

EVALUACIÓN DEL DETERIORO EN LA TENACIDAD CRIOGÉNICA POR ENVEJECIDO EN ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS POR ENSAYOS MECÁNICOS MINIATURAS

Maribel. L. Saucedo Muñoz¹, Víctor. M. López-Hirata¹, Erika O. Ávila Dávila¹, Orlando Soriano-Vargas¹ Héctor. J. Dorantes Rosales¹ y Mario E. Rodríguez-Castillo²

- ✓ Este artículo forma parte del “Volumen Suplemento” **S1** de la *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM)*. Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso “*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*” celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las “Instrucciones para Autores” establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

EVALUACIÓN DEL DETERIORO EN LA TENACIDAD CRIOGÉNICA POR ENVEJECIDO EN ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS POR ENSAYOS MECÁNICOS MINIATURAS

Maribel. L. Saucedo Muñoz¹, Víctor. M. López-Hirata¹, Erika O. Ávila Dávila¹, Orlando Soriano-Vargas¹ Héctor. J. Dorantes Rosales¹ y Mario E. Rodríguez-Castillo²

1: ESIQIE, Instituto Politécnico Nacional, Apartado Postal 118-018, México, D. F. 07051

2: Instituto Tecnológico de Pachuca, Hgo.

* E-mail: maribelsaucedo@prodigy.net.mx

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET

Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008

Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 20-Jul-2009

Disponble en: www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html

Resumen

En este trabajo se empleó el método del ensayo miniatura de embutido para evaluar la tenacidad criogénica en dos aceros inoxidables austeníticos con nitrógeno. Los aceros fueron previamente solubilizados a 1373 K y templados en agua y envejecidos a las temperaturas de 973, 1073 y 1173 K por tiempos de 10 a 1000 minutos. La tenacidad a 77 K se evaluó también con el ensayo de impacto Charpy. La energía de fractura de ambos ensayos disminuye con el tiempo de envejecido como un resultado de la precipitación intergranular de carburos y nitruros. La fractura de la superficie de las probetas ensayadas cambió de transgranular dúctil a intergranular frágil conforme disminuye la energía de fractura. Se encontró una relación lineal entre las energías de fractura del ensayo estándar y miniatura.

Palabras Claves: Aceros inoxidables austeníticos, Tenacidad criogénica, Envejecido térmico, Precipitación.

Abstract

The present work employed the small-punch testing method for the evaluation of the cryogenic toughness in two N-containing austenitic stainless steels. These steels were solution treated at 1373 K and then water quenched. Aging treatments were conducted at 973, 1073 and 1173 K for times from 10 to 1000 minutes. The toughness at 77 K was also evaluated using the traditional Charpy V-Notch impact test. The fracture energy decreased with the increase in aging time as a result of the intergranular precipitation of carbides and nitrides. The fracture surface of specimens changed from ductile transgranular to intergranular brittle as the fracture energy decreased. A linear relationship was found between the fracture energy for the standard and miniature tests.

Keywords: Austenitic stainless steels, Cryogenic toughness, Thermal aging, Precipitation.

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos mecánicos utilizando probetas miniatura para la evaluación de propiedades mecánicas se ha empleado ampliamente [1-2]. Por ejemplo, se han empleado muestras de 3 mm de diámetro y 0.25 mm de espesor para evaluar el deterioro de las propiedades tensiles de aceros debido a la irradiación en ambientes de neutrones rápidos [1]. Asimismo, se han utilizado probetas estándares pero con tamaños mucho menores para evaluar las diferentes propiedades mecánicas [3]. El ensayo miniatura de embutido conocido en inglés como small-punch testing (SPT) utiliza muestras de aproximadamente 10 x 10 x 0.2 mm y se ha aplicado

para evaluar diferentes propiedades mecánicas en diferentes tipos de materiales. Aún más, este tipo de ensayo ha permitido evaluar las propiedades mecánicas en materiales de componentes en servicio. Por ejemplo, Kameda *et al.* [4] evaluaron la transición dúctil-frágil en aceros ferríticos de baja aleación y encontraron una relación lineal entre la temperatura de transición determinada por el ensayo miniatura y aquella determinada por el ensayo convencional de impacto Charpy. Este tipo de ensayo también ha permitido evaluar la tenacidad a la fractura de aceros inoxidables a temperaturas criogénicas y se ha encontrado correlación directa de la energía de fractura del ensayo miniatura con

parámetros de la tenacidad a la fractura como K_{IC} and J_{IC} [5,6].

