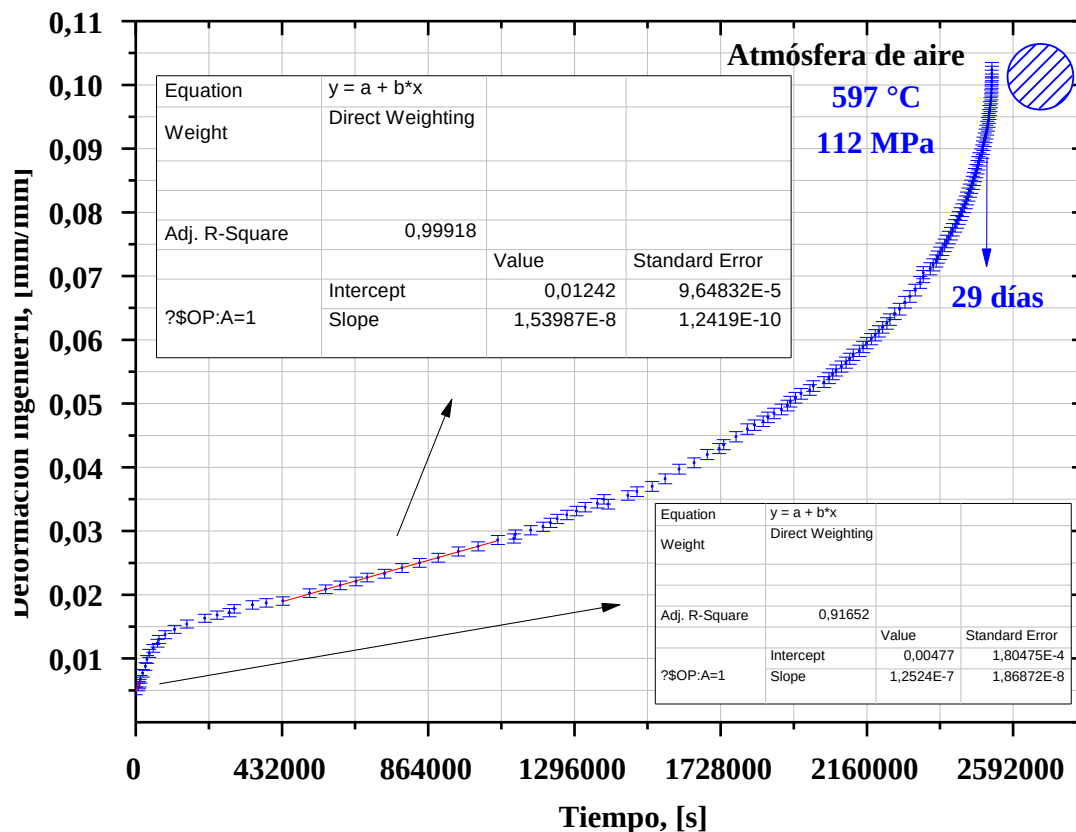


Figura IV-16 Esquema gráfico sobre la valoración de las velocidades de deformación.

Los gráficos de todos los ensayos, con su respectiva estimación analítica de velocidad inicial de creep primario y secundario, se presentan en el Apéndice 2.

La Figura IV-17 presenta un gráfico con las respuestas al creep de los ensayos en atmósfera de aire, para las dos geometrías de la sección transversal de las probetas. Inserto en el mismo, se muestran los creeps primarios e inicio de los secundarios de los primeros ensayos, algunos de corta duración y sin llegar a rotura por motivos experimentales, pero que sirvieron para estimar las velocidades de deformación en ambos casos. La Tabla IV-4 resume dichos valores.

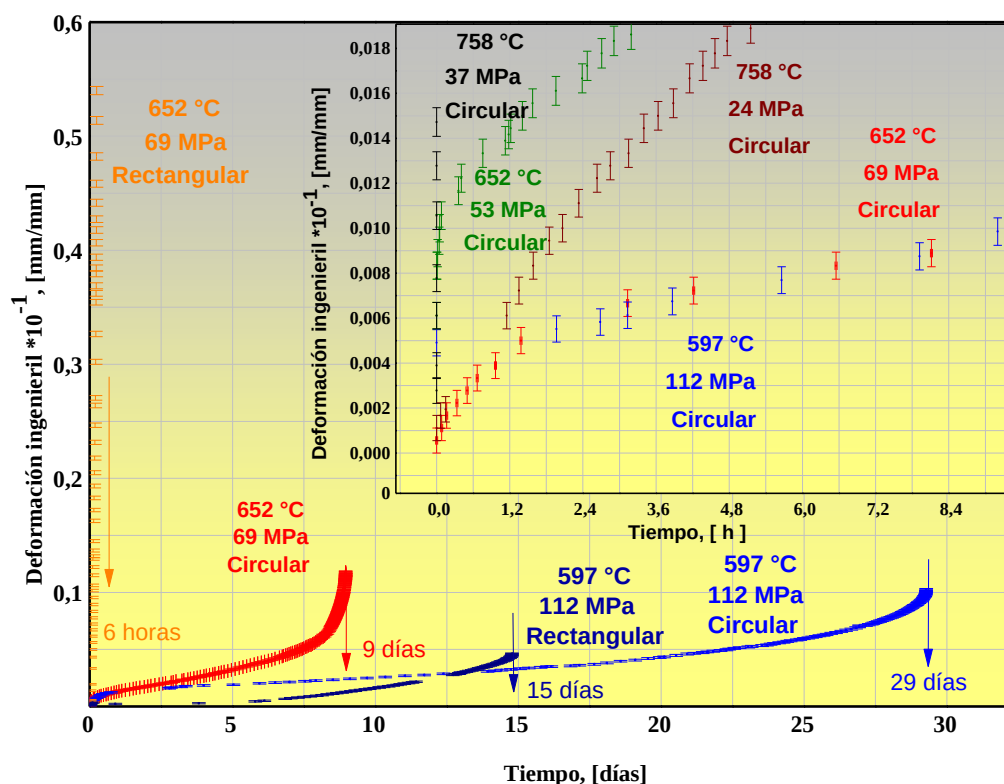


Figura IV-17 Respuesta al creep en atmósfera de aire.

Tabla IV-4 Velocidades de deformación inicial y estacionaria en atmósfera de aire.

Temperatura [°C]	Tensión [MPa]	Geometría sección transversal de probeta	Velocidad experimental de deformación por creep $d\epsilon/dt$ [s^{-1}]	
			Primario (inicio)	Secundario ($\epsilon' = cte.$)
597	112	Circular	$\sim 1,3 \cdot 10^{-7}$	$\sim 1,5 \cdot 10^{-8}$
		Rectangular	$\sim 9,6 \cdot 10^{-7}$	$\sim 2,51 \cdot 10^{-9}$
652	53	Circular	$\sim 8,4 \cdot 10^{-6}$	$\sim 3,7 \cdot 10^{-7}$
	69		$\sim 1,85 \cdot 10^{-6}$	$\sim 5,5 \cdot 10^{-8}$
758	24	Circular	$\sim 1,5 \cdot 10^{-6}$	$\sim 6,7 \cdot 10^{-7}$
	37		$\sim 1,7 \cdot 10^{-3}$	$\sim Sin\ dato$

Para todos los casos de la probeta con geometría circular ensayada en aire, aumentar la temperatura, independientemente de la tensión mecánica, implicó un aumento de la velocidad de deformación en el creep estacionario (secundario). Independientemente de la tensión y la geometría de la sección transversal, la velocidad de deformación inicial (inicio del creep primario) disminuyó entre 1 y 4 órdenes de magnitud con el aumento de la temperatura, dando cuenta del ablandamiento, pérdida de rigidez, en la respuesta inicial elástica.

Mientras que en el secundario disminuyó entre 1 y 2 órdenes de magnitud, respecto del ensayo a menor temperatura (597 °C). Para la geometría rectangular, aumentó la velocidad de deformación en ambos creeps, inicial del primario y secundario, respecto de la cilíndrica en iguales condiciones experimentales; aunque resultó más notorio a la mayor temperatura (652 °C), donde se incrementaron 1 y 2 órdenes de magnitud. La probeta de sección rectangular rompió en menor tiempo que la circular.

Además del efecto de la geometría de la sección transversal de la probeta sobre las velocidades de deformación, también se discute su efecto sobre el tiempo a rotura y superficie de fractura, y además para analizar el efecto de la atmósfera de trabajo sobre la respuesta al creep, se adoptan dos casos de estudio, de modo tal que, de uno a otro, la tendencia en temperatura es opuesta a la de la tensión mecánica aplicada, es decir, cuando aumenta la temperatura, disminuye la tensión mecánica y viceversa. 652 °C y 69 MPa – 597 °C 112,4 MPa.

De esta manera, se establecieron cuatro situaciones de comparación entre geometrías, tensiones mecánicas y temperaturas aplicadas, tanto en aire como en nitrógeno. Ya se mencionó que utilizar atmósfera circundante a la probeta libre de O₂(g), como una de N₂(g), impediría el fenómeno de oxidación.

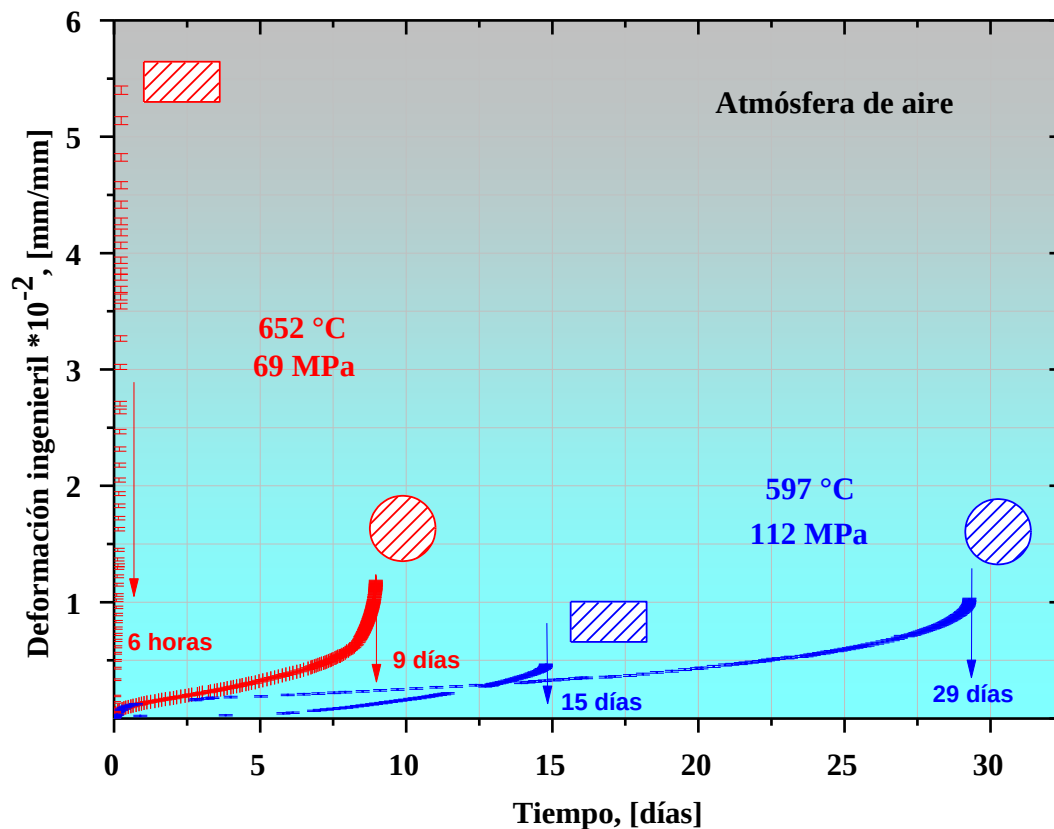


Figura IV-18 Efecto de la geometría de la sección transversal de la probeta de acero ferrítico P11 sobre la respuesta al creep en atmósfera de aire.

Así, se resumen en la Tabla IV-5 las velocidades de deformación estacionarias para los cuatro casos de estudio.

Tabla IV-5 Velocidades de deformación estacionaria de los cuatro (4) casos de estudio, según ensayos en laboratorio y mapas de Ashby.

Temp. [°C]	Tensión mecánica σ [MPa]	Geometría sección transversal de probeta	Atmósfera	Velocidad experimental de deformación por creep (ensayos) $\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt$ [s ⁻¹]		Tiempo experimental a rotura
				Primario (inicio)	Secundario ($\dot{\epsilon} = \text{cte.}$)	
597	112	Circular	Aire	$\sim 1,3 \cdot 10^{-7}$	$\sim 1,5 \cdot 10^{-8}$	29 días
		Rectangular		$\sim 9,6 \cdot 10^{-7}$	$\sim 2,51 \cdot 10^{-9}$	15 días
652	69	Circular		$\sim 1,85 \cdot 10^{-6}$	$\sim 5,5 \cdot 10^{-8}$	9 días
		Rectangular		$\sim 5,2 \cdot 10^{-5}$	$\sim 9,3 \cdot 10^{-6}$	6 horas

Como primera observación, para la misma geometría, haber aumentado la temperatura en 55 °C y disminuido la tensión mecánica en 43 MPa produjo, en ambos casos, una disminución del tiempo a rotura, con el aumento de la velocidad de deformación estacionaria para esto, efecto que se acentuó más en la probeta rectangular. En todos los casos, la velocidad de deformación estacionaria aumentó con el aumento de la temperatura.

Como segunda observación, modificando la geometría de la sección transversal de la probeta, en ambos casos de estudio, se aprecia que, para la probeta rectangular, el tiempo de rotura disminuye notablemente, con la notable mayor velocidad de deformación estacionaria de su ensayo análogo en la probeta circular, esto se acompañó de una oxidación más agresiva, que se mostrará en el análisis de la superficie de fractura; resultados que habilitaron discusiones con colegas del sector nuclear argentino¹⁹.

IV.3.2. Superficies de fractura

En todos los casos ensayados en aire, se observó la formación de una capa apreciable de óxido, más enfáticamente en la zona de fractura. Tal como se muestra en las fotografías de las Figura IV-19. Mientras que en la superficie de fractura de la probeta circular se aprecia una fractura copa-cono, en la rectangular se revelan bandas superficiales de deformación.



Figura IV-19 Superficies de fractura de probetas circular (superior) y rectangular (inferior), a 652 °C, 69 MPa.

¹⁹ A.I. Mendoza, E.P. Chomik, C.D. Arenas, D.F. Ciriani. *Influencia de los parámetros de ensayos de creep a un acero para uso nuclear*. XLVII Reunión anual de la Asociación Argentina de Tecnología Nuclear. Del 27/11/2023 al 1/12/2023. Centro Cultural Kirchner (CCK). CABA, Argentina.

IV.4. Efecto de la atmósfera de $N_2(g)$

Para analizar el efecto de la atmósfera de nitrógeno gaseoso sobre la respuesta al creep, se evalúan los cambios en las velocidades de deformación, en los gráficos de creep relevados del ensayo experimental, y las superficies de fractura, en la zona de la estricción y rotura de las probetas. Para este apartado, se respetaron las cuatro condiciones de análisis establecidas, para atmósfera de aire, y así vincular comparaciones cambiando solamente la atmósfera.

IV.4.1. Velocidades de deformación

La primera apreciación cualitativa, en cuanto al efecto de la geometría sobre las velocidades de deformación estacionaria con atmósfera de nitrógeno, es que, y al igual que con atmósfera de aire, las probetas rectangulares fluyeron a mayor velocidad que las cilíndricas en iguales condiciones de tensión y temperatura; como así también rompieron antes, Figura IV-20.

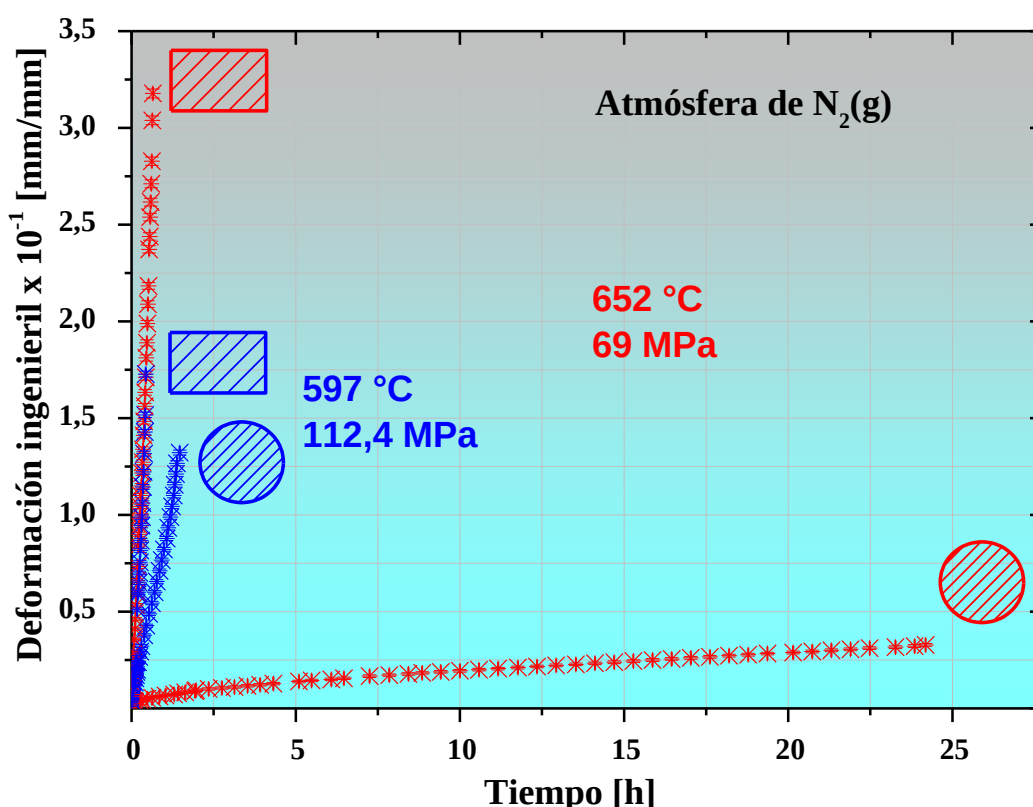


Figura IV-20 Efecto de la geometría de la sección transversal de la probeta de acero ferrítico P11 sobre la respuesta al creep en atmósfera controlada de nitrógeno ($N_2(g)$).

A continuación, se transcriben todos los datos de velocidad de deformación obtenidos experimentalmente de los ensayos de creep. Se incluye, cuando corresponde, la comparación

de estas velocidades con las velocidades obtenidas mediante el análisis de los mapas de Ashby (Figura IV-2), para el acero P11 en las condiciones de ensayo de la Tabla IV-6.

Tabla IV-6 Velocidades de deformación experimentales y de Ashby y tiempo a rotura, según atmósfera.

Temp. T [°C]	Tensión σ [MPa]	Geometría sección transversal de probeta	Atm.	Velocidad experimental de deformación por creep (ensayos) $\dot{\epsilon}=d\epsilon/dt$ [s ⁻¹]		Velocidad analítica de deformación por creep (Ashby) $\dot{\epsilon}=d\epsilon/dt$ [s ⁻¹]	Tiempo a rotura (ensayos)
				Primario (inicio)	Secundario ($\dot{\epsilon}$ =cte.)	Secundario ($\dot{\epsilon}$ =cte.)	
597	112	Circular	Aire	$\sim 1,3 \cdot 10^{-7}$	$\sim 1,5 \cdot 10^{-8}$	$\sim 9 \cdot 10^{-10}$	~ 29 días
			N ₂ (g)	$\sim 3,7 \cdot 10^{-5}$	$\sim 1,97 \cdot 10^{-5}$	No corresponde	$\sim 1,4$ horas
		Rectangular	Aire	$\sim 9,6 \cdot 10^{-7}$	$\sim 2,51 \cdot 10^{-9}$	$\sim 9 \cdot 10^{-10}$	~ 15 días
			N ₂ (g)	$\sim 6,47 \cdot 10^{-5}$	$\sim 3,05 \cdot 10^{-5}$	No corresponde	$\sim 25,9$ min
652	69	Circular	Aire	$\sim 1,85 \cdot 10^{-6}$	$\sim 5,5 \cdot 10^{-8}$	$\sim 10^{-9}$	~ 9 días
			N ₂ (g)	$\sim 1,31 \cdot 10^{-6}$	$\sim 2,65 \cdot 10^{-7}$	No corresponde	$\sim 24,2$ horas
		Rectangular	Aire	$\sim 5,2 \cdot 10^{-5}$	$\sim 9,3 \cdot 10^{-6}$	$\sim 10^{-9}$	~ 6 horas
			N ₂ (g)	$\sim 9,26 \cdot 10^{-5}$	$\sim 8,98 \cdot 10^{-5}$	No corresponde	~ 39 min

Contrariamente a lo esperado, el tiempo a rotura de las probetas ensayadas en atmósfera nitrógeno resultó sensiblemente menor que sus análogas en aire, a pesar de no haber experimentado oxidación.

Al igual que en aire, en nitrógeno las probetas rectangulares fluyeron más rápidamente que las circulares, aunque con velocidades de deformación inicial del mismo orden de magnitud a la menor temperatura, 597 °C, y tan sólo a 1-2 órdenes de magnitud más rápido a 652 °C tanto el inicial como el secundario. El efecto térmico de aumentar la temperatura tan sólo 55 °C, disminuyendo la tensión mecánica en 43 MPa, sobre la velocidad de deformación del creep secundario resultó más relevante en la probeta circular en atmósfera de aire, con una disminución de 2 órdenes de magnitud, lo que se tradujo en un mayor tiempo a rotura, incluso para todos los ensayos en atmósfera de aire, esto atrajo la atención de colegas de la ciencia y tecnología de materiales, con quienes se enriqueció la interacción con la comunidad.²⁰

Al mismo tiempo, al comparar las velocidades experimentales de deformación estacionaria en atmósfera de aire con la estimación del mapa de Ashby (que no especifica geometría de la

²⁰ C.D. Arenas, A.I. Mendoza, E.P. Chomik, D.F. Ciriani. *Efecto de la atmósfera en las propiedades viscoelásticas de creep en un acero tipo P11*. XXII Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales de la SAM-CONAMET-SOCHIM. Del 6/8/2024 al 9/8/2024. Ciudad Universitaria. CABA, Argentina.

sección transversal de la probeta sino sólo el tamaño promedio de grano), dicha predicción resultó más afín a la probeta circular, en 1-2 órdenes de magnitud, respecto de la obtenida experimentalmente; también Ashby predijo que, a mayor temperatura, dicha velocidad aumentó, aunque levemente. Si bien en dicho documento [3] no se especifica el tipo de probeta, sólo algún dibujo alusivo a una probeta circular, se asocia con estos resultados que habrían utilizado probetas circulares para la construcción de dichos mapas.