Este estudio tiene el propósito de mostrar la aplicación del ensayo miniatura de embutido, así como su relación con los ensayos convencionales para la evaluación de la tenacidad a la fractura a temperaturas criogénicas de aceros inoxidable austeníticos con nitrógeno.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material empleado en este trabajo fue una placa de 200 mm de espesor y la composición química de los dos aceros se muestra en la tabla 1. La tabla 2 muestra las propiedades mecánicas a 4 K de este tipo de aceros en su condición de solubilizado. Los aceros JN1 y JJ1 se solubilizaron a 1373 K por 1 hora con un posterior temple en agua con hielo. Estos aceros se envejecieron a las temperaturas de 973, 1073 y 1173 K por tiempos desde 10 a 1000 minutos. Las muestras tratadas térmicamente se prepararon metalográficamente y se observaron en el microscopio electrónico de barrido, MEB a 15 kV, después de su ataque químico con Villela.

Asimismo, se prepararon probetas de ensayo impacto Charpy de las muestras tratadas térmicamente. El ensayo sólo se hizo a 77 K (nitrógeno líquido). Las probetas de 10 x 10 x 0.5 mm para el ensayo miniatura de embutido se extrajeron por electroerosión de las probetas del ensayo Charpy fracturadas, figura 1 (a). La superficie de las probetas se desbastó con papel abrasivo hasta grado 1500. El ensayo miniatura de embutido se llevó a cabo utilizando el dispositivo mostrado en la figura 1 (b). Todas las pruebas se realizaron en una máquina Instron a una velocidad de 0.1 mm/min. El indentador es un balín de 2.4 mm de diámetro de acero con una dureza de 62-67 HRc. Los dados superior e inferior se fijaron mediante cuatro tornillos con un torque de 0.5N-m. La temperatura del ensayo fue de 77 K y se monitoreo con un termopar cromel-alumel colocado entre los dados y se estabilizó por 10 minutos antes del ensayo. El portamuestra de la figura 1(b) se colocó en el sistema criogénico mostrado en la figura 2, el cual se controló mediante un software en una computadora personal. El ensayo se inició presionando el indentador sobre la superficie de la muestra. La deflexión de la muestra se midió con un transductor LVDT, lo cual permitió obtener las curvas carga-deflexión La probeta y superficie de fractura se observaron en el MEB a 15 kV.

Tabla 1. Composición química (% peso) de los aceros JN1 y JJ1.

Material	C	Si	Mn	Ni	Cr	N	Mo
JN1	0.04	0.9	3.9	15.1	24.3	0.32	---
JJ1	0.02	0.5	10.1	11.8	12.0	0.24	4.9

Tabla 2. Propiedades mecánicas a 4 K de los aceros JN1 and JJ1 solubilizados.

Material	σ_0 (MPa)	σ_{uts} (MPa)	Elong. (%)	J_{IC} kJm^{-2}
JN1	1363	1752	31	346
JJ1	1169	1591	39	383

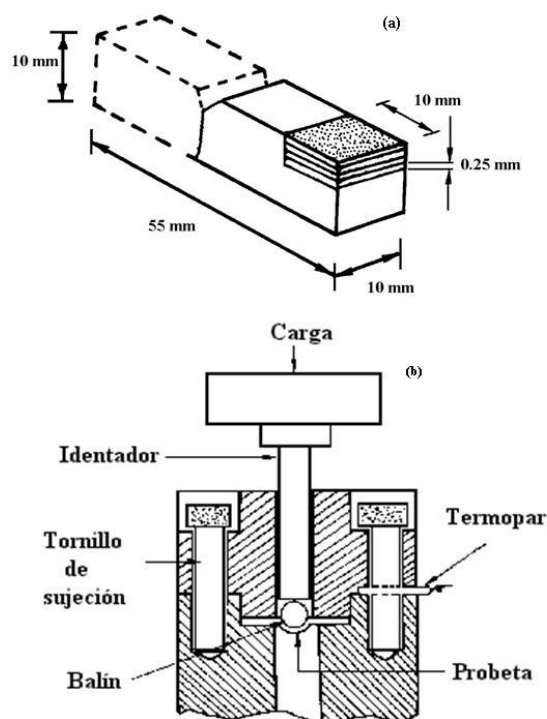


Figura 1. Extracción de muestras y dispositivo para el ensayo miniatura.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Tenacidad Criogénica