El plan experimental permitió identificar tendencias claras en las respuestas al creep, según atmósfera y geometría de probeta, en función de los parámetros específicos de ensayo. Cabe recordar que, al tratarse de ensayos preliminares, la cantidad total de ensayos llevados a cabo es insuficiente para concluir una tendencia general definitiva. Se menciona a continuación lo observado.

IV.4.2. Superficies de fractura

La primera y destacable observación de la superficie de fractura, y de la probeta ensayada en general, es que no se activó la oxidación durante los ensayos de creep en atmósfera controlada de nitrógeno. En la fotografía de la Figura IV-21 se aprecia esta notable diferencia con los ensayos en atmósfera de aire, para el ensayo a 652 °C y 69 MPa.

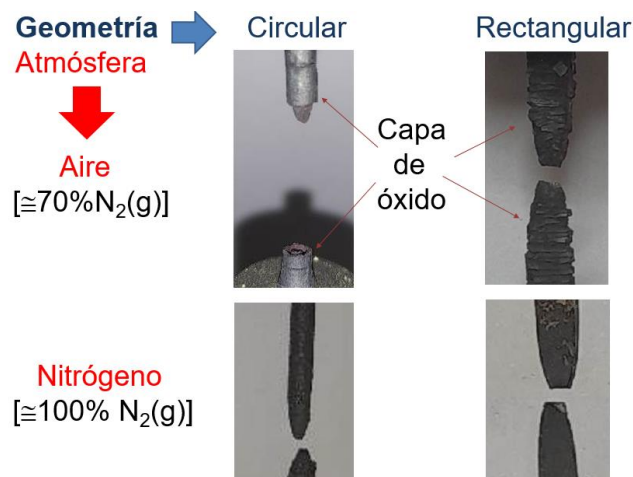


Figura IV-21 Efecto de la atmósfera sobre las superficies de fractura de probetas circular (izquierda) y rectangular (derecha), a 652 °C, 69 MPa.

Tal y como lo anunció la simulación por elementos finitos del estado tensorial elástico de von Misses, la probeta circular siempre rompió por medio de una estricción que se formó cerca de alguno de los extremos de la probeta, independientemente de la atmósfera. En contraste, la

rectangular, siempre rompió en su zona media, a pesar de que la simulación por elementos finitos determinó que se producía una concentración de tensión en las aristas circulares de los arcos sobre los que la misma se apoya en los pernos. Para sopesar estas observaciones, debe recordarse que la simulación del campo tensorial de von Mises es en el rango elástico, por lo tanto, tampoco se considera la cinética del flujo plástico que se activa durante del ensayo de creep.

En este sentido, el contraste ocurre en la probeta rectangular, que resultó la más agresivamente oxidada en aire, la que rompe antes que la circular en ambas atmósferas, pero la que rompe en su zona media, algo a favor para esta geometría, desde el punto de vista del criterio general de validez de un ensayo mecánico: que la probeta rompa en su zona media.

En síntesis, los mecanismos de deformación plástica por creep no se lentifican por la ausencia de oxidación, antes, se aceleran. Esto conlleva a una reflexión de compromiso, según se requiera el material para tal o cual aplicación: se evita la oxidación, a costa de que el material fluya más velozmente; o se prolonga la vida útil, a costa de que el material se oxide.

IV.5. Predicción de fin de vida útil con el criterio de Larson-Miller

Se realizaron 14 ensayos, con el objetivo de evaluar la validez del criterio de Larson-Miller para predecir tiempo de fin de vida útil. El propósito de esta decisión fue, en principio, obtener una cantidad suficiente de datos experimentales que permitieran confirmar o descartar una posible tendencia lineal en el plano de Larson-Miller (relacionando la carga mecánica aplicada con el Parámetro de L-M). Se propuso, entonces, establecer un vínculo entre tiempo de rotura, la tensión y la temperatura aplicada.

Como se mencionó, se estableció una duración de aproximadamente 168 horas por ensayo (una semana), con el propósito de cumplir con los plazos predefinidos para la investigación. Sin embargo, los tiempos planificados no se ajustaron conforme a lo anticipado en la literatura consultada. Esto motivó la exploración de posibles ajustes en los datos mediante la revisión del enfoque de Larson-Miller, es decir, obtener el análisis propio del acero ferrítico con el que se trabajó. Es pertinente señalar que este enfoque se desarrolló y aplicó primordialmente en ensayos de creep realizados en atmósferas de aire, lo que suscita una discusión alusiva.

El método establece que la tendencia gráfica de los datos experimentales de los ensayos de creep, en el plano $\text{Log}(\text{tiempo de rotura [h]})$ vs $1/\text{Temperatura absoluta [K]}$, resulta en una recta. De este modo, se tiene que:

$$\text{Log}(t_r) = (\text{LMP} / T) - C \quad [1]$$

Donde:

t_r : tiempo de rotura de la probeta [h]

LMP: parámetro de Larson-Miller (pendiente de la recta)

T: temperatura [K]

C: constante empírica específica del material.

Luego entonces se graficó el tiempo de rotura en relación a la temperatura, mediante un gráfico de la forma $\text{Log}(t_r)$ vs $1/T$. En el marco de la presente tesis, se realizaron dos ensayos de creep para cada combinación posible de geometría y atmósfera. Así, mediante el ajuste lineal para cada par de puntos en cada condición experimental, el valor numérico de la pendiente de cada interpolación permitió, obtener en cada caso, el parámetro LMP, que relaciona el tiempo de rotura, tensión aplicada y temperatura, Figura IV-22.

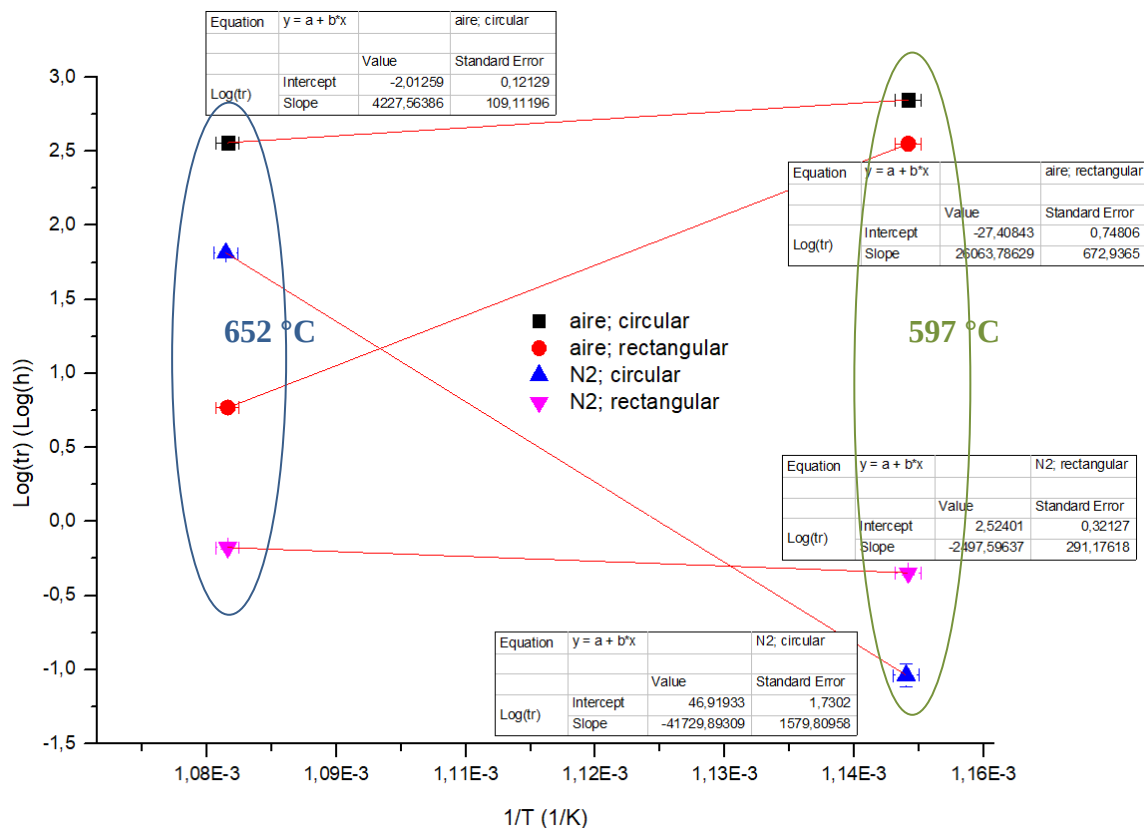


Figura IV-22 Gráfico $\text{Log}(t_r)$ vs. $1/T$ para análisis de Larson-Miller.

El gráfico de la Figura IV-22 muestra la variabilidad de la pendiente de ajuste (parámetro de Larson-Miller) en función de la geometría y de la atmósfera. Esto último era esperable, pero que a la misma tensión mecánica se aprecie una diferencia por el hecho de haber modificado la geometría de la sección transversal de la probeta resulta notable. Es decir que, para este análisis con el criterio de Larson-Miller, no alcanza con establecer la tensión mecánica, además de la temperatura y atmósfera, sino también de dicho parámetro, algo interesante a considerar en adelante.

Para vincular la tensión mecánica aplicada en el ensayo de creep, se incorpora en una etapa posterior del análisis. Para correlacionar adecuadamente el LMP con el tiempo de vida útil del material, se grafican los valores de tensión aplicada frente a los LMP obtenidos, considerando diferentes constantes C, de acuerdo con los valores experimentales.

A continuación, se presentan los resultados experimentales obtenidos para los casos de estudio, Tabla IV-7.

Tabla IV-7 Tensión aplicada vs. parámetro de Larson-Miller.

Temperatura	Tensión mecánica (σ)	Tiempo de rotura	Ord. al origen	Pendiente; LMP	C= (LMP/T) - log(tr)	Sección probeta	Atmósfera
K	MPa	h					
870	112	702,55	-2,013	4227,564	2,013	Circular	Aire
925	69	361,20					
870	112	354,77	-27,408	26063,786	27,408	Rectangular	Aire
925	69	5,87					
870	112	0,09	46,919	-41729,893	-46,928	Circular	N ₂ (g)
925	69	65,05					
870	112	0,45	2,524	-2497,596	-2,524	Rectangular	
925	69	0,67					

Así, y con base en los datos presentados en tabla y en los valores obtenidos para la constante de la aleación C, la bibliografía recomienda construir una curva maestra que represente la respuesta del material a la rotura por termofluencia, en un amplio rango de temperaturas y tensiones. Este tipo de representación gráfica permite analizar la respuesta de la aleación en función de las variables estudiadas y verificar su rendimiento bajo diversas condiciones operativas.

A modo de ejemplo, Figura IV-23 ilustra una curva maestra para la aleación ferrosa S-590, donde se presenta cómo se comporta la aleación bajo diferentes condiciones de temperatura y tensión [5]; para lo cual se requiere de una cantidad de ensayos de creep superior a cuatro.

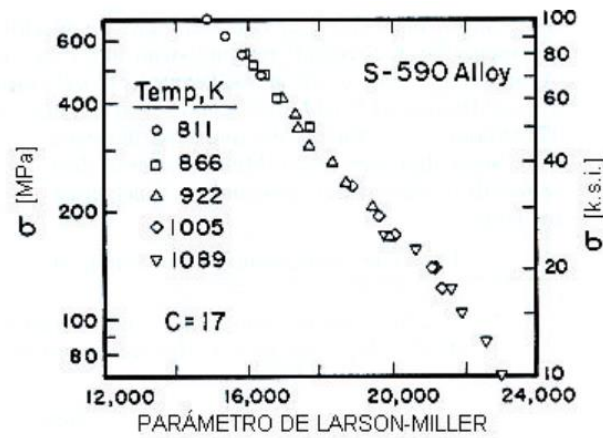


Figura IV-23 Curva maestra de los parámetros de Larson-Miller. Aleación S-590 [5].

Se presenta a continuación la gráfica correspondiente a los datos de la serie de ensayos, siguiendo el formato descrito, Figura IV-24.

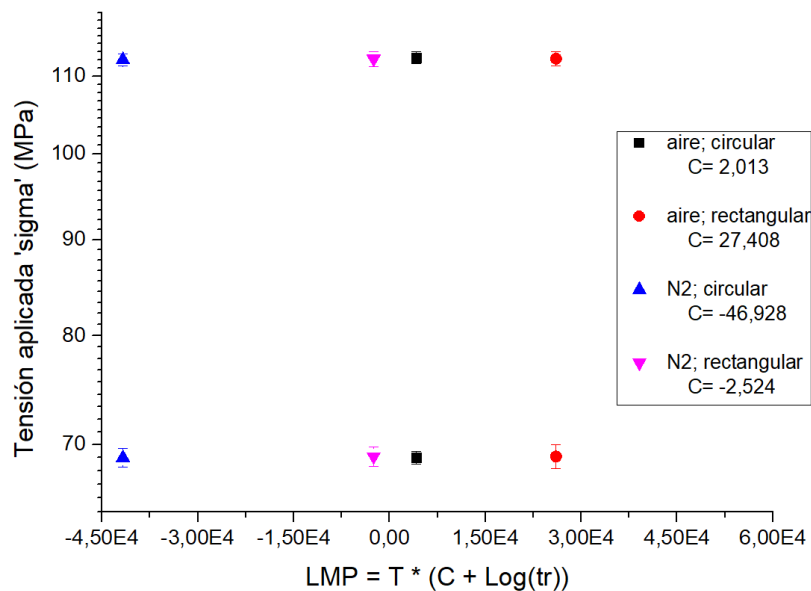


Figura IV-24 Tensión aplicada vs. parámetro de Larson-Miller para el acero ferrítico P11.

Dado el número limitado de ensayos realizados y la variación en la geometría de las probetas (variable que no se considera directamente en el criterio de Larson-Miller) no fue posible construir una curva maestra. En consecuencia, se graficaron únicamente los puntos experimentales obtenidos en el plazo de tesis planificado.

Además, no se logró determinar un valor único de LMP para el acero en estudio que fuera independiente de la atmósfera y la geometría del material. Para obtener un parámetro de Larson-Miller consistente, sería necesario realizar una mayor cantidad de ensayos a tensión constante y varias temperaturas. Esta tarea requeriría un tiempo de experimentación

significativamente mayor al disponible. Por lo tanto, se recomienda que estos ensayos adicionales se lleven a cabo en futuros estudios.

Por otra parte, es necesario destacar que la falta de cumplimiento del tiempo de ruptura predicho teóricamente, antes de iniciar los ensayos, no necesariamente se atribuye al enfoque de Larson-Miller. Deben considerarse otras posibles causas, tales como variaciones en la composición del acero, que puede diferir del utilizado en estudios anteriores, así como fluctuaciones estadísticas. Sin embargo, la incertidumbre asociada a estas fluctuaciones es difícil de determinar, debido a la cantidad limitada de ensayos realizados hasta el momento.

Los ensayos de esta tesis son preliminares, con el fin de obtener una primera interpretación de los resultados. En ese sentido, la diferencia en la atmósfera de ensayo, utilizando $N_2(g)$ en lugar de aire, no puede considerarse como el motivo principal de la obtención de distinto parámetro de Larson-Miller a la mismas tensiones y temperaturas, según geometría de la sección transversal de las probetas. Esto se fundamenta en que, al inicio de la investigación, también se llevaron a cabo ensayos en atmósfera de aire, siguiendo el enfoque propuesto en el manual EPRI [6].

IV.6. Bibliografía

- [1] ASM International, ASM Specialty Handbook Stainless Steels, J. Davis, Ed., ASM International The Materials Information Society, 1999, p. Tabla 1.
- [2] ASTM International, «ASTM A335/A335M-15: Standard Specification for Seamless Ferritic Alloy-Steel Pipe for High-Temperature Service,» ASTM International, 2015.
- [3] H. J. Frost y M. F. Ashby, «Michael F. Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics».
- [4] W. D. Pilkey y D. F. Pilkey, Peterson's stress concentration factors, 2007.
- [5] F. Povolo y E. B. Hermida, *Propiedades Mecánicas*, 2003 ed., General San Martín: Instituto Sabato UNSaM-CNEA IT/A 75/03, 2002, p. 123.
- [6] EPRI, The Grades 11 and 12 Low Alloy Steel Handbook: 1¼Cr½Mo, 1Cr½Mo, 13CrMo44, 620/621, STPA 22/23, 2007.

Capítulo V. Conclusiones

V.1. Sobre los componentes ad hoc para garantizar atmósfera controlada

- 1- Garantizar estanqueidad en el sistema neumático resultó crucial para establecer régimen de alto vacío, previo a la inyección del flujo de $N_2(g)$.
- 2- El sistema de flujo positivo resultó óptimo para garantizar atmósfera controlada durante el ensayo de creep, dicha fuga al entorno permitió utilizar una sola botella Deware en los ensayos, aún con los cuatro módulos del equipo de creep activos, y considerando el de mayor duración: 29 días.
- 3- La posibilidad de que el sistema alcanzara la temperatura de trabajo resultó sensible al flujo de $N_2(g)$, ya que debe balancearse la velocidad del flujo con el tiempo necesario para que el nitrógeno gaseoso adquiera la temperatura de trabajo, antes de ingresar al recinto donde se encuentra la probeta. El flujo óptimo resultó para una presión de salida de la botella Deware de entre 5 y 10 psi.

V.2. Sobre la validación de los ensayos de creep

- 1- Estimar el tamaño de grano del acero ferrítico presentó la dificultad destacable de no visibilizarse fácilmente los bordes del grano austenítico.
- 2- Las técnicas para estimar tamaño de grano resultan muy sensibles a la calidad de las fotografías tomadas por microscopía óptica.
- 3- El revelado de los bordes de grano resultó muy sensible al tiempo de tratamiento electroquímico previo de la inclusión.
- 4- Las técnicas para estimar la composición química de los aceros resultaron eficientes.
- 5- Se garantizó que las mediciones de alargamientos medidos durante los ensayos de creep resultaron representativas del acero ferrítico en estudio.
- 6- Los mapas de Ashby se constituyeron en una herramienta poderosa para el análisis preliminar acerca de la preponderancia de la velocidad de deformación estacionaria del acero ferrítico por sobre la del inoxidable AISI 310S, utilizado para fabricar las mordazas y vástagos.
- 7- La simulación por elementos finitos del estado tensorial elástico de von Mises permitió contar con una visualización y cuantificación realista, a las máximas temperatura y tensión mecánica empleadas (652 °C y 112 MPa).

V.3. Sobre el efecto de la geometría y la atmósfera en la respuesta al creep

- 1- En las atmósferas de aire y nitrógeno, las probetas rectangulares siempre rompieron antes que las circulares, a iguales condiciones de tensión y temperatura aplicadas.
- 2- En todos los ensayos en aire, el material se oxidó intensamente. Sin embargo, no por esto los tiempos a rotura aumentaron, al contrario, disminuyeron, más aún en las probetas con geometría rectangular.
- 3- **Según la aplicación del acero ferrítico P11 analizado, se debe decidir la función principal del componente que se fabrique con este acero: si se requiere larga duración, será a expensas de que el material se oxide. Si se requiere ausencia de oxidación, será a expensas de una menor vida útil.**

V.4. Sobre la predicción del tiempo de vida útil con el criterio de Larson-Miller

- 1- El criterio de Larson Miller resultó dependiente de la geometría de la probeta y atmósfera de ensayo, aspectos que no se abordan en la bibliografía consultada.

V.5. Sobre las tareas futuras en la línea de trabajo de esta tesis

- 1- La mejora de la capacidad instalada del equipo de creep habilita nuevas líneas de investigación, no sólo en aceros sino en cualquier sistema material que se requiera. En consecuencia, se alienta la continuidad de la automatización de la adquisición de mediciones experimentales, como así también el mejoramiento del sistema neumático para ensayos de creep en atmósfera controlada.
- 2- Durante la revisión bibliográfica realizada, se identificó que la literatura técnica existente proporciona una cantidad limitada de información detallada sobre los procedimientos de ensayo, especialmente en lo que concierne a los métodos utilizados para asegurar una atmósfera controlada. Esto subraya la necesidad de que la División elabore documentación técnica propia, basada en la experiencia actual y futura del laboratorio en relación a los ensayos de creep.
- 3- Los efectos observados en las respuestas al creep del acero P11 se explicarían con mayor rigor si se estudian los mecanismos de difusión atómica del gas nitrógeno empleado, para esto, medir porcentaje de nitrógeno difundido iniciaría la discusión de alguna posible nitruración bajo tensión aplicada.

Apéndice I. Nomenclatura de los aceros

Ap. I. 1 Resumen porcentajes en peso y denominaciones

Tabla Ap1-1 Porcentaje en peso de los principales elementos de los aceros por espectrometría de chispa.

Material	Porcentaje en peso de los elementos										
	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	N	Nb	Ti	P	S
Acero auxiliar (mordazas)	0,0507	23,62	18,83	1,83	0,829	0,289	0,0661	0,0447	0,0878	0,0279	0,0012
Acero espécimen (probetas)	0,253	1,03	0,019	0,41	0,21	0,648	n/a	n/a	n/a	0,004	0,004

Tabla Ap1-2 Denominaciones tabuladas aceros inoxidables.