Las figuras 3 (a) y (b) presentan las curvas carga-deflexión del ensayo miniatura de embutido a 77 K para el aceros JN1 y JJ1, respectivamente, en las condiciones de solubilizado y envejecido. La carga se incrementa como una función de la deflexión hasta alcanzar un máximo, mostrado por una flecha para cada curva. Después de este máximo, la carga

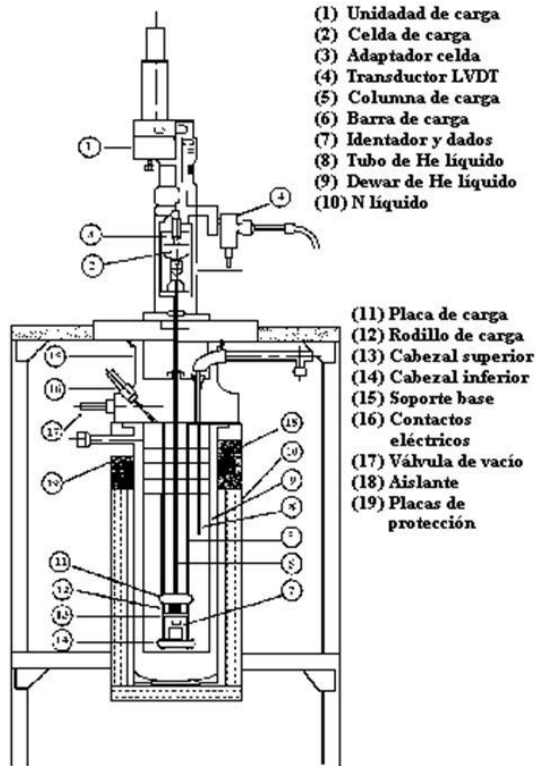


Figura 2. Sistema criogénico para enfriar a 77 ± 4 K.

cae rápidamente o hay un cambio abrupto en la pendiente de la curva. Este comportamiento se observó para todos los aceros. La carga máxima y su correspondiente deflexión disminuyen con la temperatura de envejecido para estos aceros. Se observó que la propagación de la grieta ocurrió en el valor máximo de carga del ensayo a esta temperatura. Las figuras 4 (a) y (b) presentan las micrografías de las probetas del ensayo PME correspondientes a los aceros JN1 y JJ1, respectivamente, solubilizado y envejecido a 973 K por 300 y 5 horas. La propagación de grieta fue de tipo radial, figura 4 (b), y el modo de fractura fue frágil en las probetas envejecidas. En contraste, la propagación fue circunferencial, figura 4 (a) y el modo de fractura dúctil en la probeta solubilizada. Los resultados fueron similares para el acero JJ1.

La energía de fractura del ensayo miniatura de embutido se determinó a partir del área bajo la curva de carga-deflexión, considerando el área hasta el máximo de la carga. La variación de esta energía a 77 K con el tiempo para cada temperatura de envejecido del acero JN1 se ilustra en la figura 5 (a)

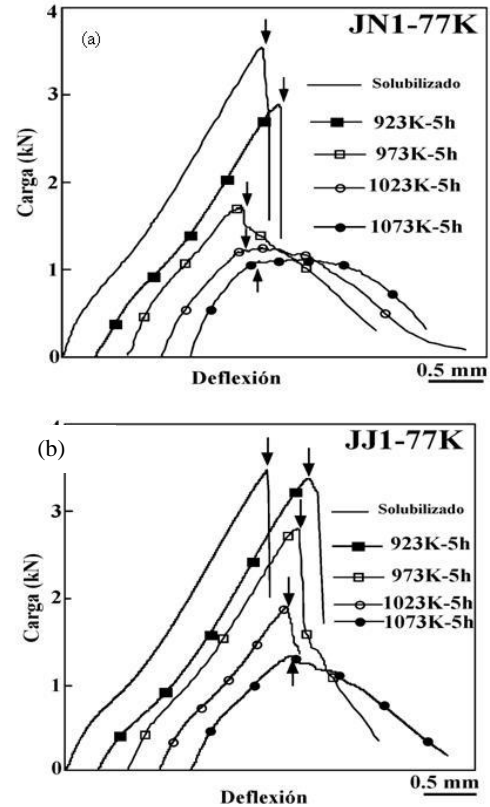


Figura 3. (a) Gráficas de carga vs. deflexión para los aceros (a) JN1 y (b) JJ1 ensayados a 77 K.