Table 1 Composition of selected standard and special stainless steels

UNS designation	AISI type	Composition, wt% max									
		C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Others
Austenitic alloys											
S30908	309S	0.08	2.00	1.00	0.045	0.030	22.00-24.00	12.00-15.00	...	...	...
s 31000	310	0.25	2.00	1.50	0.045	0.030	24.00-26.00	19.00-22.00	...	...	...
S31008	310S	0.08	2.00	1.50	0.045	0.030	24.00-26.00	19.00-22.00	...	...	...
S31600	316	0.08	2.00	1.00	0.045	0.030	16.00-18.00	10.00-14.00	2.00-3.00	...	...
S31603	316L	0.030	2.00	1.00	0.045	0.030	16.00-18.00	10.00-14.00	2.00-3.00	...	...
S31620	316F	0.08	2.00	1.00	0.20	0.10(a)	17.00-19.00	12.00-14.00	1.75-2.50	...	...
S31700	317	0.08	2.00	1.00	0.045	0.30	18.00-20.00	11.00-15.00	3.00-4.00	...	...
S31703	317L	0.030	2.00	1.00	0.045	0.030	18.00-20.00	11.00-15.00	3.00-4.00	...	...
S32100	321	0.08	2.00	1.00	0.045	0.030	17.00-19.00	9.00-12.00	...	...	5 x C min Ti
S34700	347	0.08	2.00	1.00	0.045	0.030	17.00-19.00	9.00-13.00	...	...	10 x C min Nb
S34720	347F(b)	0.08	2.00	1.00	0.045	0.18-0.35	17.00-19.00	9.00-12.00	...	...	10 x C-1.10 Nb
S34723	347FSe(b)	0.08	2.00	1.00	0.11-0.17	0.030	17.00-19.00	9.00-12.00	...	...	10x C-1.10 Nb; 0.15-0.35 Se
S38400	384	0.08	2.00	1.00	0.045	0.030	15.00-17.00	17.00-19.00	...	...	...
N08020	20Cb-3(e)	0.07	2.00	1.00	0.045	0.035	19.00-21.00	32.00-38.00	2.00-3.00	...	8 x C-1.00 Nb; 3.00-4.00 Cu

(continued)

Note: All compositions include Fe as balance. (a) Minimum, rather than maximum wt%. (b) Designation resembles AISI type, but is not used in that system. (c) Commontrade name, rather than AISI type. (d) Trade name of Crucible Inc. (e) Trade name of Carpenter Technology Corporation. (f) Trade name of AI-TechCorp. (g) Trade name of Armeto Inc.

Tabla Ap1-3 Denominaciones tabuladas aceros Cr-Mo grado P.



A335/A335M - 15a

TABLE 1 Chemical Requirements

Grade	UNS Designation ^A	Composition, %							
		Carbon	Manganese	Phosphorus, max	Sulfur, max	Silicon	Chromium	Molybdenum	Others
P1	K11522	0.10-0.20	0.30-0.80	0.025	0.025	0.10-0.50	...	0.44-0.65	...
P2	K11547	0.10-0.20	0.30-0.61	0.025	0.025	0.10-0.30	0.50-0.81	0.44-0.65	...
P5	K41545	0.15 max	0.30-0.60	0.025	0.025	0.50 max	4.00-6.00	0.45-0.65	...
P5b	K51545	0.15 max	0.30-0.60	0.025	0.025	1.00-2.00	4.00-6.00	0.45-0.65	...
P5c	K41245	0.12 max	0.30-0.60	0.025	0.025	0.50 max	4.00-6.00	0.45-0.65	...
P9	S50400	0.15 max	0.30-0.60	0.025	0.025	0.25-1.00	8.00-10.00	0.90-1.10	...
P11	K11597	0.05-0.15	0.30-0.60	0.025	0.025	0.50-1.00	1.00-1.50	0.44-0.65	...
P12	K11562	0.05-0.15	0.30-0.61	0.025	0.025	0.50 max	0.80-1.25	0.44-0.65	...
P15	K11578	0.05-0.15	0.30-0.60	0.025	0.025	1.15-1.65	...	0.44-0.65	...
P21	K31545	0.05-0.15	0.30-0.60	0.025	0.025	0.50 max	2.65-3.35	0.80-1.06	...
P22	K21590	0.05-0.15	0.30-0.60	0.025	0.025	0.50 max	1.90-2.60	0.87-1.13	...
P23	K41650	0.04-0.10	0.10-0.60	0.030 max	0.010 max	0.50 max	1.90-2.60	0.05-0.30	V 0.20-0.30

Ap. I. 2 Acero auxiliar

Se denominó *acero auxiliar* al acero inoxidable utilizado para construir las mordazas, vástagos y tubos AC.

Ap. I. 2. 1 Espectrometría de chispa (OES)



Sample Result Name	Type	Measure Date Time
Muestra 0008-03-23	Unknown	09/03/2023 12:16

Method Name	Check Type	Check Status
Fe-01-M	None	Not Used

Status
Not Used

Sample Name
Muestra 0008-03-23

	C Conc %	Si Conc %	Mn Conc %	P Conc %	S Conc %	Cr Conc %	Mo Conc %
1	0.0534	0.826	1.82	0.0293	0.0164	23.59	0.291
2	0.0509	0.822	1.82	0.0284	0.0150	23.64	0.289
3	0.0492	0.819	1.84	0.0276	0.0144	23.67	0.288
4	0.0486	0.835	1.84	0.0272	0.0133	23.58	0.290
5	0.0514	0.841	1.84	0.0270	0.0138	23.62	0.290
Rep	0.0507	0.829	1.83	0.0279	0.0146	23.62	0.289
SD	0.0019	0.0092	0.0113	0.00095	0.0012	0.0362	0.0012
RSD	3.75	1.10	0.617	3.40	8.16	0.153	0.423
	V Conc %	W Conc %	Pb Conc %	Sn Conc %	Mg Conc %	As Conc %	Zr Conc %
1	0.108	0.0281	0.0121	0.0125	0.0157	0.0113	0.0045
2	0.108	0.0282	0.0122	0.0125	0.0157	0.0100	0.0045
3	0.107	0.0262	0.0122	0.0125	0.0158	0.0093	0.0044
4	0.109	0.0293	0.0121	0.0124	0.0159	0.0087	0.0046
5	0.109	0.0270	0.0121	0.0124	0.0158	0.0078	0.0045
Rep	0.108	0.0278	0.0121	0.0124	0.0158	0.0094	0.0045
SD	0.00086	0.0012	0.00006	0.00006	0.00009	0.0013	0.00006
RSD	0.796	4.37	0.461	0.467	0.547	14.26	1.40

Recalculation Date Time	Origin
09/03/2023 12:24	Measured
Correction Type	Outlier Test Type
None	None

Ni Conc %	Al Conc %	Co Conc %	Cu Conc %	Nb Conc %	Ti Conc %
18.88	0.0134	0.108	0.256	0.0448	0.0933
18.82	0.0133	0.106	0.255	0.0440	0.0894
18.76	0.0133	0.103	0.257	0.0442	0.0772
18.83	0.0133	0.102	0.256	0.0453	0.0862
18.84	0.0133	0.102	0.258	0.0451	0.0932
18.83	0.0133	0.104	0.256	0.0447	0.0878
0.0424	0.00007	0.0026	0.0011	0.00056	0.0067
0.225	0.526	2.54	0.421	1.25	7.60
Bi Conc %	Ca Conc %	Ce Conc %	Sb Conc %	Se Conc %	Te Conc %
0.0081	0.0015	0.0212	0.0063	0.0030	0.0066
0.0080	0.0015	0.0210	0.0059	0.0031	0.0064
0.0080	0.0012	0.0211	0.0054	0.0035	0.0065
0.0081	0.0015	0.0212	0.0070	0.0023	0.0069
0.0081	0.0017	0.0211	0.0066	0.0028	0.0064
0.0081	0.0015	0.0211	0.0062	0.0029	0.0066
0.00004	0.00015	0.00006	0.00061	0.00045	0.00020
0.489	10.44	0.291	9.79	15.18	3.03

	Ta Conc %	B Conc %	Zn Conc %	La Conc %	N Conc %	Fe Conc %
2	0.0803	0.0042	0.0141	0.0017	0.0667	53.6
3	0.0761	0.0036	0.0140	0.0016	0.0638	53.6
4	0.0757	0.0036	0.0143	0.0016	0.0646	53.6
5	0.0754	0.0037	0.0141	0.0016	0.0628	53.6
Rep	0.0773	0.0039	0.0141	0.0016	0.0661	53.6
SD	0.0022	0.00033	0.00011	0.00002	0.0040	0.0355
RSD	2.89	8.56	0.811	1.13	6.06	0.0662

Ap. I. 2. 2 Espectroscopia de plasmas inducidos por láser (LIBS)

FO-Dif-LabLIBS-001Rev 0

	GERENCIA DE AREA DE ENERGÍA NUCLEAR GERENCIA DE MATERIALES DIVISIÓN DIFUSIÓN -DPTO TRANSFORMACIONES Y PROPIEDADES Avenida. Gral. Paz 1499. (1650) San Martín TE/ FAX 67727862		
AUTOR (ES): Y. GOMEZ	REVISÓ Y REDACTÓ: C. ARARAT-IBARGUEN, M. IRIBARREN.	LIBS-DIF N°: 038	FECHA: 06/07/2023 N° DE PAG: 05
INFORME TECNICO			
GRUPO: Difusión		INFORME DE ENSAYO ASOCIADO	
TITULO: Identificación cualitativa AISI 304.			
SOLICITANTE: Claudio Arenas – Gerencia de Materiales			
RESUMEN: Se recibieron dos muestras; un patrón de acero AISI 304 y una segunda muestra la cual se presumía AISI 304. Se utilizó la técnica LIBS para encontrar diferencias entre las dos muestras. Se encontraron diferencias en el contenido de Cr pero no se hallaron diferencias en las líneas espectrales presentes en la muestra incógnita respecto al patrón AISI 304, lo que indica que ambos materiales contienen los mismos aleantes difiriendo solo en la cantidad de Cr.			
PALABRAS CLAVES: Acero Inoxidable, AISI 304, LIBS,			
DISTRIBUCIÓN: Interesado			

	INFORME TECNICO		
	DIVISIÓN DIFUSIÓN	DIF : 027 Página 2 de 6	

Objetivo: Explorar las características espectrales de ambas muestras para tratar de inferir si se trata del mismo material (supuesto AISI 304)

Muestra Entregada:

- AISI 304 (Patrón)
- Muestra desconocida (se presume AISI 304). En adelante será denominada AISI 30X.

Características del análisis realizado:

La técnica permite obtener un espectro de emisión originado por el plasma generado por un pulso láser. Las señales que presenta el espectro obtenido por cada pulso láser (de ahora en adelante se lo llamará disparo) en la muestra, corresponden a emisiones características de los especies presentes en la probeta.

A continuación se realizó el análisis LIBS con los parámetros que se encuentran en la siguiente tabla.

Los parámetros del Láser LIBS

Equipo de análisis	LIBS OceanOptics 2500+
Cristal	Nd:YAG
Ambiente	aire
Energía del láser	41.8 mJ
Distancia focal	6.2 cm
Tiempo de retardo	-2.1us
Numero de disparos por punto	1
Promedio de disparos por muestra	100
Rango de detección	200 – 730 nm

Datos

- 101 espectros AISI 304
- 104 espectros AISI 30X

NOTA: 3 disparos de limpieza y 1 de medición.

Preprocesado de espectros:

- Sustracción de línea base.
- Normalizado por suma total.

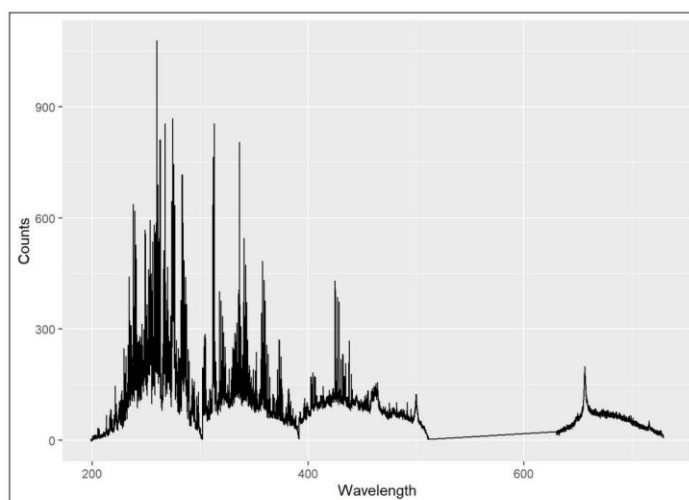
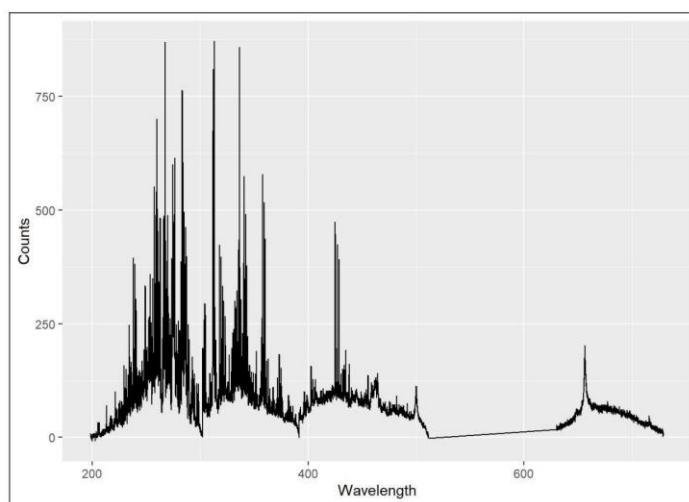
	INFORME TECNICO		
	DIVISIÓN DIFUSIÓN	DIF : 027 Página 3 de 6	

Metodología de analisis

- **Inspección visual:** No se observan picos distintivos en las muestras.
- **Partial least squares-discriminant analysis (PLS-DA).**
- **t-test**

Resultados

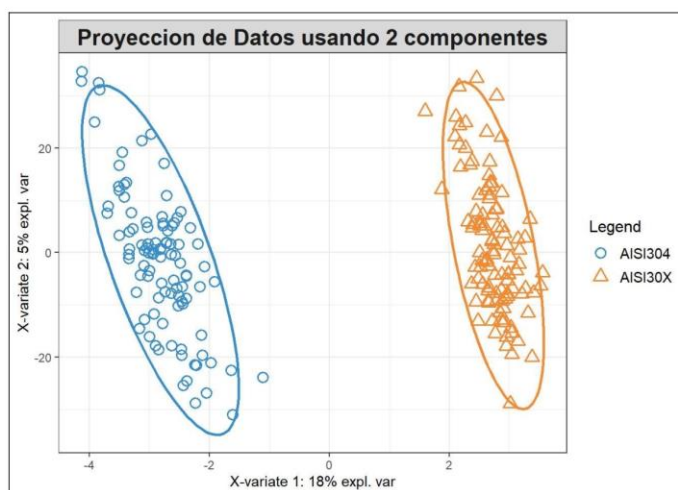
A continuación se muestran los espectros de emisión obtenidos por LIBS para las muestras **AISI 304** y **AISI 30X** comprendida entre 199 - 710 nm.



	INFORME TECNICO		
	DIVISIÓN DIFUSIÓN	DIF : 027 Página 4 de 6	

PLS-DA

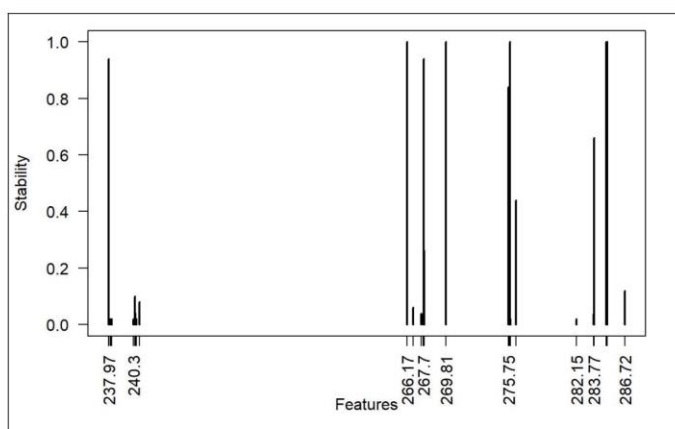
La metodología PLS-DA trata de obtener una combinación lineal de las características originales de los datos tal que los mismos puedan ser descritos por un numero menor de características. En el caso de nuestros datos espectrales (LIBS), cada espectro esta formado por 8000 longitudes de onda, siendo ruido un gran numero de ellas. En el caso particular estudiado, la técnica se aplica de manera tal que podamos obtener las longitudes de onda que contienen información que diferencia a las dos muestras. En la figura 4 se observa el resultado del modelo obtenido. En el gráfico se muestra la proyección de los espectros originales (205) en un espacio bidimensional. Se observa que efectivamente existen características que diferencian a las muestras (separación en dos grupos).



Para encontrar las características distintivas se ajusto el modelo 500 veces tomando un conjunto aleatorio de datos cada vez. De cada iteración se obtienen las características utilizadas para separar los datos y se construye un histograma.

Wavelength	Frecuencia	Elemento
266.17	1.00	Cr
269.81	1.00	Cr
275.89	1.00	Cr
284.96	1.00	Cr
285.06	1.00	Cr
237.97	0.94	Cr
267.74	0.94	Cr
275.75	0.84	Cr

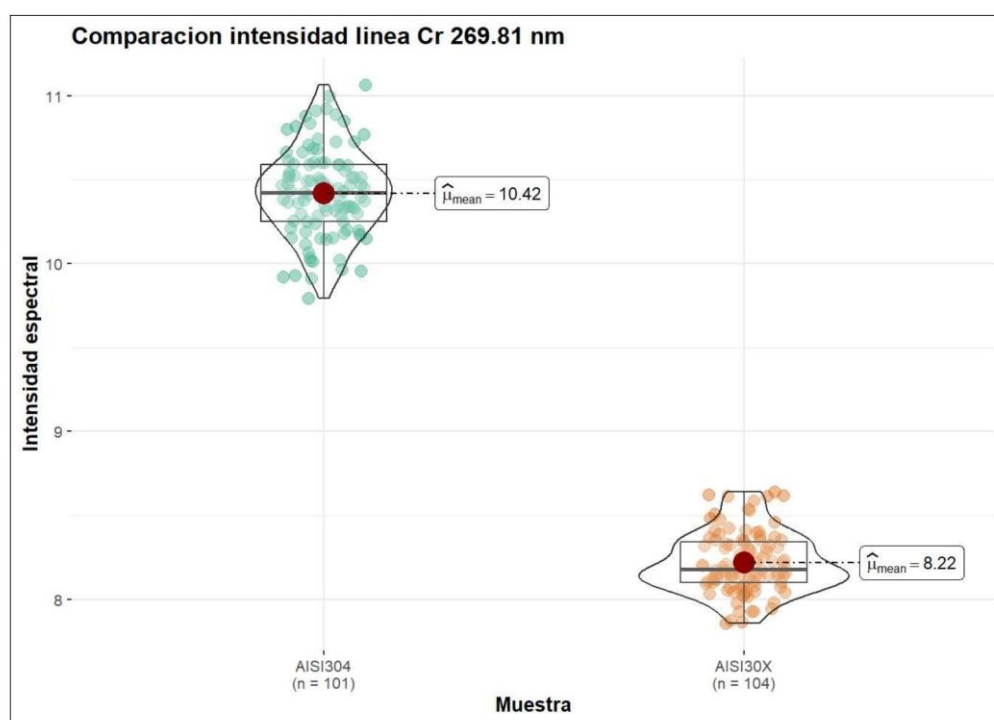
Tabla 1



	INFORME TECNICO		
	DIVISIÓN DIFUSIÓN	DIF : 027 Página 5 de 6	

t-test

En análisis de los datos realizado utilizando PLSDA se encontró que la información que permite la distinción de las muestras se encuentra exclusivamente en señales de Cr. Siendo que la señal de Cr es proporcional a su concentración, en este apartado se realiza un **t test** a una de las líneas espectrales de Cr. Se muestran los resultados para la línea espectral 269.81nm (Cr II), sin embargo, el resultado para todas las longitudes de onda de la tabla 1 son similares.



```
## Two Sample t-test
```

```
##
```

```
## data: y by x
```

```
## t = 69.947, df = 203, p-value < 2.2e-16
```

```
## alternative hypothesis: true difference in means between group AISI304 and group AISI30X is not equal to 0
```

```
## 99 percent confidence interval:
```

```
## 2.119836 2.283531
```

```
## sample estimates:
```

```
## mean in group AISI304 mean in group AISI30X
```

```
## 10.419668 8.217985
```

	INFORME TECNICO		
	DIVISIÓN DIFUSIÓN	DIF : 027 Página 6 de 6	

Conclusiones

- Visualmente no se observan diferencias en los espectros de las muestras AISI 304 y AISI 30X.
- **PLSDA** encuentra diferencias en las longitudes de onda pertenecientes a Cr (I/II). Este resultado apunta a que las muestras AISI 304 y AISI 30X son materiales distintos. Por otro lado, no se encontraron características distintivas que no pertenecieran a longitudes de onda de Cr lo que apunta a que la muestra incógnita pertenece a la misma familia del AISI 304 (los aleantes presentes son similares).
- El resultado del **t-test** aplicado a la intensidad de las longitudes de onda de Cr muestra, con un alto grado de confiabilidad, que la media de la señal de cromo de la muestra AISI 30X es distinta a la del patrón AISI 304. En consecuencia, la concentración de Cr en la muestra incógnita es menor al patrón AISI 304.
- Los dos métodos estadísticos muestran diferencias en el contenido de Cr de las muestras, sin embargo, este resultado es cualitativo ya que no es posible cuantificar la cantidad de Cr.
- Los resultados obtenidos no muestran presencia de aleantes distintos en las muestras recibidas, siendo la única diferencia significativa el contenido de Cr.

Ap. I. 2. 3 Análisis de C y S con horno a inducción y celda infrarroja

	INFORME DE ENSAYO Determinación de Carbono y Azufre	INFORME N° 74/23 Página: 1 de 1
---	--	---

GERENCIA COMBUSTIBLES NUCLEARES
DEPARTAMENTO COMBUSTIBLES MOX
LABORATORIO CONTROL FÍSICO Y QUÍMICO
DIRECCIÓN DEL LABORATORIO: Av. Gral. Paz 1499 – (CP 1650) Villa Maipú, San Martín - CAC
TE: 6772-7424/7603/7433
e-mail: pusitan@cnea.gov.ar

TIPO DE MUESTRA: Acero
CANTIDAD DE MUESTRA: 3
IDENTIFICACIÓN ORIGINAL DE MUESTRA: P11, Acero 1, Acero 2
IDENTIFICACIÓN POR EL LABORATORIO: 23214 al 23216, respectivamente
SOLICITANTE: Claudio Daniel Arenas
DIRECCIÓN CAC
FECHA DE RECEPCIÓN: 20/10/23
FECHA DE REALIZACIÓN DEL ENSAYO: 01/11/23

MÉTODO DE ANÁLISIS: Analizador de Carbono, Marca Eltra, modelo CS 800
INSTRUCCIÓN DE ENSAYO: IT-CNNQ-37

RESULTADOS:

Identificación Original	Identificación según laboratorio	Contenido de C (% P/P)	Contenido de S (% P/P)
P11	23214	0,037 ± 0,002	0,0018 ± 0,0002
Acero 1	23215	0,041 ± 0,002	0,0032 ± 0,0003
Acero 2	23216	0,041 ± 0,002	0,0031 ± 0,0003

Observaciones:

- El muestreo estuvo a cargo del solicitante.
- El resultado se refiere a la porción de muestra recibida.
- La calibración del equipo es realizada con un patrón de carbono y azufre en acero, provisto por LECO (lote R1192-1).
- La incertidumbre de los valores informados es del 6% para C y >10% para el S (K=2).

JESSICA A. GOLDFINGER
LABORATORIO
CONTROL FÍSICO Y QUÍMICO


Realizó / Analista

ELIZABETH G. ACOSTA
LABORATORIO
CONTROL QUÍMICO Y FÍSICO


Aprobó / Jefe

Este informe no podrá ser reproducido parcialmente sin la autorización escrita del laboratorio
Los resultados consignados se refieren exclusivamente a la muestra identificada

Código FO-CNNQ-16, Rev. 2

Ap. I. 2. 4 Determinación de impurezas mediante ICP-OES

	INFORME DE ENSAYO Determinación de Impurezas	INFORME N° 18/24 Página: 1 de 1
---	---	---

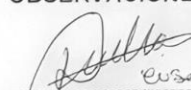
GERENCIA: Ciclo del Combustible Nuclear
DEPARTAMENTO: Procesos de Conversión.
LABORATORIO: DE COMPUESTOS DE URANIO
DIRECCIÓN DEL LABORATORIO: Av. de los Constituyentes y Av. Gral. Paz – (1650) San Martín
TE: 6772- 7334 / 7737 / 7330 FAX: 6772-7329 E-MAIL: ramella@cnea.gov.ar

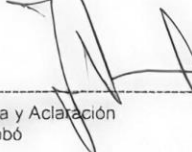
TIPO DE MUESTRA: Aceros.
CANTIDAD DE MUESTRAS: 3.
IDENTIFICACIÓN ORIGINAL DE LA MUESTRA: Acero 1 chispa, Acero 2 láser, P11.
IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA POR EL LABORATORIO: se conserva la original.
SOLICITANTE: Claudio Arenas.
DIRECCIÓN: CAC.
FECHA DE RECEPCIÓN: 14-11-23.
FECHA DE REALIZACIÓN DEL ENSAYO: 09-02-24, 05-04-24 y 18-04-24.
PROCEDIMIENTO / INSTRUCCIÓN DE ENSAYO: Determinación de Impurezas mediante ICP-OES

Resultado:

Muestra	Mn %	Cr %	Mo %	Ni %
Acero 1 chispa	1,9 ± 0,2	24,2 ± 2,4	< 1	19,4 ± 1,9
Acero 2 láser	1,9 ± 0,2	24,1 ± 2,4	< 1	19,4 ± 1,9

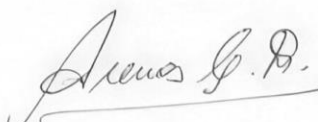
OBSERVACIONES:


Firma y Aclaración
Realizó


Firma y Aclaración
Aprobó

Lic. JOSE LUIS RAMELLA
JEFE DE DIVISION
LABORATORIO DE
COMPLEJOS DE URANIO

Este informe no podrá ser reproducido parcialmente sin la autorización escrita del laboratorio.
Los resultados consignados se refieren exclusivamente a la muestra identificada.
El muestreo fue realizado por el solicitante.


Claudio Daniel Arenas
17/5/24

Ap. I. 3 Acero espécimen

Se denominó *acero espécimen* al acero utilizado para la construcción de todas las probetas.

Ap. I. 3. 1 Espectrometría de chispa (OES)



Sample Result Name		Type	Measure Date Time			
Muestra 0006-03-23		Unknown	08/03/2023 11:08			
Method Name		Check Type	Check Status			
Fe-10-M		None	Not Used			
Status						
Not Used						
Sample Name						
Muestra 0006-03-23						
	C	Si	Mn	P	S	Cr
	Conc	Conc	Conc	Conc	Conc	Conc
	%	%	%	%	%	%
1	0.249	0.208	0.422	0.0029	0.0038	1.04
2	0.248	0.211	0.414	0.0038	0.0044	1.03
3	0.256	0.208	0.406	0.0028	0.0043	1.03
4	0.259	0.212	0.415	0.0045	0.0039	1.04
Rep	0.253	0.210	0.414	0.0035	0.0041	1.03
SD	0.0053	0.0020	0.0066	0.00078	0.00030	0.0060
RSD	2.11	0.935	1.59	22.53	7.28	0.582
	Nb	Ti	V	W	Pb	Sn
	Conc	Conc	Conc	Conc	Conc	Conc
	%	%	%	%	%	%
1	0.0282	0.00088	0.0055	0.0117	0.0169	0.0063
2	0.0258	0.00070	0.0056	0.0116	0.0172	0.0056
3	0.0254	0.00066	0.0056	0.0110	0.0172	0.0058
4	0.0287	0.00093	0.0054	0.0113	0.0169	0.0062
Rep	0.0270	0.00079	0.0055	0.0114	0.0170	0.0060
SD	0.0017	0.00013	0.00008	0.00033	0.00015	0.00031
RSD	6.21	16.58	1.43	2.90	0.899	5.19

Recalculation Date Time	Origin
08/03/2023 11:12	Measured
Correction Type	Outlier Test Type
None	None

Mo Conc %	Ni Conc %	Al Conc %	Co Conc %	Cu Conc %
0.625	0.0191	0.0319	<0.00100	0.0600
0.655	0.0188	0.0320	<0.00100	0.0598
0.636	0.0186	0.0322	<0.00100	0.0589
0.678	0.0190	0.0323	<0.00100	0.0601
0.648	0.0189	0.0321	<0.00100	0.0597
0.0233	0.00022	0.00019	0.000000	0.00054
3.60	1.19	0.576	0.000000	0.906
As Conc %	Zr Conc %	Bi Conc %	Ca Conc %	Ce Conc %
<0.00100	<0.00100	0.0127	0.0013	0.0047
<0.00100	<0.00100	0.0131	0.0015	0.0045
<0.00100	<0.00100	0.0130	0.0017	0.0047
<0.00100	<0.00100	0.0128	0.0016	0.0048
<0.00100	<0.00100	0.0129	0.0016	0.0047
0.000000	0.000000	0.00018	0.00016	0.00011
0.000000	0.000000	1.37	10.60	2.35

	Sb Conc %	Se Conc %	Te Conc %	Ta Conc %	B Conc %	Zn Conc %	La Conc %	N Conc %	Fe Conc %
4	0.0225	<0.0020	0.0214	<0.0070	0.0015	<0.00100	<0.00030	0.0105	97.1
Rep	0.0216	<0.0020	0.0213	<0.0070	0.0015	<0.00100	0.00031	0.0119	97.2
SD	0.00065	0.000000	0.00081	0.000000	0.00011	0.000000	0.00002	0.0013	0.0305
RSD	2.99	0.000000	3.78	0.000000	7.27	0.000000	7.62	10.97	0.0314

Ap. I. 3. 2 Análisis de C y S con horno a inducción y celda infrarroja

	INFORME DE ENSAYO	INFORME N° 74/23
	Determinación de Carbono y Azufre	Página: 1 de 1

GERENCIA COMBUSTIBLES NUCLEARES
 DEPARTAMENTO COMBUSTIBLES MOX
 LABORATORIO CONTROL FÍSICO Y QUÍMICO
 DIRECCIÓN DEL LABORATORIO: Av. Gral. Paz 1499 – (CP 1650) Villa Maipú, San Martín - CAC
 TE: 6772-7424/7603/7433 e-mail: pusitan@cnea.gov.ar

TIPO DE MUESTRA: Acero
 CANTIDAD DE MUESTRA: 3
 IDENTIFICACIÓN ORIGINAL DE MUESTRA: P11, Acero 1, Acero 2
 IDENTIFICACIÓN POR EL LABORATORIO: 23214 al 23216, respectivamente
 SOLICITANTE: Claudio Daniel Arenas
 DIRECCIÓN: CAC
 FECHA DE RECEPCIÓN: 20/10/23
 FECHA DE REALIZACIÓN DEL ENSAYO: 01/11/23

MÉTODO DE ANÁLISIS: Analizador de Carbono, Marca Eltra, modelo CS 800
 INSTRUCCIÓN DE ENSAYO: IT-CNNQ-37

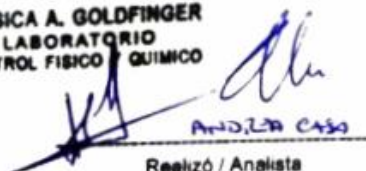
RESULTADOS:

Identificación Original	Identificación según laboratorio	Contenido de C (% P/P)	Contenido de S (% P/P)
P11	23214	0,27 ± 0,02	0,0018 ± 0,0002
Acero 1	23215	0,031 ± 0,002	0,0022 ± 0,0003
Acero 2	23216	0,041 ± 0,002	0,0031 ± 0,0003

Observaciones:

- El muestreo estuvo a cargo del solicitante.
- El resultado se refiere a la porción de muestra recibida.
- La calibración del equipo es realizada con un patrón de carbono y azufre en acero, provisto por LECO (lote R1192-1).
- La incertidumbre de los valores informados es del 6% para C y >10% para el S (K=2).

JESSICA A. GOLDFINGER
 LABORATORIO
 CONTROL FÍSICO Y QUÍMICO


 Realizó / Analista

ELIZABETH G. ACOSTA
 LABORATORIO
 CONTROL QUÍMICO Y FÍSICO


 Aprobó / Jefe

Este informe no podrá ser reproducido parcialmente sin la autorización escrita del laboratorio
 Los resultados consignados se refieren exclusivamente a la muestra identificada

Código FO-CNNQ-16, Rev. 2

Ap. I. 3. 3 Determinación de impurezas mediante ICP-OES

	INFORME DE ENSAYO Determinación de Impurezas	INFORME N° 18/24
		Página: 1 de 1

GERENCIA: Ciclo del Combustible Nuclear
 DEPARTAMENTO: Procesos de Conversión.
 LABORATORIO: DE COMPUESTOS DE URANIO
 DIRECCIÓN DEL LABORATORIO: Av. de los Constituyentes y Av. Gral. Paz – (1650) San Martín
 TE: 6772- 7334 / 7737 / 7330 FAX: 6772-7329 E-MAIL: ramella@cnea.gov.ar

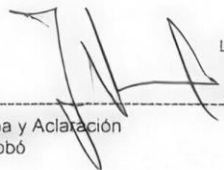
TIPO DE MUESTRA: Aceros.
 CANTIDAD DE MUESTRAS: 3.
 IDENTIFICACIÓN ORIGINAL DE LA MUESTRA: Acero 1 chispa, Acero 2 láser, P11.
 IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA POR EL LABORATORIO: se conserva la original.
 SOLICITANTE: Claudio Arenas.
 DIRECCIÓN: CAC.
 FECHA DE RECEPCIÓN: 14-11-23.
 FECHA DE REALIZACIÓN DEL ENSAYO: 09-02-24, 05-04-24 y 18-04-24.
 PROCEDIMIENTO / INSTRUCCIÓN DE ENSAYO: Determinación de Impurezas mediante ICP-OES

Resultado:

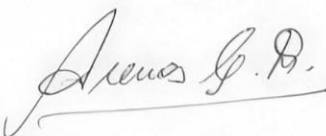
Muestra	Mn %	Cr %	Mo %	Ni %
Acero 1 chispa	1,9 ± 0,2	24,2 ± 2,4	< 1	19,4 ± 1,9
Acero 2 láser	1,8 ± 0,2	24,1 ± 2,4	< 1	19,4 ± 1,9
P11	0,56 ± 0,06	0,90 ± 0,09	< 1	

OBSERVACIONES:


 Eusebio Benito Belen.
 Firma y Aclaración
 Realizó


 Lic. JOSE LUIS RAMELLA
 JEFE DE DIVISION
 LABORATORIO DE
 COMPLEJOS QUIMICOS
 Firma y Aclaración
 Aprobó

Este informe no podrá ser reproducido parcialmente sin la autorización escrita del laboratorio.
 Los resultados consignados se refieren exclusivamente a la muestra identificada.
 El muestreo fue realizado por el solicitante.


 Claudio Daniel Arenas
 17/5/24

Apéndice II Medición de tamaño de grano

Ap. II. 1 Introducción

En el presente apéndice se relata el procedimiento y resultados obtenidos respecto a la medición del tamaño de grano de los dos aceros utilizados en la presente investigación. En el marco de la tesis, se nombra a estos aceros como *acero auxiliar*, siendo este el utilizado para los componentes mecánicos de la facilidad construidos en el marco de la investigación; y *acero espécimen*, siendo este el utilizado para las probetas.

La finalidad de las mediciones fue conocer el tamaño de grano ASTM (G), así como su diámetro medio de grano ($\bar{d}$). Datos necesarios para caracterizar las propiedades mecánicas de ambos materiales respecto a la termofluencia.

El método utilizado fue el de Interceptación Lineal Heyn, descrito en la norma ASTM E112 [1].

Ap. II. 2 Infraestructura y equipamiento

La totalidad del trabajo fue realizado en las instalaciones de laboratorios de la División Metalografía y Ensayos Termomecánicos de la Gerencia de Materiales (CAC-CNEA). Siendo el instrumental utilizado:

- Prensa de embutir Struers CitoPress 1. Utilizada para incluir la muestra de acero espécimen.
- Pulidora metalográfica. Empleada para preparar la superficie de las muestra. Se utilizaron, asimismo, papel abrasivo, pasta de diamante y pasta de alúmina.
- Reactivo revelador. Se utilizaron diferentes combinaciones de: ácido oxálico ($C_2H_2O_4$); ácido pícrico ($C_6H_3N_3O_7$); ácido clorhídrico (HCl); etanol (C_2H_5OH); ácido nítrico (HNO_3); óxido de dinitrógeno (N_2O_3). Se utilizó también una fuente de corriente continua.
- Microscopio óptico Olympus BM60
- Software ImageJ [2]. Herramienta utilizada para medir el tamaño del grano, sistematizar conteo y cálculo del tamaño de grano.

Ap. II 3 Metodología

El acero auxiliar fue extraído de una barra cilíndrica maciza con un diámetro aproximado de 15 mm. Este formato permitió la obtención de una rodaja uniforme mediante el uso de una amoladora de banco equipada con un disco de corte 30A24. Al tener la rodaja obtenida espesor homogéneo y forma discoidal, no fue necesario embutirla para su preparación metalográfica ni para su observación microscópica.

En contraste, el acero espécimen se extrajo de una tira cortada axialmente de un tubo sin costura. Esta muestra, debido a su forma y tamaño, se encapsuló en baquelita mediante una prensa de embutido (6 minutos a 180°C) para su posterior trabajado mecánico.

Tras cortar la rodaja del acero auxiliar y embutir la muestra del acero espécimen, se procedió a la preparación metalográfica de ambas muestras. El proceso de preparación comenzó con un pulido mecánico, el cual se realizó en pulidora metalográfica de acuerdo con el procedimiento especificado en Tabla Ap2-1.

Tabla Ap2-1 Granulometrías empleadas para pulido mecánico

Granulometría [μm]	Método pulido mecánico
65	Papel abrasivo
40	
25	
15	
6	Pasta de diamante
1	
0, 3	Pasta de alúmina

Finalizado el pulido mecánico, se llevó a cabo el pulido químico según el procedimiento descrito en Tabla Ap2-2, con el objetivo de revelar los bordes de grano. Los reactivos utilizados fueron aquellos recomendados por el personal del laboratorio de metalografía, así como los especificados en la bibliografía especializada [3]. Asimismo, se indican en tabla sus composiciones y condiciones de ensayo.

Tabla Ap2-2 Soluciones empleadas para los pulidos químicos

Muestra #	Material	Método pulido químico
1	Acero auxiliar	Ácido oxálico 10% ; carga = 10 [V]
2	Acero espécimen	Reactivo Vilella. 1 [g] de ácido pícrico + 5 [ml] de HCl + 100 [ml] de etanol
		Nital al 2% (2 [ml] HNO ₃ + 98 [ml] de Etanol (C ₂ H ₅ OH))
		80[ml] de etanol 96% ; 10 [ml] de N ₂ O ₃ ; 10 [ml] de HCl ; 1 [g] de ácido pícrico

Completada la preparación de las muestras, estas fueron examinadas utilizando un microscopio óptico. Se capturaron, con el mismo, fotomicrografías de vistas representativas de cada muestra para su análisis detallado. Posteriormente, se realizó la medición del diámetro promedio de grano conforme a la norma ASTM E112 y utilizando el software ImageJ.

Ap. II. 4 Mediciones sobre las fotomicrografías y cálculo del diámetro promedio de grano

El método de Interceptación Lineal Heyn se basa en contar el número de granos que son interceptados por una o más líneas de prueba TL (Test Line, según la norma) que se dibujan sobre una sección del material. Esto se realiza en una fotomicrografía de un campo representativo del espécimen, en un monitor o directamente sobre el propio espécimen.

En este caso se hicieron, para cada muestra de acero, cinco mediciones. Cada medición consistió en trazar sobre la fotomicrografía, con el software Image J, siete líneas de prueba TL con un zoom de fotomicrografía y una longitud de TL tales que al menos un total de 50 granos sean interceptados durante la medición. A modo de ejemplo, se muestra a continuación una fotomicrografía tomada al acero auxiliar con las TL trazadas, y un detalle de las intersecciones; Figura Ap2-1, Figura Ap2-2.

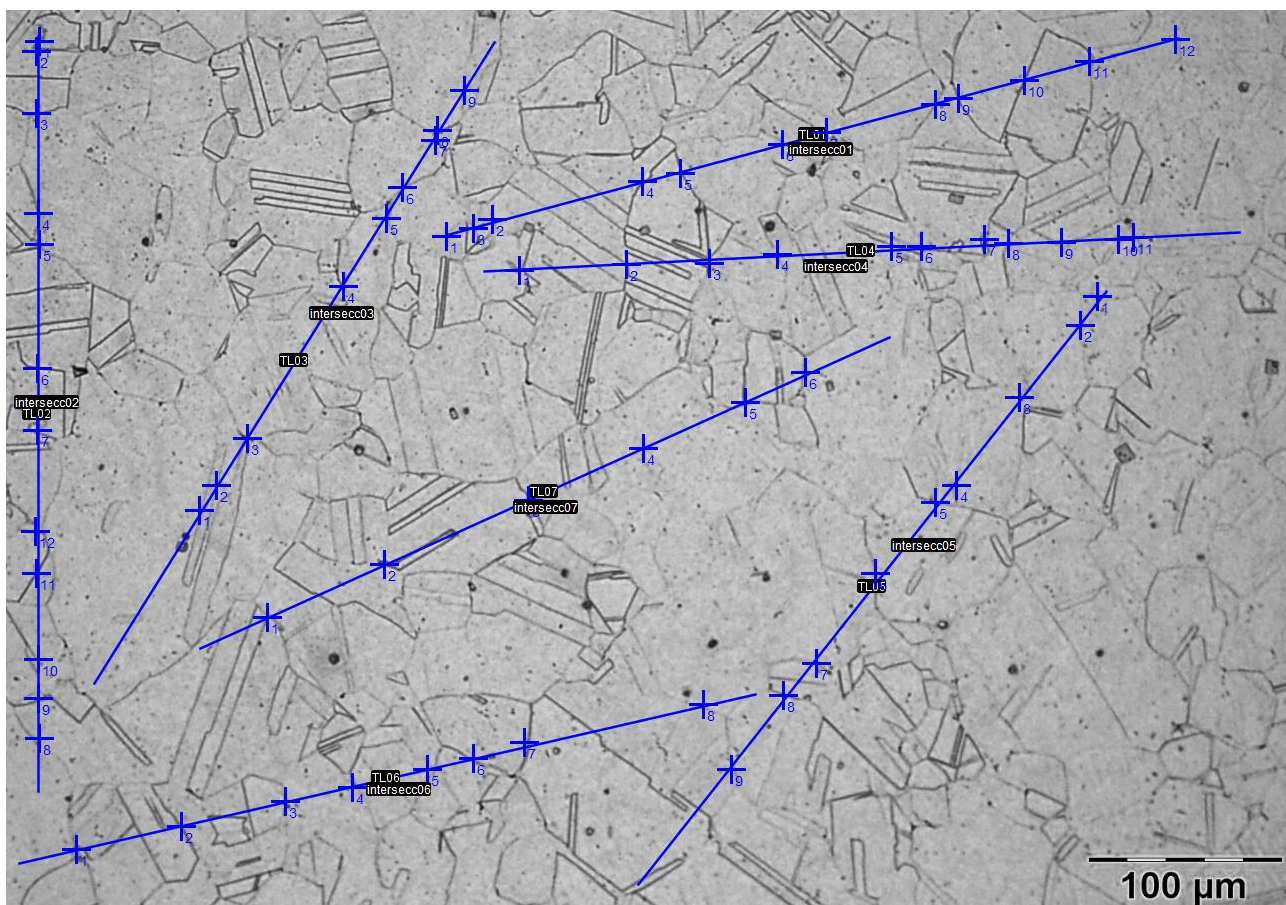


Figura Ap2-1 Fotomicrografía acero auxiliar con las TL trazadas

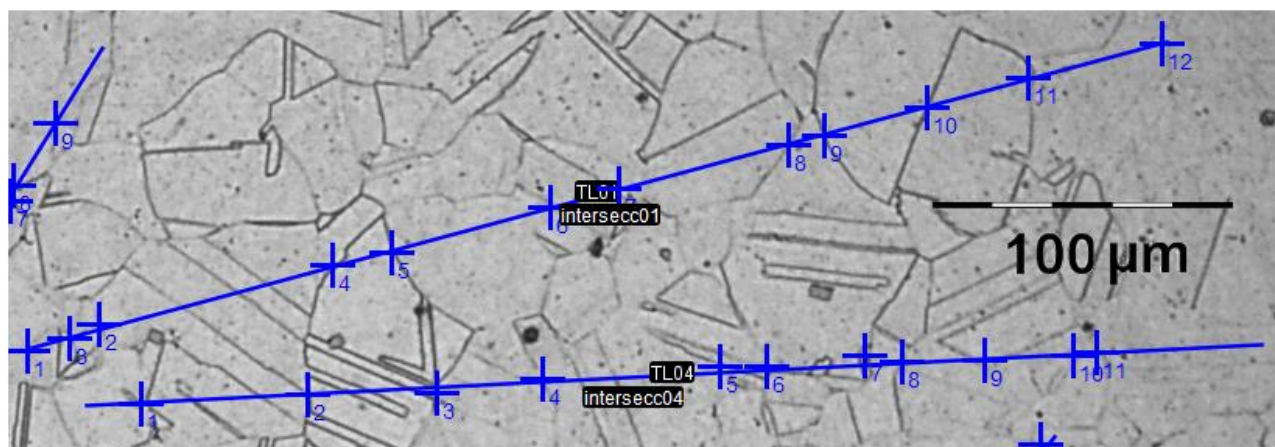


Figura Ap2-2 Detalle TL e intersecciones en fotomicrografía acero auxiliar

Posteriormente, se determinó el tamaño de grano ASTM específico (G_{part}) correspondiente a cada una de las cinco mediciones. A partir de estos datos, se consultó²¹ la Tabla Ap2-3 para

²¹ La tabla aquí presentada corresponde a un fragmento de TABLE 4 Grain Size Relationships Computed for Uniform, Randomly Oriented, Equiaxed Grains, perteneciente a la norma ASTM E112

obtener el diámetro medio particular (dmp) asociado a cada medición. Al promediar los valores de dmp, se calculó el diámetro promedio de grano ($\bar{d}$).