Se observa una disminución de la energía con el aumento del tiempo y la temperatura de envejecido. Esto se atribuye principalmente a la precipitación intergranular que ocurrió durante el envejecido. La figura 5 (b) ilustra los resultados correspondientes al ensayo Charpy. También se observa la disminución de la energía con el tiempo de envejecido.

Los resultados para el acero JJ1 son similares, pero la disminución de la energía de fractura fue menor que la del acero JN1. La mayor disminución de la energía de fractura para ambos ensayos ocurrió en los aceros envejecidos a 1073 y 1173 K

Las figuras 6 (a) y (b) muestran la relación entre las energías de fractura de ambos ensayos para los aceros JN1 y JJ1, respectivamente. Se observa que existe una correspondencia lineal entre ambas. Esto permitiría conocer la energía Charpy a partir de la otra en materiales envejecidos. La relación lineal entre ambos ensayos se puede expresar como sigue:

$$E_{\text{Charpy}} = 92 E_{\text{PME}} - 67 \quad (1)$$

Este tipo de relación no ha sido reportada en los ensayos miniatura; sin embargo, si existe el

antecedente de la relación entre las temperaturas de transición dúctil-frágil determinadas por el ensayo Charpy y la prueba miniatura de embutido en aceros ferríticos bajo carbono [7]. Asimismo, se ha reportado [8] la relación lineal entre la energía de fractura de la PME y la tenacidad a la fractura JIC en diferentes tipos de aceros a diferentes temperaturas de ensayo. Esto es, la ec. (1) permitiría determinar el grado de deterioro en la tenacidad en aceros inoxidables sujetos a envejecido térmico a través de la PME y determinar su equivalente en el ensayo de impacto estándar Charpy.

3.2 Microestructura

Las figuras 7 (a) y (b) muestran las micrografías del MEB para los aceros JJ1 y JN1 envejecidos a 1073 K por 5 h. Se puede observar precipitación intragranular en ambos casos. La precipitación es más abundante en el acero JN1 que en el acero JJ1 debido a que los contenidos de N y C son mayores en el primer caso. Es decir, se pueden formar carburos y/o nitruros de cromo más fácilmente. La precipitación que ocurrió en el envejecido a 1073 K fue ligeramente mayor que la correspondiente a 1073 K y mucho mayor que la originada a 973 K para ambos aceros. La figura 8 presenta los patrones de difracción de rayos X correspondiente a los residuos extraído de los aceros JN1 y JJ1 envejecidos a 973 y 1073 K por 5 h. En el caso del acero JN1, se puede observar que los precipitados, formados durante el envejecido, corresponden principalmente con carburos y nitruros de cromo, $Cr_{23}C_6$ y Cr_2N . En contraste, los precipitados del acero JJ1 son carburos, nitruro y la fase η (Fe_2Mo). La precipitación de la fase η ocurrió preferencialmente de forma transgranular. Es importante mencionar que de acuerdo al microanálisis por EDS de los precipitados, los carburos están formados por cromo y molibdeno en el acero JJ1. La cinética de precipitación fue más rápida en el acero JN1, lo que se atribuye a su mayor contenido de carbono y nitrógeno. La cinética de precipitación también ocurrió más rápidamente a 1073 K, lo cual concuerda con el mayor deterioro de la tenacidad criogénica en los aceros envejecidos. Esto es, la pérdida de tenacidad se asocia directamente con la precipitación intergranular que ocurrió en ambos aceros. Esto se debe a que los precipitados intragranulares, causan la separación de los límites de grano provocando la facilidad de la fractura intergranular.