Utilizando el valor de $\bar{d}$ como entrada en la Tabla Ap2-3, se obtuvo el tamaño de grano ASTM (G) del material analizado. Tanto $\bar{d}$ como G representan los parámetros de interés para cada tipo de acero evaluado.

Tabla Ap2-3 Relación entre tamaño de grano ASTM (G) y diámetro promedio de grano del material

Grain Size No. G	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area		$\bar{d}$ Average Diameter	
	No./in. ² at 100X	No./mm ² at 1X	mm ²	μm ²	mm	μm
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032	0.0635	63.5
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851	0.0534	53.4
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016	0.0449	44.9
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426	0.0378	37.8
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008	0.0318	31.8
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713	0.0267	26.7
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504	0.0225	22.5
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356	0.0189	18.9
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252	0.0159	15.9
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178	0.0133	13.3
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126	0.0112	11.2
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1	0.0094	9.4
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0	0.0079	7.9
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6	0.0067	6.7
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5	0.0056	5.6
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3	0.0047	4.7
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8	0.0040	4.0
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1	0.0033	3.3
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9	0.0028	2.8

A continuación, se presentan las fórmulas de cálculo empleadas y los resultados obtenidos para los dos aceros analizados.

Ap. II. 4. 1 Valores medidos y calculados: acero auxiliar

Norma ASTM E112					
Método Interceptación Lineal Heyn					
Muestra 091030AGO_304-20x_atacada10V30s					
Medición # 1					
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	400	0,4	12		
2	400	0,4	12		
3	400	0,4	9		
4	400	0,4	11		
5	400	0,4	9		
6	400	0,4	8		
7	400	0,4	6		
TOTAL		2,8 sumL	67 sumP		
L promedio= (sumL/sumP)		[mm]			
L promedio= 0,0418		[mm]	=	41,79	[um]
Gpart= (-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288					
Gpart= 5,87					

Norma ASTM E112					
Método Interceptación Lineal Heyn					
Muestra 181511AGO_inox_20x					
Medición # 2					
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	250	0,25	6		
2	250	0,25	10		
3	250	0,25	10		
4	250	0,25	10		
5	250	0,25	7		
6	250	0,25	9		
7	250	0,25	7		
TOTAL		1,75 sumL	59 sumP		
L promedio= (sumL/sumP)		[mm]			
L promedio= 0,0297		[mm]	=	29,66	[um]
Gpart= (-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288					
Gpart= 6,86					

Norma ASTM E112					
Método Interceptación Lineal Heyn					
Muestra 181511AGO_inox_20x					
Medición # 3					
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	250	0,25	8		
2	250	0,25	10		
3	250	0,25	11		
4	250	0,25	11		
5	250	0,25	12		
6	250	0,25	13		
7	250	0,25	14		
TOTAL		1,75 sumL	79 sumP		
L promedio= (sumL/sumP)		[mm]			
L promedio= 0,0222		[mm]	=	22,15	[um]
Gpart= (-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288					
Gpart= 7,70					

Norma ASTM E112					
Método Interceptación Lineal Heyn					
Muestra 181513AGO_inox_20x					
Medición # 4					
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	250	0,25	10		
2	250	0,25	11		
3	250	0,25	10		
4	250	0,25	12		
5	250	0,25	10		
6	250	0,25	9		
7	250	0,25	10		
TOTAL		1,75 sumL	72 sumP		
L promedio= (sumL/sumP)		[mm]			
L promedio= 0,0243		[mm]	=	24,31	[um]
Gpart= (-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288					
Gpart= 7,44					

Norma ASTM E112					
Método Interceptación Lineal Heyn					
Muestra 181514AGO_inox_20x					
Medición # 5					
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	250	0,25	6		
2	250	0,25	10		
3	250	0,25	9		
4	250	0,25	7		
5	250	0,25	9		
6	250	0,25	8		
7	250	0,25	11		
TOTAL		1,75 sumL	60 sumP		
L promedio= (sumL/sumP)		[mm]			
L promedio= 0,0292		[mm]	=	29,17	[um]
Gpart= (-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288					
Gpart= 6,91					

Resultados finales acero auxiliar		
Medición #	Tamaño de grano ASTM particular; Gpart	Diámetro medio particular; dmp [μm]
1	5,87	44,9
2	6,86	31,8
3	7,70	26,7
4	7,44	26,7
5	6,91	31,8
Desvío estándar		7,45
Diám. grano promedio; $\bar{d}$ [μm]		32,38
Tamaño grano ASTM del acero; G		7

Ap. II. 4. 2 Valores medidos y calculados: acero espécimen

Norma	ASTM E112				
Método	Interceptación Lineal Heyn				
Muestra	intersec_071030AGO_espec-100x_acido oxalico10V28s				
Medición #	1				
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	80	0,08	24		
2	80	0,08	18		
3	80	0,08	18		
4	80	0,08	17		
5	80	0,08	18		
6	80	0,08	15		
7	80	0,08	15		
TOTAL		0,56 sumL	125 sumP		
L promedio= (sumL/sumP)		[mm]			
L promedio= 0,0045		[mm]	=	4,48	[um]
Gpart= (-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288					
Gpart= 12,32					

Norma	ASTM E112				
Método	Interceptación Lineal Heyn				
Muestra	intersec_161530AGO_nital2%_100x				
Medición #	2				
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	60	0,06	14		
2	60	0,06	17		
3	60	0,06	14		
4	60	0,06	12		
5	60	0,06	11		
6	60	0,06	15		
7	60	0,06	17		
TOTAL		0,42 sumL	100 sumP		
L promedio=	(sumL/sumP)	[mm]			
L promedio=	0,0042	[mm]	=	4,20	[um]
Gpart=	(-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288				
Gpart=	12,50				

Norma	ASTM E112				
Método	Interceptación Lineal Heyn				
Muestra	intersec_171200AGO_nital2%_50x				
Medición #	3				
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	100	0,1	13		
2	100	0,1	15		
3	100	0,1	15		
4	100	0,1	19		
5	100	0,1	14		
6	100	0,1	18		
7	100	0,1	18		
TOTAL		0,7 sumL	112 sumP		
L promedio=	(sumL/sumP)	[mm]			
L promedio=	0,0063	[mm]	=	6,25	[um]
Gpart=	(-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288				
Gpart=	11,36				

Norma	ASTM E112				
Método	Interceptación Lineal Heyn				
Muestra	intersec_171201AGO_nital2%_50x				
Medición #	4				
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	60	0,06	12		
2	60	0,06	13		
3	60	0,06	11		
4	60	0,06	16		
5	60	0,06	16		
6	60	0,06	11		
7	60	0,06	13		
TOTAL		0,42 sumL	92 sumP		
L promedio=	(sumL/sumP)	[mm]			
L promedio=	0,0046	[mm]	=	4,57	[um]
Gpart=	(-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288				
Gpart=	12,26				

Norma	ASTM E112				
Método	Interceptación Lineal Heyn				
Muestra	intersec_281330AGO_nital2%_100x				
Medición #	5				
TL #	Medida [um]	Medida; L [mm]	Intersecc. simples; P	Intersecc. triples	Intersecc. tangentes
1	60	0,06	12		
2	60	0,06	11		
3	60	0,06	12		
4	60	0,06	10		
5	60	0,06	14		
6	60	0,06	15		
7	60	0,06	10		
TOTAL		0,42 sumL	84 sumP		
L promedio=	(sumL/sumP)	[mm]			
L promedio=	0,0050	[mm]	=	5,00	[um]
Gpart=	(-6,643856*log (Lpromedio)) - 3,288				
Gpart=	12,00				

Resultados finales acero espécimen		
Medición #	Tamaño de grano ASTM particular; Gpart	Diámetro medio particular; dmp [μm]
1	12,32	4,7
2	12,50	4,7
3	11,36	6,7
4	12,26	5,6
5	12,00	5,6
Desvío estándar		0,83
Diám. grano promedio; $\bar{d}$ [μm]		5,46
Tamaño grano ASTM del acero; G		12