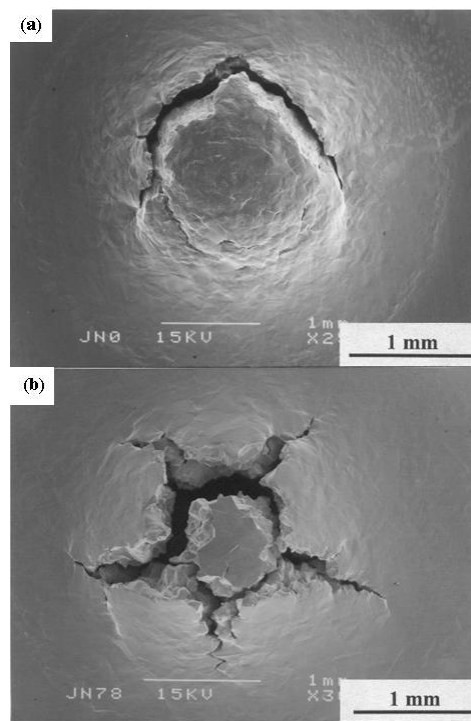


Figura 4. Micrografías del MEB para de la probeta PME para el acero JN1 (a) solubilizado y (b) envejecido a 973 K por 5 h.

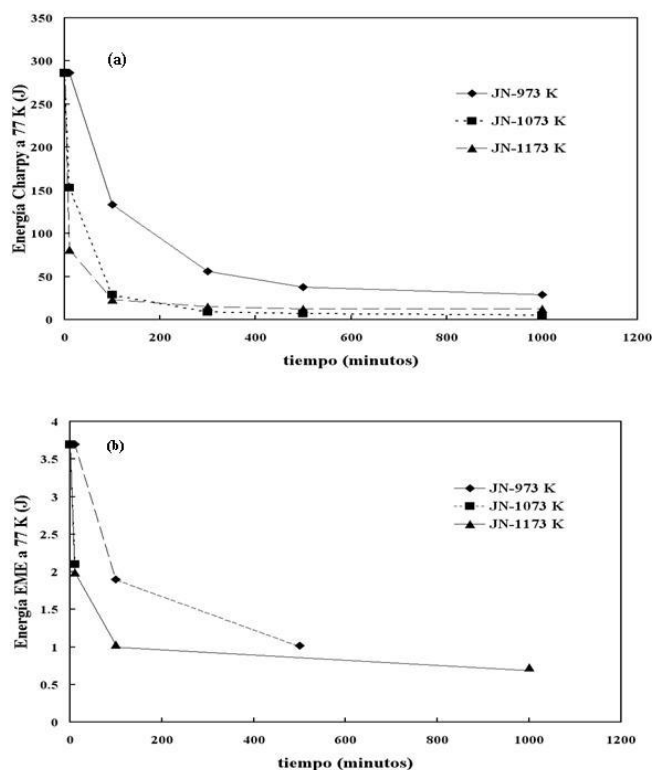


Figura 5. Gráfica de energía de fractura del ensayo Charpy como una función del tiempo de envejecido para los aceros (a) JN1 y (b) JJ1 envejecidos a diferentes temperaturas.

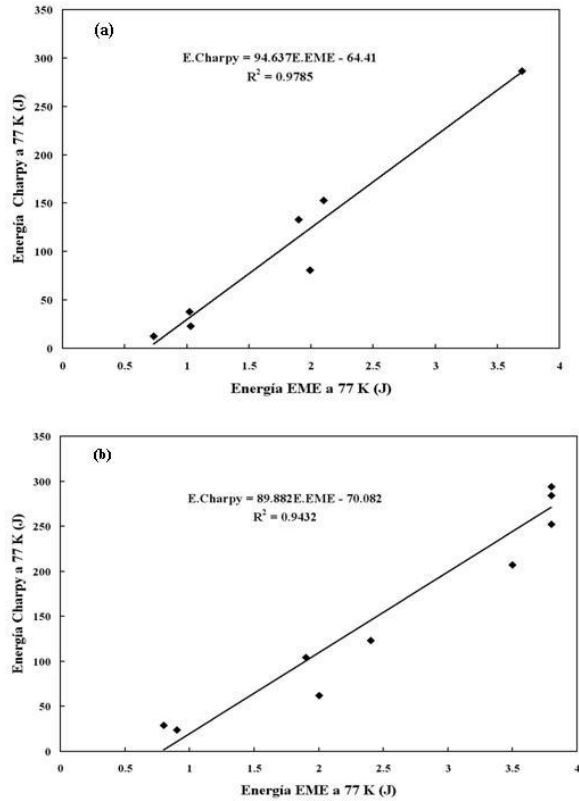


Figura 6. Relación entre la energía del ensayo Charpy y la del EME para los aceros (a) JN1 y (b) JJ1.