Ap. II. 4. 3 Fotomicrografías: acero auxiliar

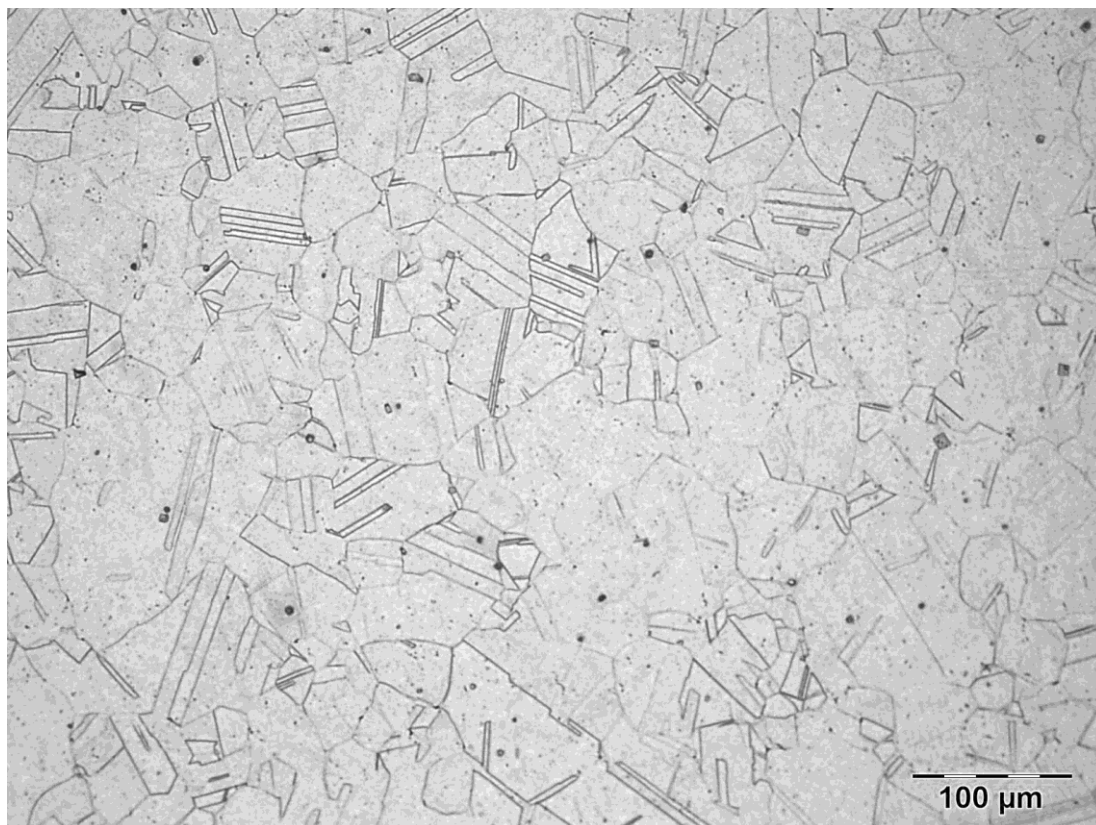


Figura Ap2-3 Acero auxiliar; micrografía para medición #1

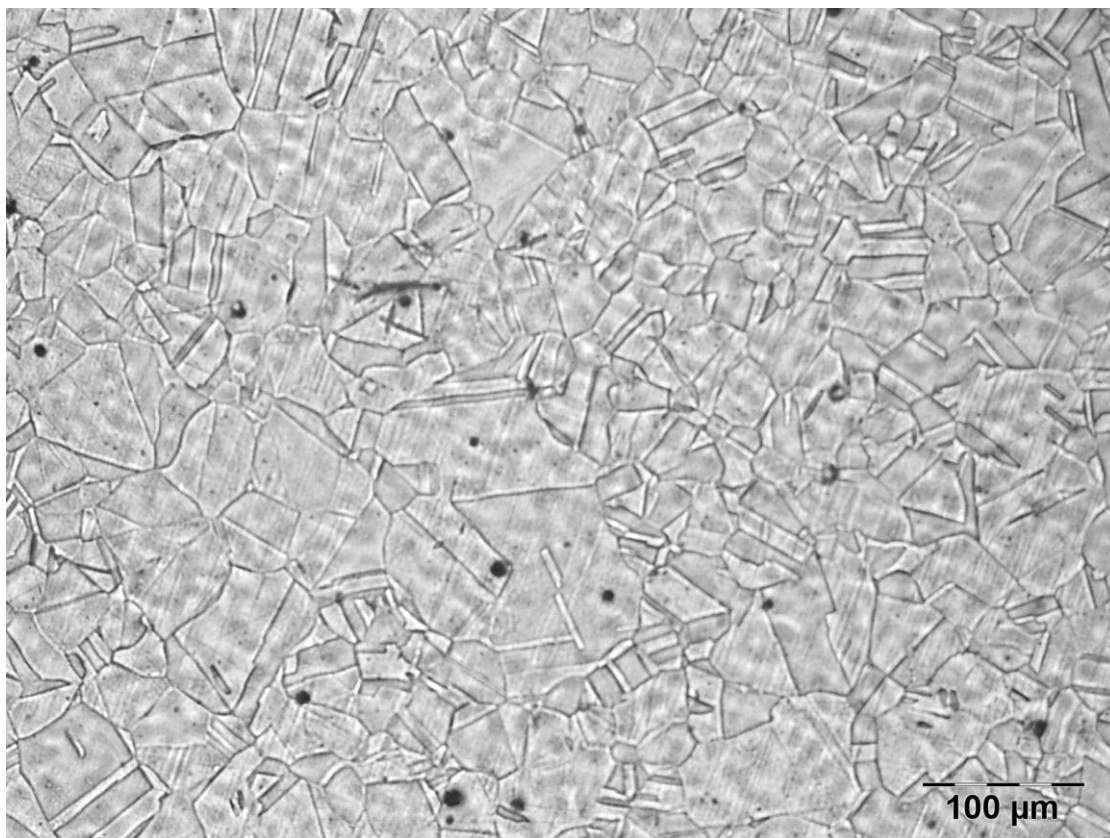


Figura Ap2-4 Acero auxiliar; micrografía para medición #2

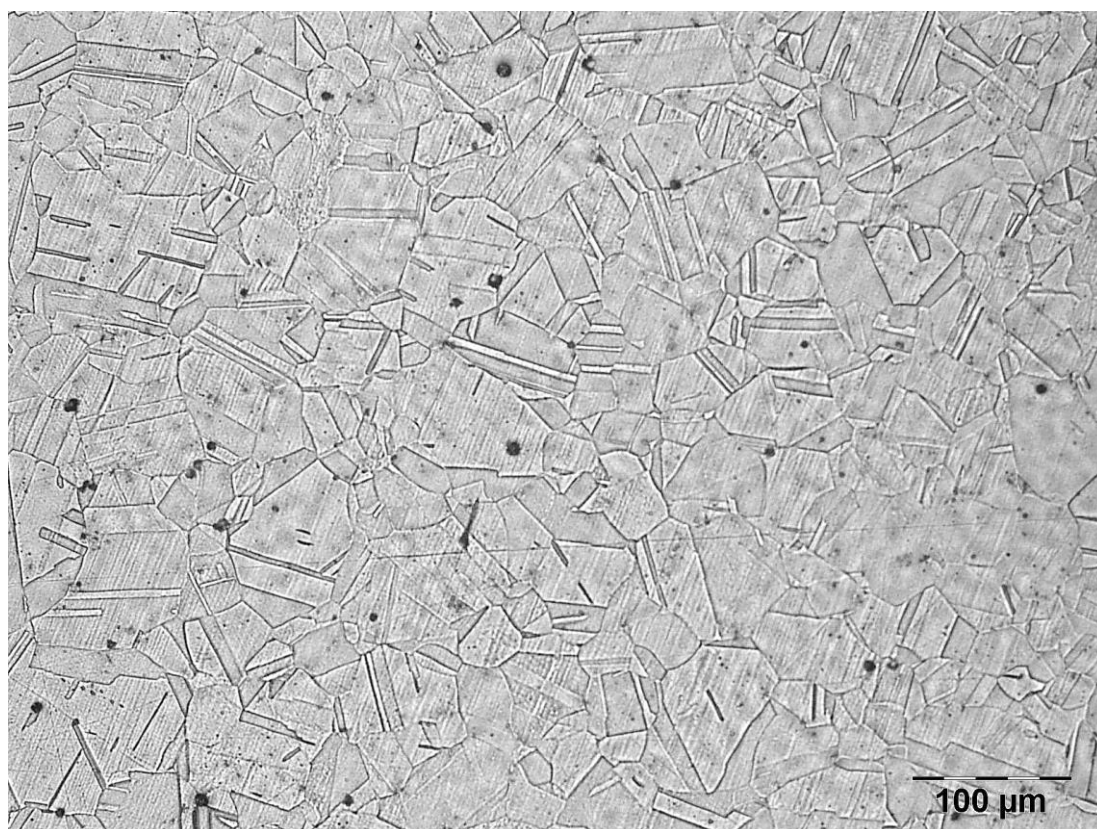


Figura Ap2-5 Acero auxiliar; micrografía para medición #4

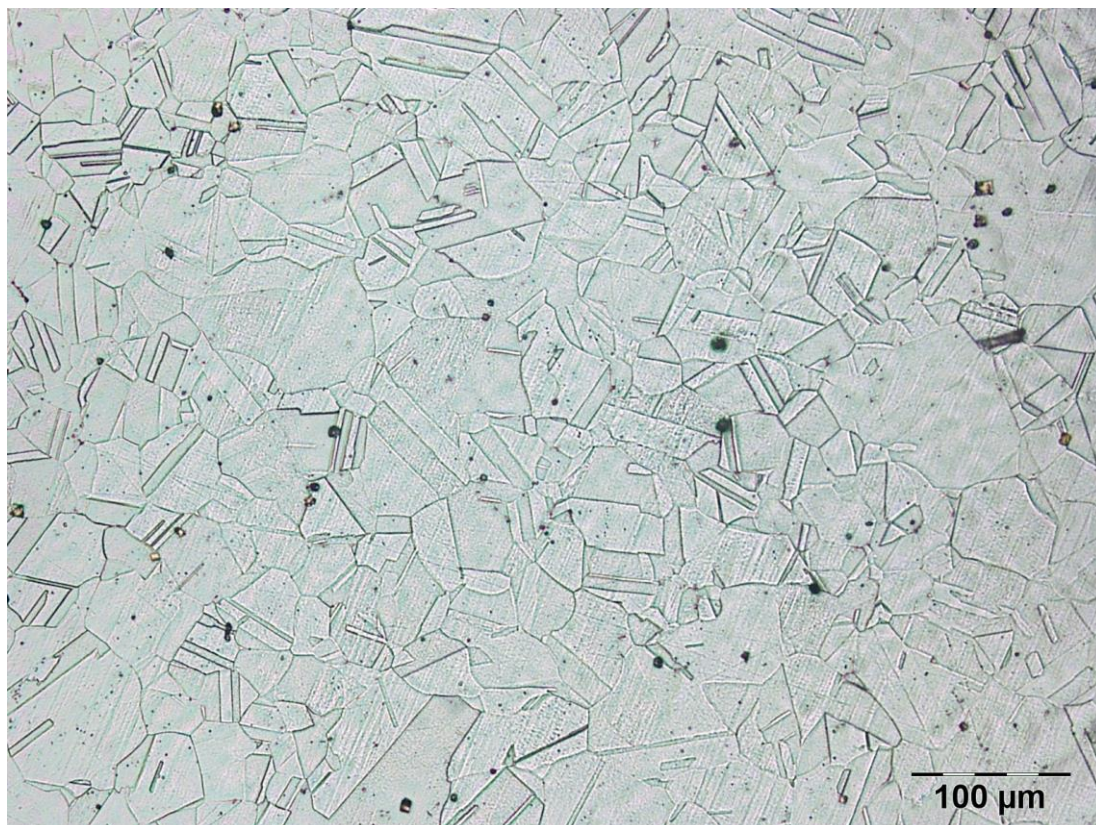


Figura Ap2-6 Acero auxiliar; micrografía para medición #5

Ap. II. 4. 4 Fotomicrografías: acero espécimen

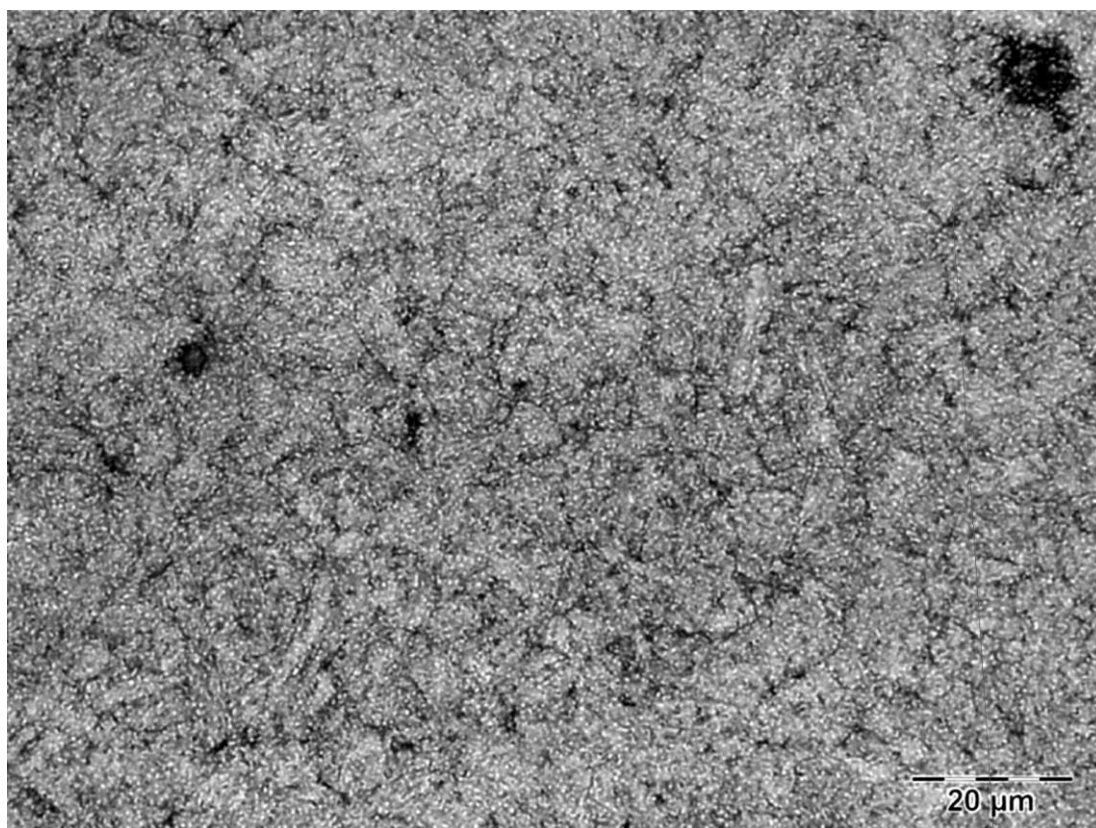


Figura Ap2-7 Acero espécimen; micrografía para medición #1

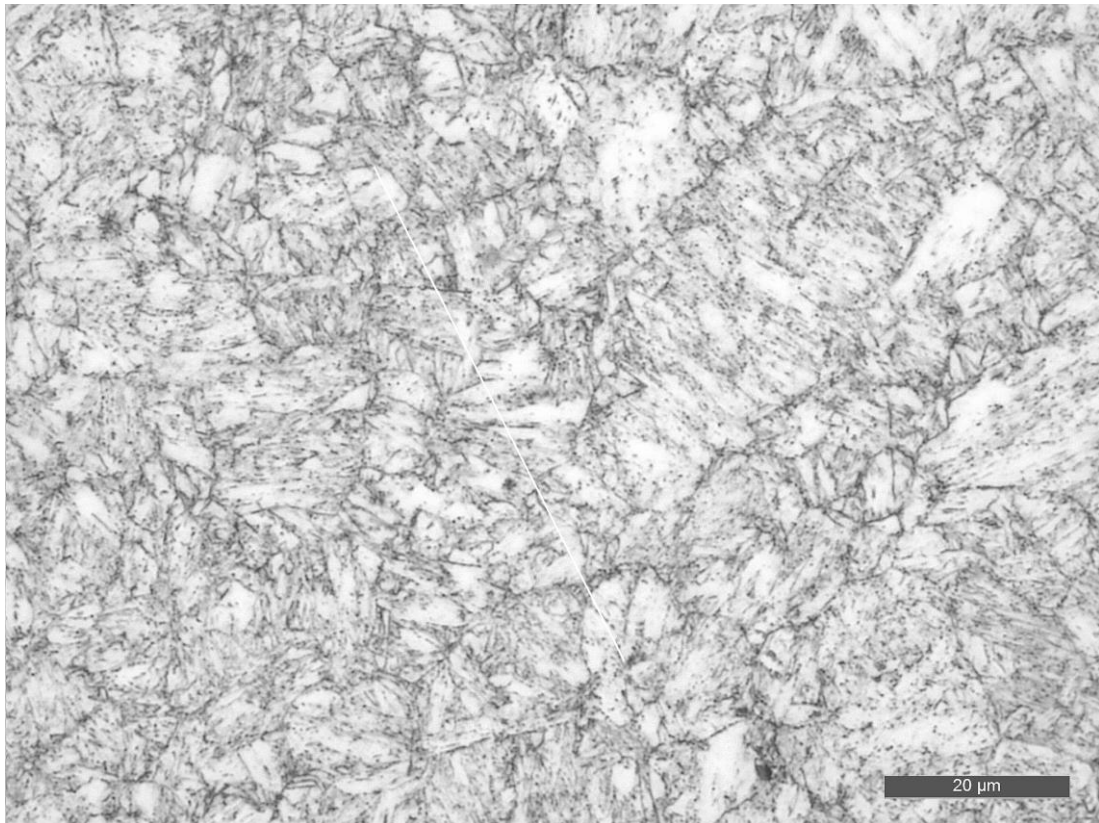


Figura Ap2-8 Acero espécimen; micrografía para medición #2

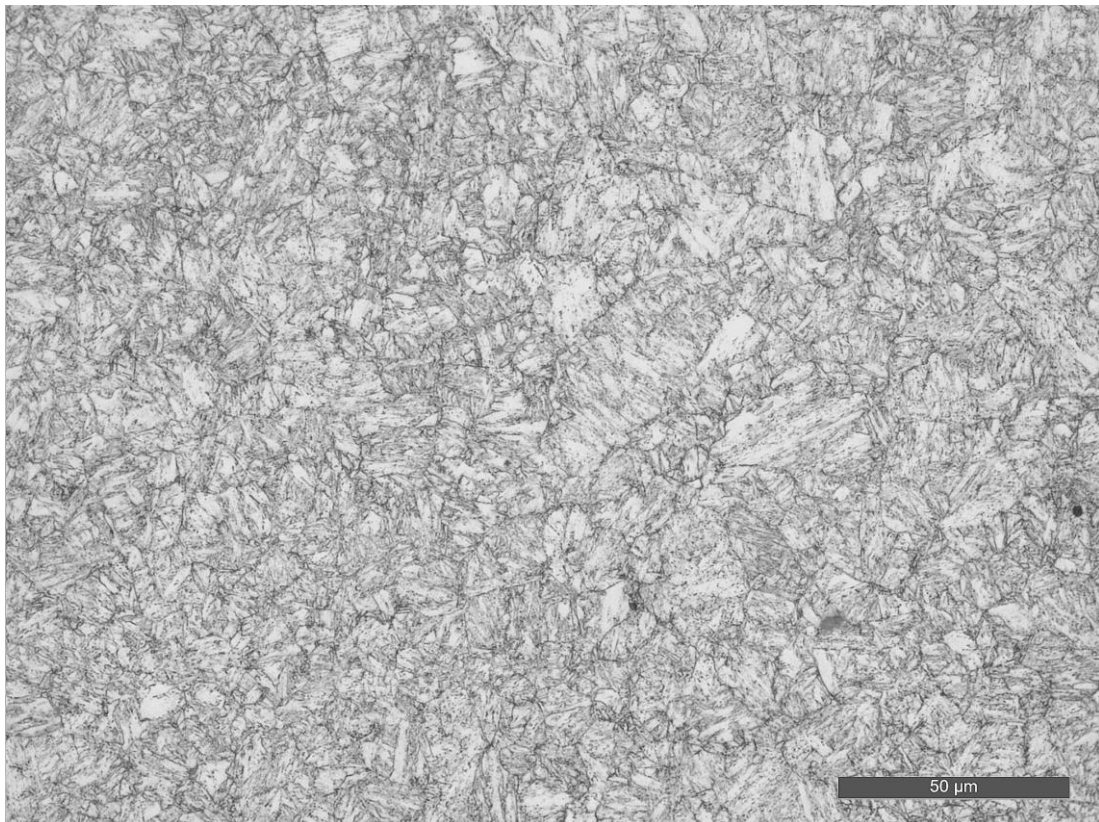


Figura Ap2-9 Acero espécimen; micrografía para medición #3

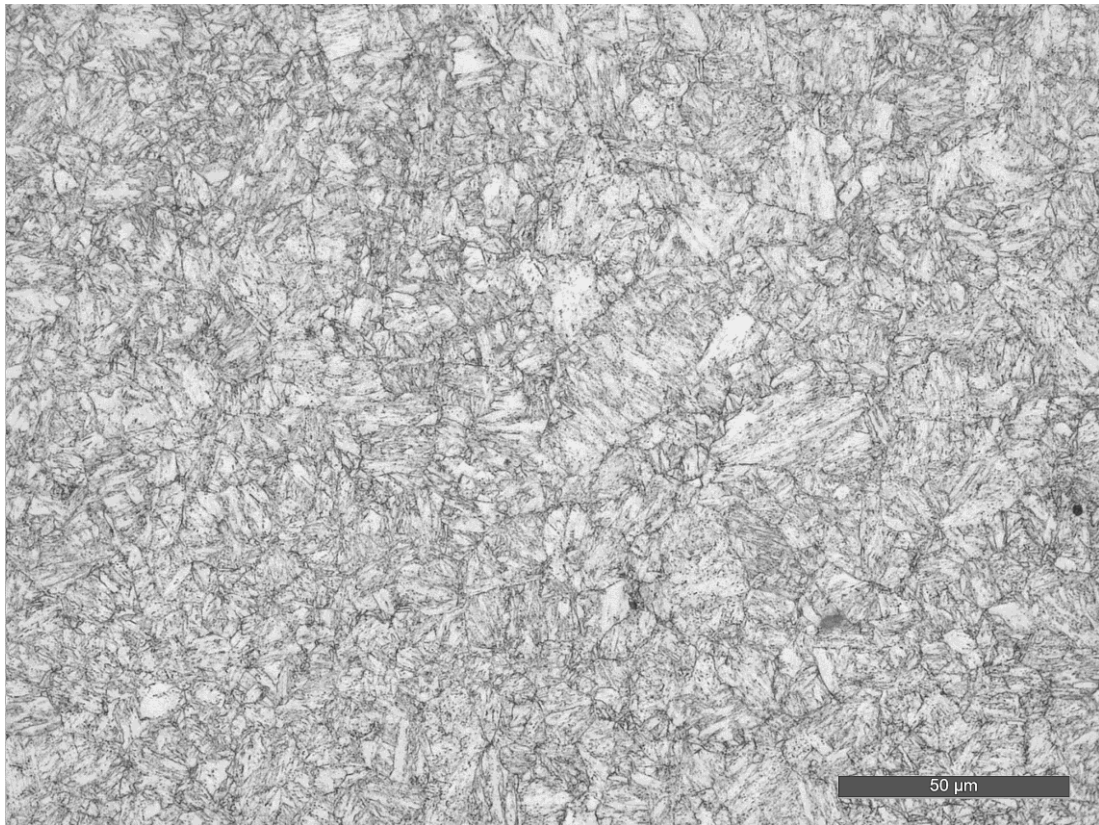


Figura Ap2-10 Acero espécimen; micrografía para medición #4

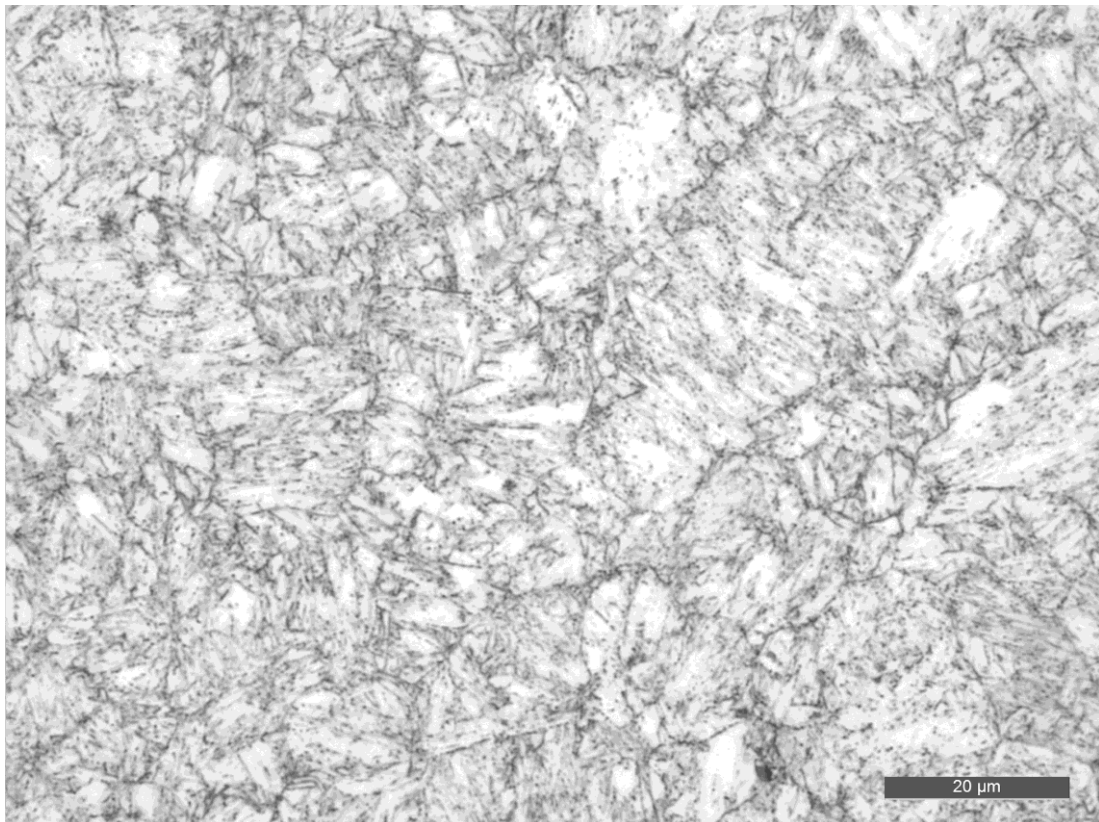


Figura Ap2-11 Acero espécimen; micrografía para medición #5

Ap. II 5 Resultados

El diámetro promedio de grano de la muestra #1 es de $32,38 \pm 7,7 \mu\text{m}$ y el de la muestra #2 es de $5,46 \pm 0,8 \mu\text{m}$, según se muestra en Tabla Ap2-4

Tabla Ap2-4 *Tamaños de grano promedio medidos*

Muestra #	Material	Diámetro promedio de grano ($\bar{d}$) [μm]	Tamaño de grano ASTM (número G)
1	<i>Acero auxiliar</i>	$32,0 \pm 7,4$	7
2	<i>Acero espécimen</i>	$5,5 \pm 0,8$	12

Ap. II. 6 Bibliografía

- [1] ASTM International, *ASTM E112-13: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, ASTM International, 2014.
- [2] M. D. Abramoff, P. J. Magalhães y S. J. Ram, «Image Processing with ImageJ,» *Biophotonics International*, vol. 11, nº 7, pp. 36-42, 2004.
- [3] G. Petzow, *Metallographic Etching; Metallographic and Ceramographic Methods for Revealing Microstructure*, Gebrüder Borntraeger, Berlin-Stuttgart: American Society for Metals, 1978.

Apéndice III. Estimación gráfica de la velocidad de deformación por creep

Ap. III. 1 Introducción

En el presente apéndice se detalla el procedimiento experimental utilizado para la determinación de las velocidades de creep ($\dot{\epsilon}$). Cada una de estas velocidades se calculó tras finalizar su respectivo ensayo.

Ap. III. 2 Metodología

La metodología empleada consistió en representar gráficamente la deformación ingenieril en función del tiempo de ensayo.

A *posteriori*, se aplicó un análisis de regresión lineal en las regiones de creep primario y secundario de cada gráfico respectivamente. La pendiente de estas rectas proporcionó las velocidades iniciales de deformación para creep primario y secundario, correspondientes a la derivada de la deformación ingenieril con respecto al tiempo de ensayo en cada región, ofreciendo así una medida cuantitativa de los fenómenos de termofluencia en la probeta a lo largo del tiempo.

A lo largo del proceso, incluyendo la calibración de los instrumentos y la puesta a punto de las instalaciones, se realizaron un total de 14 ensayos. De estos 14, se seleccionaron ocho ensayos para los cálculos de $\dot{\epsilon}$, por haberse realizado la total del experimento *sin novedad* de principio a fin. Estos ensayos seleccionados figuran resaltados en

Tabla **Ap3-**

1

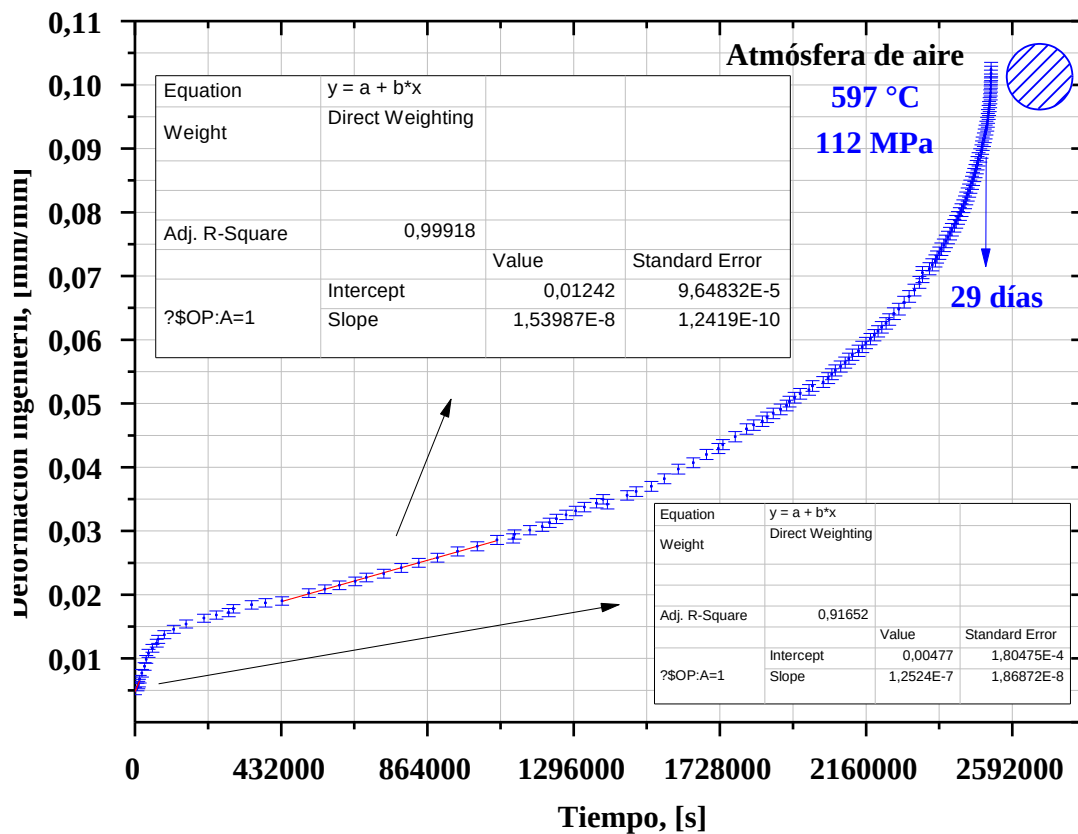
Tabla Ap3-1 Ensayos considerados para el cálculo experimental de $\dot{\epsilon}$

Sección probeta	Atm.	Temp. [°C]	Temp. [K]	Fuerza aplicada [kgf]	Tensión aplicada; σ [MPa]
Circular	Aire	758	1031	26,828	37
Circular	Aire	758	1031	17,128	24
Circular	Aire	652	925	38,130	53
Circular	Aire	597	870	81,120	112
Circular	Aire	652	925	49,650	69
Circular	Aire	597	870	99,300	138
Rectangular	Aire	652	925	42,200	69
Rectangular	Aire	597	870	68,746	112
Circular	N2(g)	652	925	52,760	73
Circular	N2(g)	652	925	49,650	69
Rectangular	N2(g)	597	870	68,740	112
Rectangular	N2(g)	652	925	42,200	69
Circular	N2(g)	597	870	80,890	112
Circular	N2(g)	597	870	80,890	112

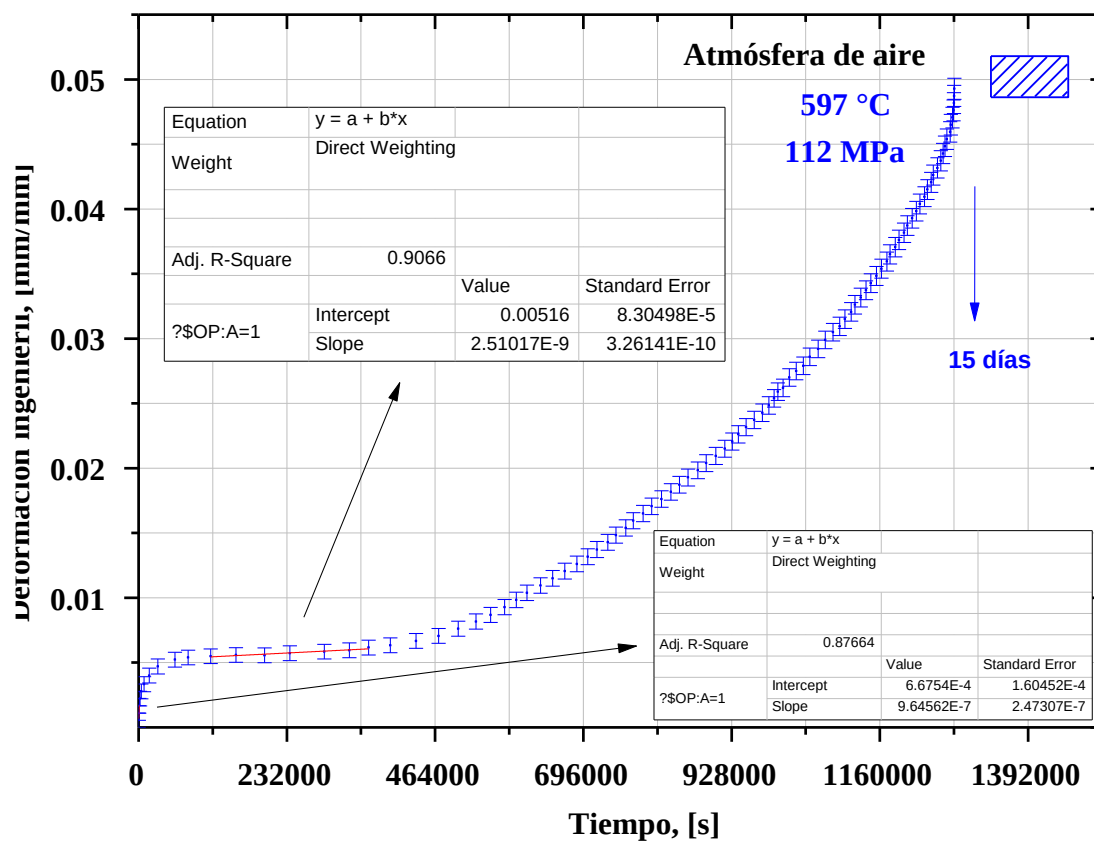
AP. III. 3 Valores medidos y calculados

A continuación, se presentan las gráficas utilizadas para el cálculo de los ε' en cada ensayo. En cada gráfico se incluye una vista general del ensayo junto con el detalle de la regresión lineal aplicada para estimar el ε' de creep primario y el ε' de creep secundario. Las rectas obtenidas se prolongaron para facilitar la lectura.

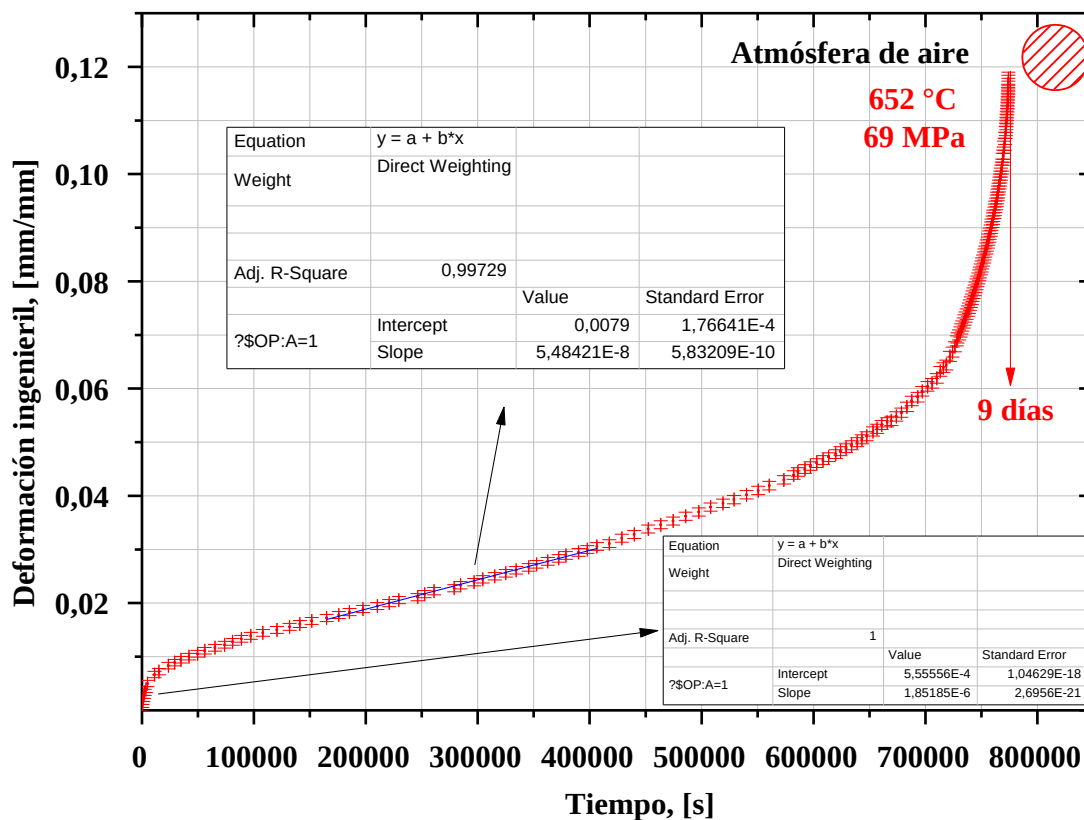
Ap. III. 3. 1 Ensayo a 597 °C-112 MPa-probeta circular de acero P11-aire



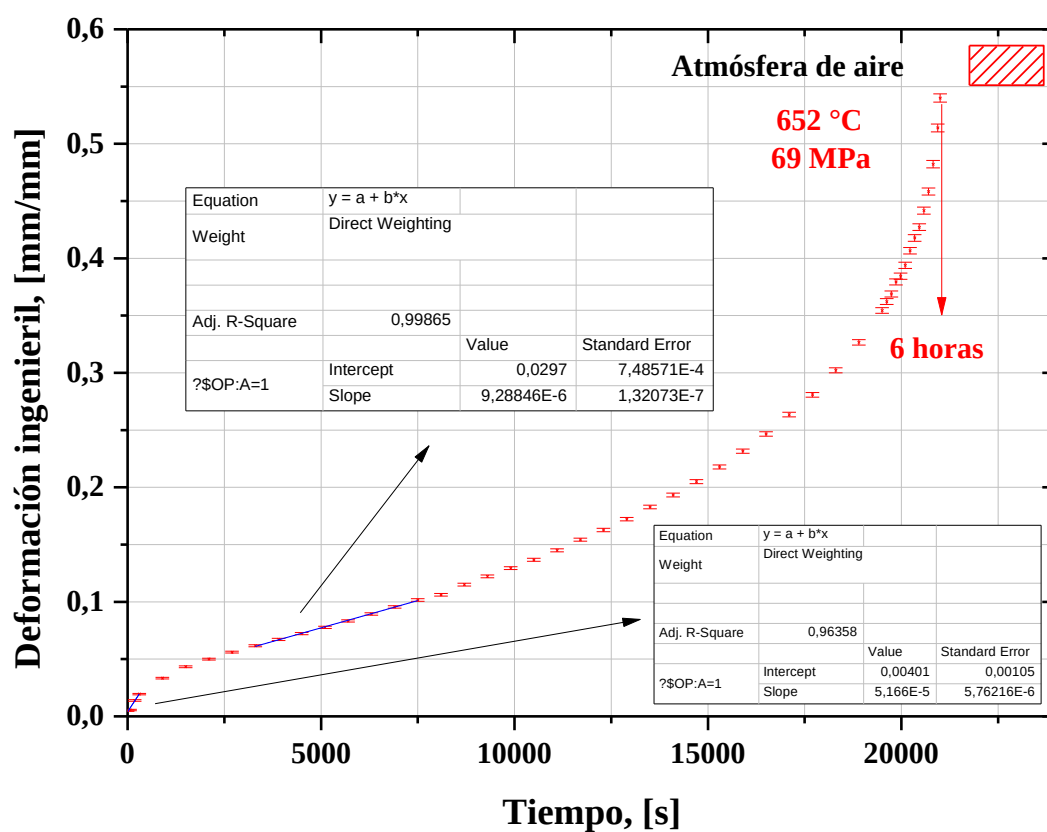
Ap. III. 3. 2 Ensayo a 597 °C-112 MPa-probeta rectangular de acero P11-aire



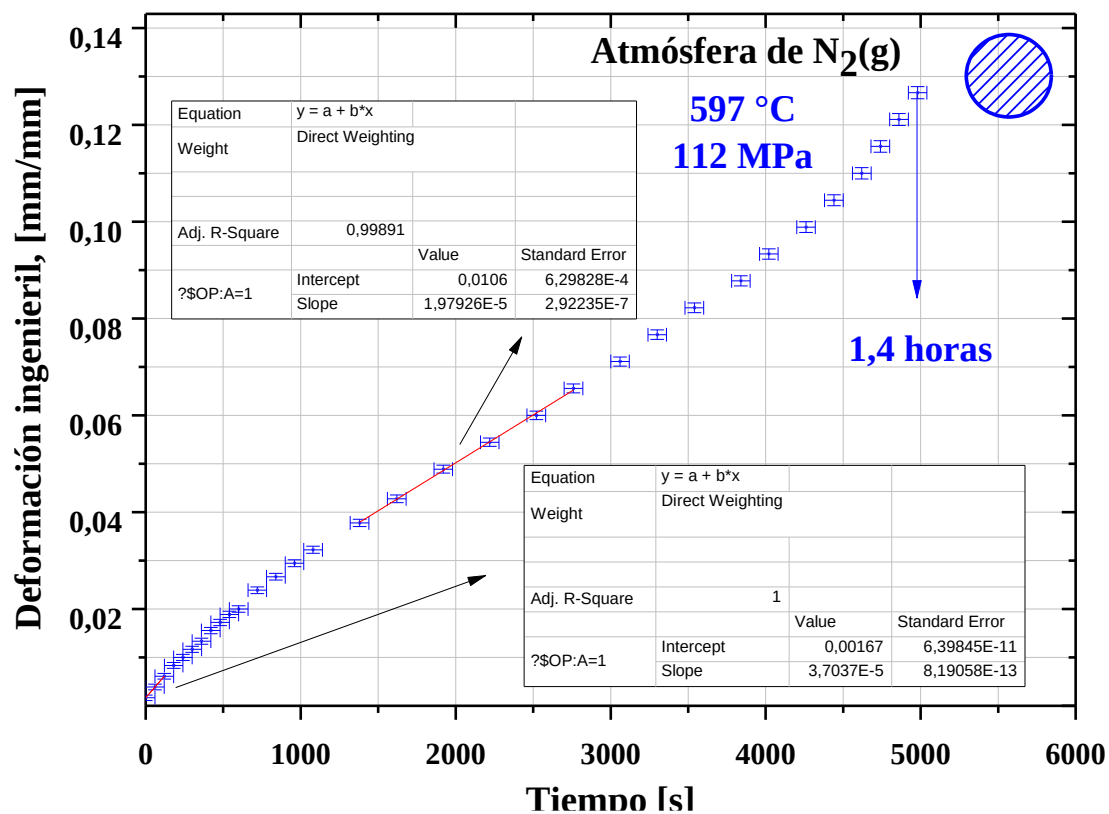
Ap. III. 3. 3 Ensayo a 652°C-69 MPa-probeta circular de acero P11-aire



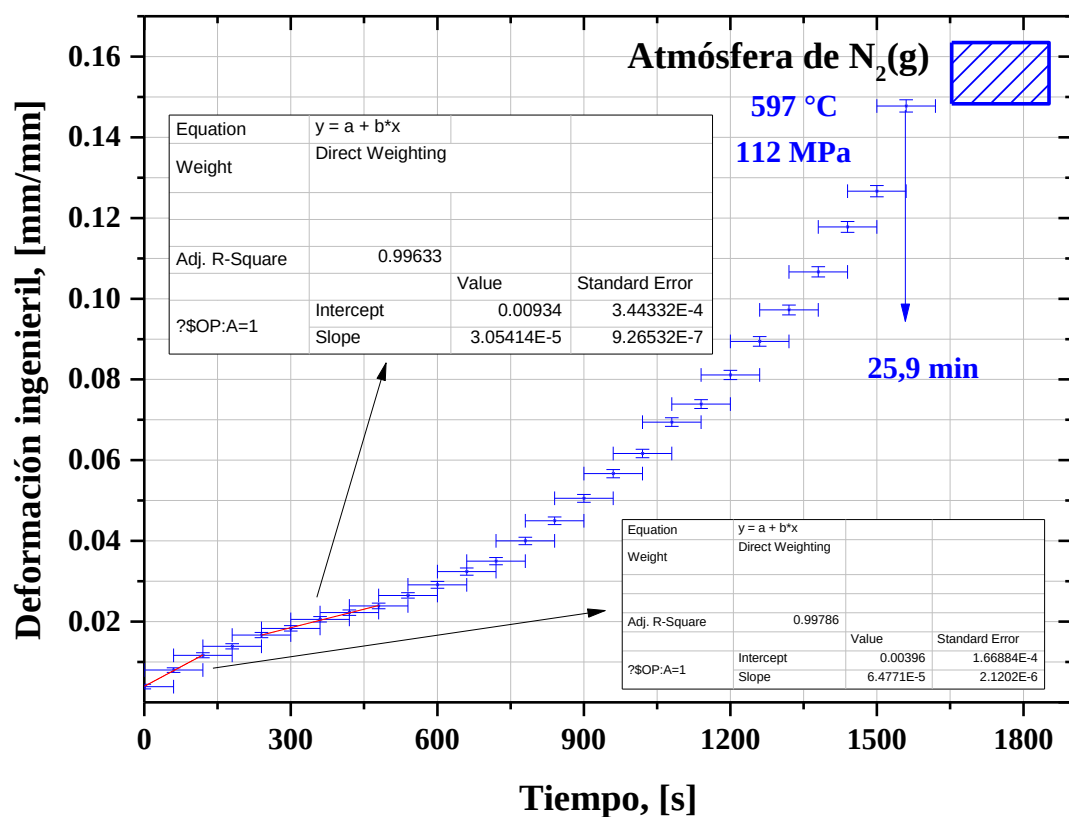
Ap. III. 3. 4 Ensayo a 652 °C-69 MPa-probeta rectangular de acero P11-aire



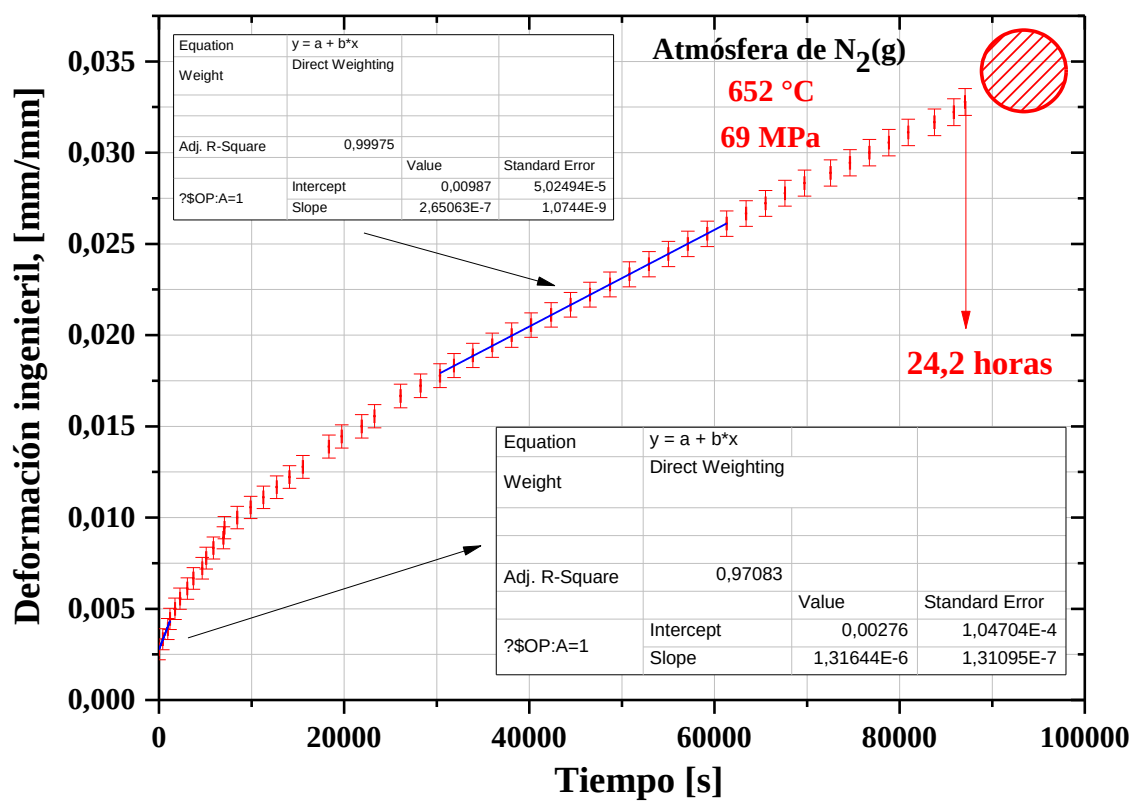
Ap. III. 3. 5 Ensayo a 597 °C-112 MPa-probeta circular de acero P11-N₂(g)



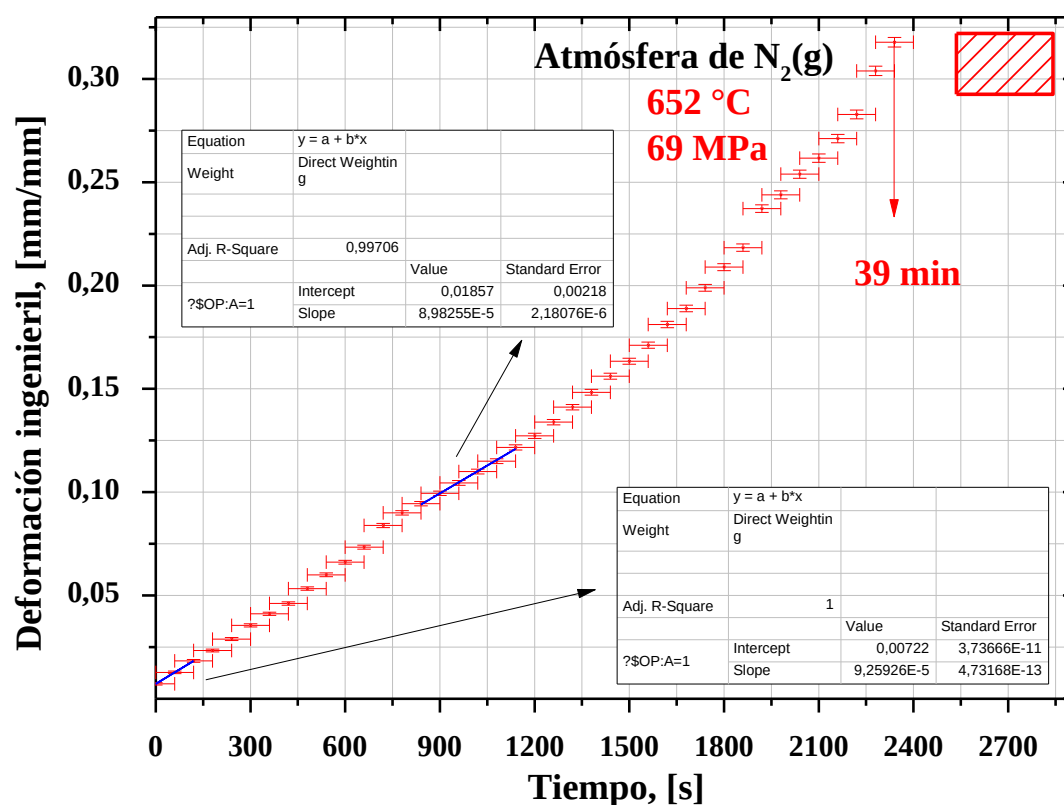
Ap. III. 3. 6 Ensayo a 597°C-112 MPa-probeta rectangular de acero P11-N₂(g)



Ap. III. 3. 7 Ensayo a 652 °C-69 MPa-probeta circular de acero P11-N₂(g)



Ap. III. 3. 8 Ensayo a 652 °C-69 MPa-probeta rectangular de acero P11-N₂(g)



Ap. III. 4 Resultados

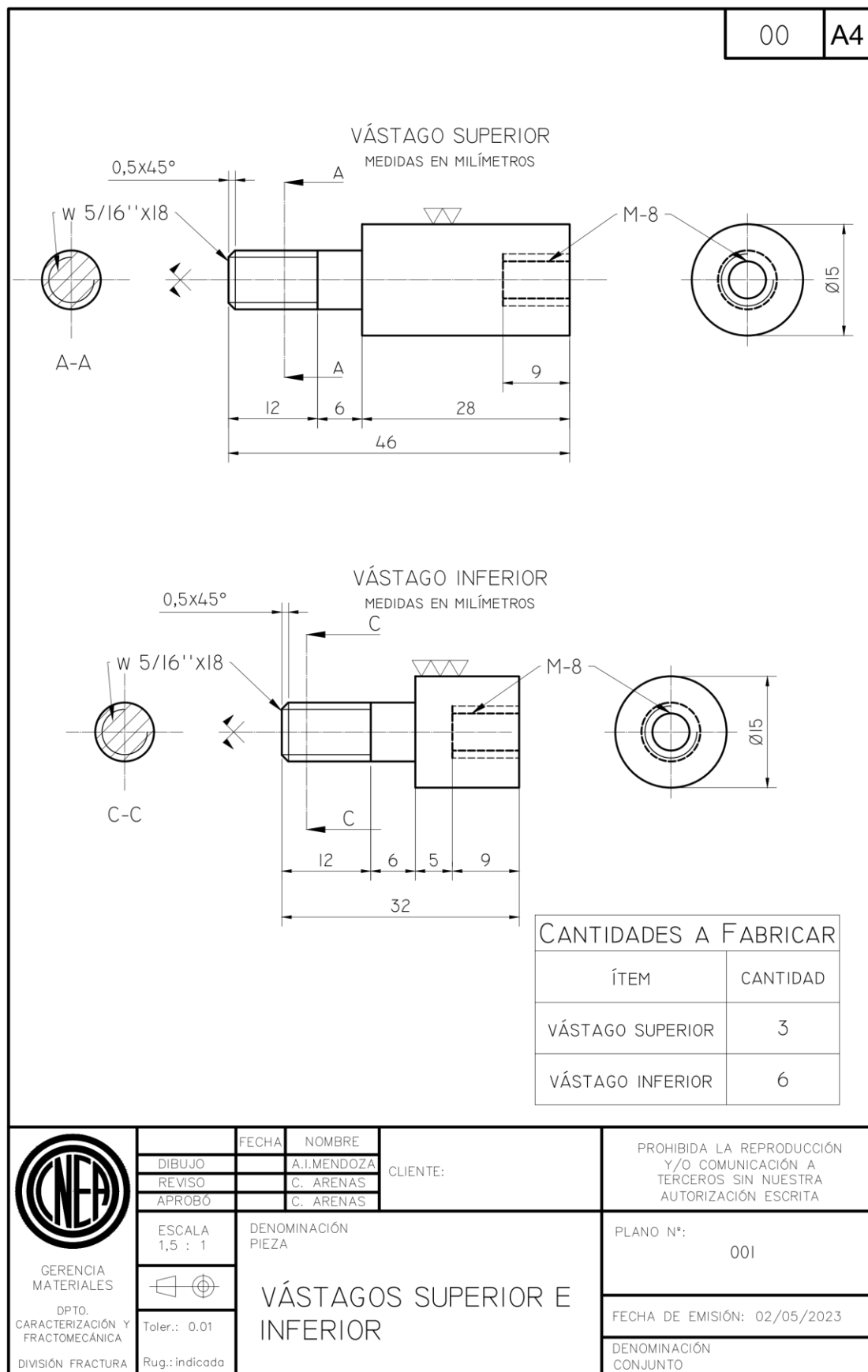
Se presentan en esta sección los resultados obtenidos mediante los análisis anteriores, sistematizados por atmósfera y geometría de probeta.

Tabla Ap3-2 Resultados mediciones de velocidad de creep

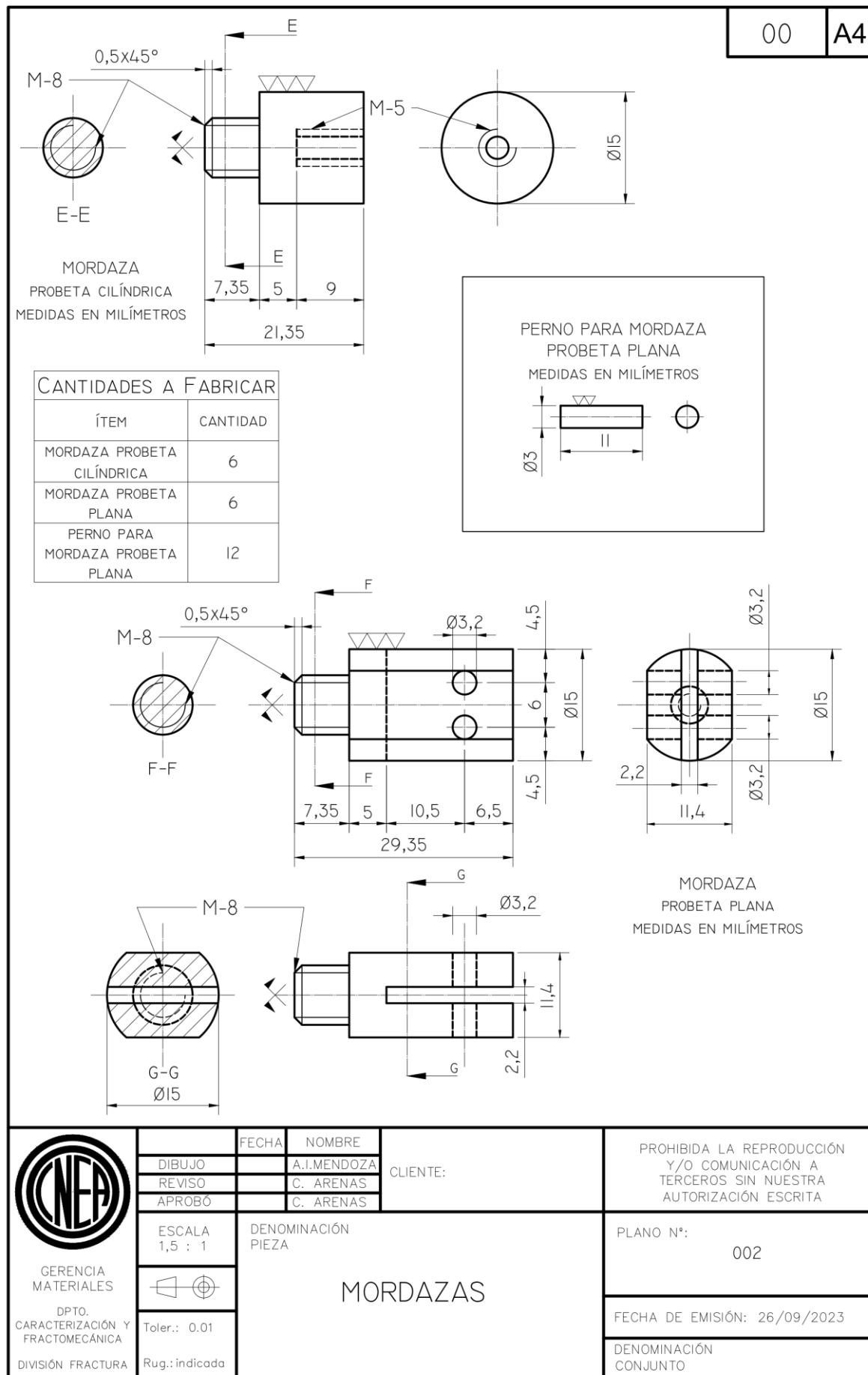
Temp. T [°C]	Tensión σ [MPa]	Geometría sección transversal de probeta	Atm.	Velocidad experimental de deformación por creep (ensayos) ε' = dε/dt [s ⁻¹]		Velocidad analítica de deformación por creep (Ashby) ε' = dε/dt [s ⁻¹]	Tiempo a rotura (ensayos)
				Primario (inicio)	Secundario (ε' = cte.)	Secundario (ε' = cte.)	
597	112	Circular	Aire	~1,3.10 ⁻⁷	~1,5.10 ⁻⁸	~9.10 ⁻¹⁰	~29 días
			N ₂ (g)	~3,7.10 ⁻⁵	~1,97.10 ⁻⁵	No corresponde	~1,4 horas
		Rectangular	Aire	~9,6.10 ⁻⁷	~2,51.10 ⁻⁹	~9.10 ⁻¹⁰	~15 días
			N ₂ (g)	~6,47.10 ⁻⁵	~3,05.10 ⁻⁵	No corresponde	~25,9 min
652	69	Circular	Aire	~1,85.10 ⁻⁶	~5,5.10 ⁻⁸	~10 ⁻⁹	~9 días
			N ₂ (g)	~1,31.10 ⁻⁶	~2,65.10 ⁻⁷	No corresponde	~24,2 horas
		Rectangular	Aire	~5,2.10 ⁻⁵	~9,3.10 ⁻⁶	~10 ⁻⁹	~6 horas
			N ₂ (g)	~9,26.10 ⁻⁵	~8,98.10 ⁻⁵	No corresponde	~39min

Anexo A. Planos

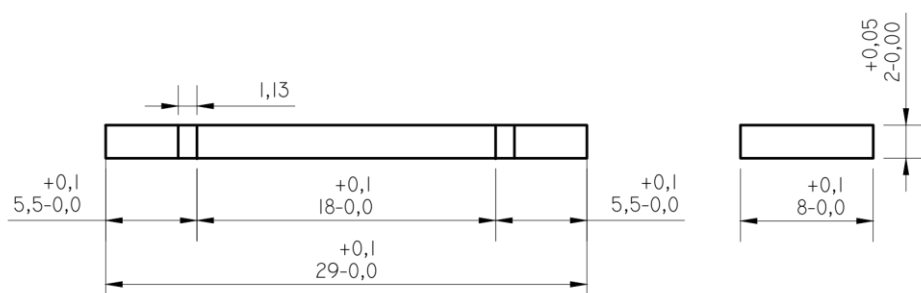
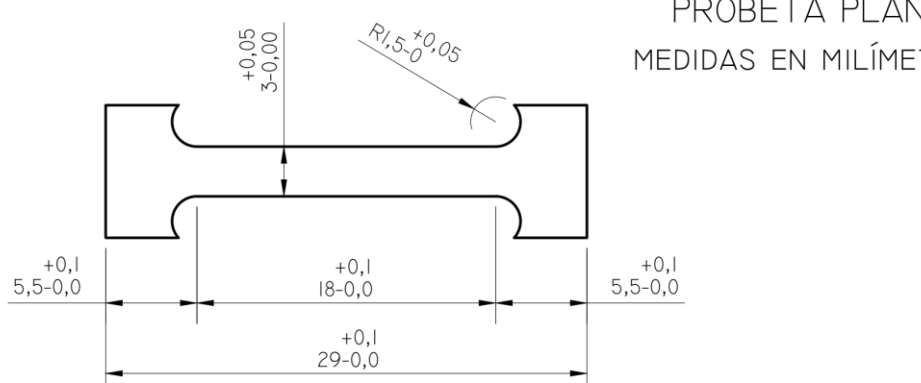
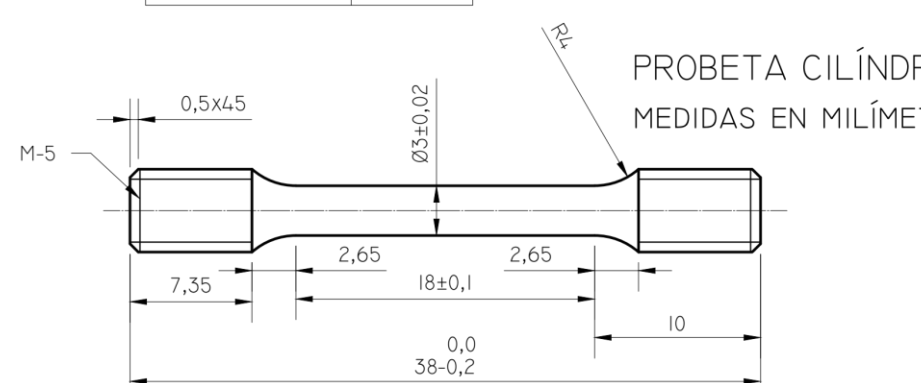
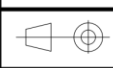
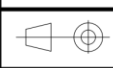
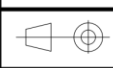
An. A. 1 Vástagos superior e inferior



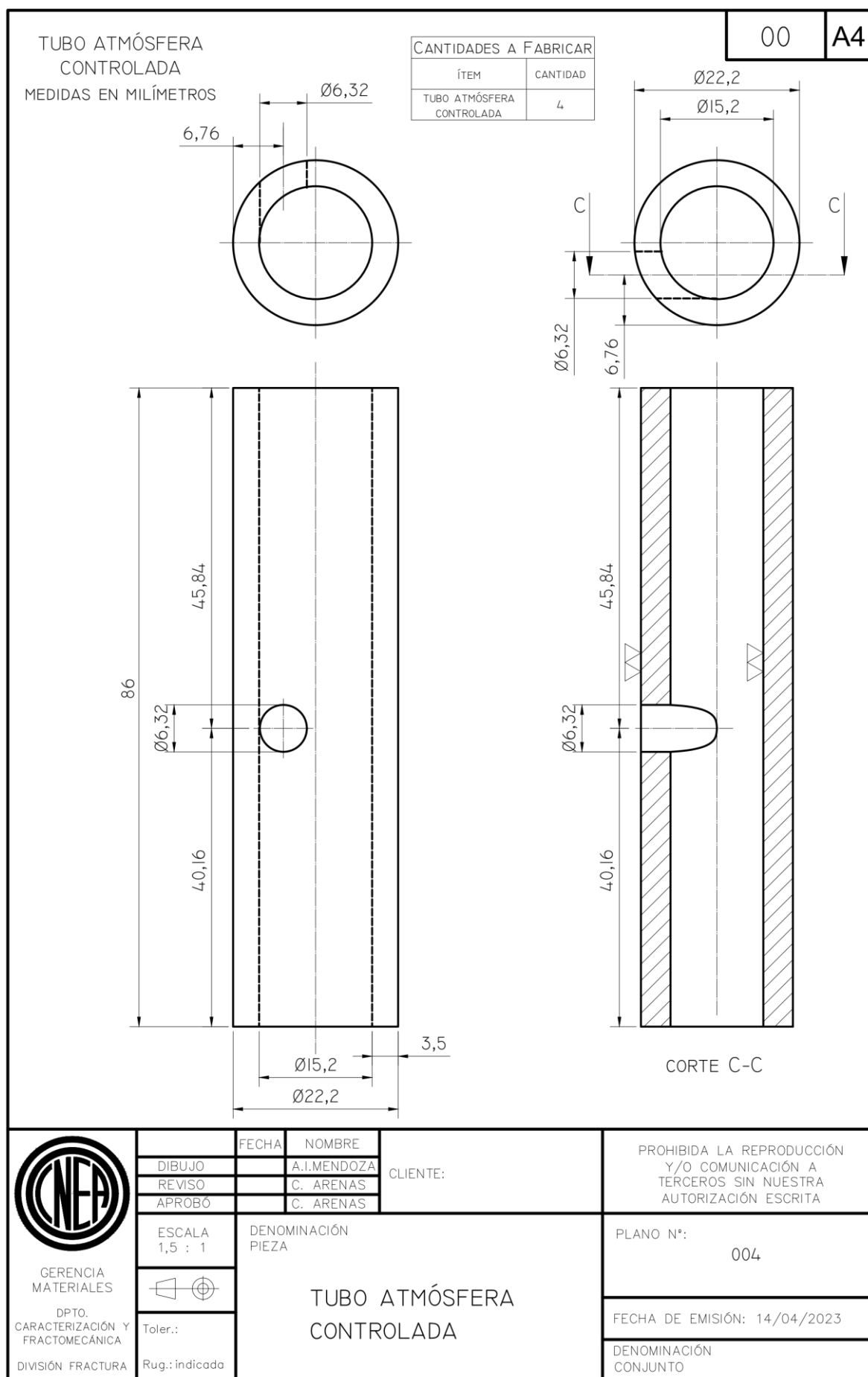
An. A. 2 Mordazas



An. A. 3 Probetas

00 A4																											
 PROBETA PLANA MEDIDAS EN MILÍMETROS																											
 PROBETA CILÍNDRICA MEDIDAS EN MILÍMETROS																											
<table border="1" style="margin: auto; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2">CANTIDADES A FABRICAR</th> </tr> <tr> <th>ÍTEM</th> <th>CANTIDAD</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PROBETA PLANA</td> <td style="text-align: center;">7</td> </tr> <tr> <td>PROBETA CILÍNDRICA</td> <td style="text-align: center;">7</td> </tr> </tbody> </table>		CANTIDADES A FABRICAR		ÍTEM	CANTIDAD	PROBETA PLANA	7	PROBETA CILÍNDRICA	7																		
CANTIDADES A FABRICAR																											
ÍTEM	CANTIDAD																										
PROBETA PLANA	7																										
PROBETA CILÍNDRICA	7																										
 PROBETA RECTANGULAR PROBETA CIRCULAR																											
 GERENCIA MATERIALES DPTO. CARACTERIZACIÓN Y FRACTOMECAÁNICA DIVISIÓN FRACTURA	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 15%; font-size: 0.7em;">FECHA</td> <td style="width: 15%; font-size: 0.7em;">NOMBRE</td> <td rowspan="3" style="width: 20%; font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">CLIENTE:</td> <td rowspan="3" style="width: 50%; font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN Y/O COMUNICACIÓN A TERCEROS SIN NUESTRA AUTORIZACIÓN ESCRITA</td> </tr> <tr> <td style="font-size: 0.7em;">DIBUJO</td> <td style="font-size: 0.7em;">A.I.MENDOZA</td> </tr> <tr> <td style="font-size: 0.7em;">REVISÓ</td> <td style="font-size: 0.7em;">C. ARENAS</td> </tr> <tr> <td style="font-size: 0.7em;">APROBÓ</td> <td style="font-size: 0.7em;">C. ARENAS</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="font-size: 0.7em;">ESCALA 2,5 : 1</td> <td colspan="2" rowspan="3" style="font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">PLANO N°: 003</td> </tr> <tr> <td colspan="2" rowspan="2" style="font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">  Toler.: indicada Rug.: </td> </tr> <tr> </tr> <tr> <td colspan="2" style="font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">DENOMINACIÓN PIEZA</td> <td colspan="2" style="font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">FECHA DE EMISIÓN: 24/04/2023</td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">PROBETA RECTANGULAR PROBETA CIRCULAR</td> <td colspan="2" style="font-size: 0.7em; vertical-align: middle;">DENOMINACIÓN CONJUNTO</td> </tr> </table>	FECHA	NOMBRE	CLIENTE:	PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN Y/O COMUNICACIÓN A TERCEROS SIN NUESTRA AUTORIZACIÓN ESCRITA	DIBUJO	A.I.MENDOZA	REVISÓ	C. ARENAS	APROBÓ	C. ARENAS			ESCALA 2,5 : 1		PLANO N°: 003		 Toler.: indicada Rug.:		DENOMINACIÓN PIEZA		FECHA DE EMISIÓN: 24/04/2023		PROBETA RECTANGULAR PROBETA CIRCULAR		DENOMINACIÓN CONJUNTO	
FECHA	NOMBRE	CLIENTE:	PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN Y/O COMUNICACIÓN A TERCEROS SIN NUESTRA AUTORIZACIÓN ESCRITA																								
DIBUJO	A.I.MENDOZA																										
REVISÓ	C. ARENAS																										
APROBÓ	C. ARENAS																										
ESCALA 2,5 : 1		PLANO N°: 003																									
 Toler.: indicada Rug.:																											
DENOMINACIÓN PIEZA		FECHA DE EMISIÓN: 24/04/2023																									
PROBETA RECTANGULAR PROBETA CIRCULAR		DENOMINACIÓN CONJUNTO																									

An. A. 4 Tubo atmósfera controlada



An. A. 5 Serpentina precalentamiento $N_2(g)$

00		A4																												
LA MENOR DISTANCIA POSIBLE																														
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th colspan="2" style="text-align: left; padding: 5px;">CANTIDADES A FABRICAR</th> </tr> <tr> <th style="width: 60%; padding: 5px;">ÍTEM</th> <th style="width: 40%; padding: 5px;">CANTIDAD</th> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">SERPENTINA PRECALENTAMIENTO $N_2(g)$</td> <td style="text-align: center; padding: 5px;">4</td> </tr> </table>				CANTIDADES A FABRICAR		ÍTEM	CANTIDAD	SERPENTINA PRECALENTAMIENTO $N_2(g)$	4																					
CANTIDADES A FABRICAR																														
ÍTEM	CANTIDAD																													
SERPENTINA PRECALENTAMIENTO $N_2(g)$	4																													
GERENCIA MATERIALES DPTO. CARACTERIZACIÓN Y FRACTOMECAÁNICA DIVISIÓN FRACTURA		<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 20%; padding: 5px;">FECHA</th> <th style="width: 20%; padding: 5px;">NOMBRE</th> <th rowspan="4" style="width: 20%; padding: 5px; vertical-align: top;">CLIENTE:</th> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">DIBUJO</td> <td style="padding: 5px;">A.I.MENDOZA</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">REVISÓ</td> <td style="padding: 5px;">C. ARENAS</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">APROBÓ</td> <td style="padding: 5px;">C. ARENAS</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">ESCALA 1:2</td> <td colspan="2" style="padding: 5px;">DENOMINACIÓN PIEZA</td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="padding: 5px;"> </td> <td rowspan="3" style="padding: 5px; vertical-align: top;"> SERPENTINA PRECALENTAMIENTO $N_2(g)$ </td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="padding: 5px;">Toler.: </td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="padding: 5px;">Rug.: indicada</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="padding: 5px;"> PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN Y/O COMUNICACIÓN A TERCEROS SIN NUESTRA AUTORIZACIÓN ESCRITA </td> <td style="padding: 5px;"> PLANO N°: 005 </td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="padding: 5px;"> FECHA DE EMISIÓN: 16/03/2022 </td> <td style="padding: 5px;"> DENOMINACIÓN CONJUNTO </td> </tr> </table>		FECHA	NOMBRE	CLIENTE:	DIBUJO	A.I.MENDOZA	REVISÓ	C. ARENAS	APROBÓ	C. ARENAS	ESCALA 1:2	DENOMINACIÓN PIEZA				SERPENTINA PRECALENTAMIENTO $N_2(g)$	Toler.:		Rug.: indicada		PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN Y/O COMUNICACIÓN A TERCEROS SIN NUESTRA AUTORIZACIÓN ESCRITA			PLANO N°: 005	FECHA DE EMISIÓN: 16/03/2022			DENOMINACIÓN CONJUNTO
FECHA	NOMBRE	CLIENTE:																												
DIBUJO	A.I.MENDOZA																													
REVISÓ	C. ARENAS																													
APROBÓ	C. ARENAS																													
ESCALA 1:2	DENOMINACIÓN PIEZA																													
		SERPENTINA PRECALENTAMIENTO $N_2(g)$																												
Toler.:																														
Rug.: indicada																														
PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN Y/O COMUNICACIÓN A TERCEROS SIN NUESTRA AUTORIZACIÓN ESCRITA			PLANO N°: 005																											
FECHA DE EMISIÓN: 16/03/2022			DENOMINACIÓN CONJUNTO																											

An. A. 6 Circuito vacío- $N_2(g)$ en máquina de ensayos de termofluencia