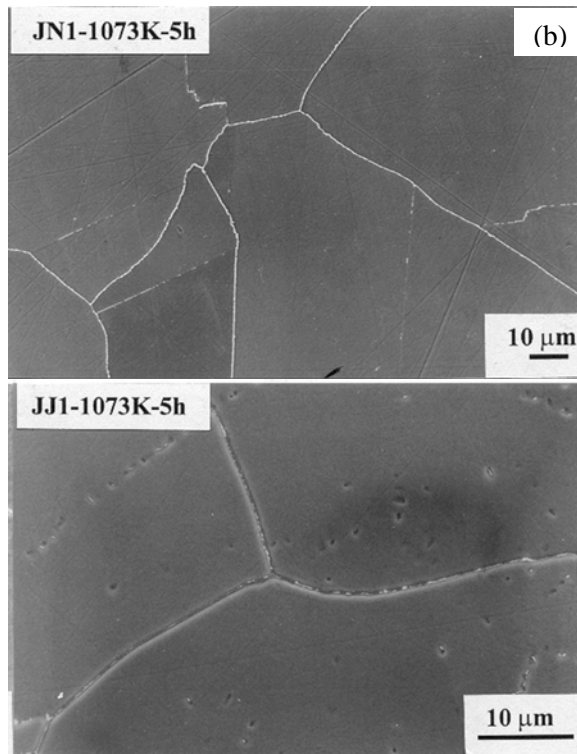


Figura 7. Micrografías del MEB de los aceros (a) JN1 y (b) JJ1 envejecidos a 1073 K por 5 h.

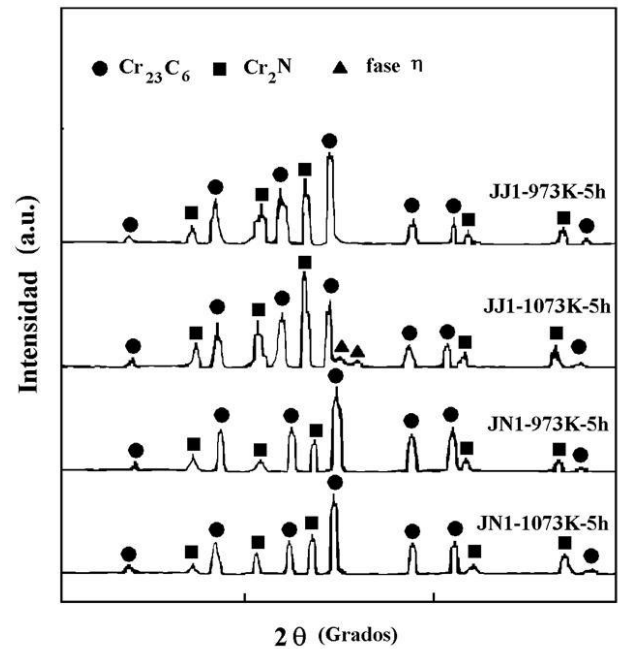


Figura 8. Patrones de difracción de rayos X para los aceros JN1 y JJ1 envejecidos a 973 y 1073 K por 5 h.

4. CONCLUSIONES

Los resultados anteriores demuestran que el ensayo miniatura de embutido es una herramienta útil para evaluar propiedades, tales como tenacidad criogénica en aceros inoxidables austeníticos. Además, debido a su tamaño es fácil utilizarla para evaluar el comportamiento de regiones pequeñas de un material como la zona afectada por el calor de una soldadura o en componentes en operación continua, ya que el tamaño de muestra es muy pequeño. Asimismo, es posible relacionar los resultados del ensayo miniatura con los resultados correspondientes a ensayos convencionales.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo recibido por CONACYT y SIP-IPN.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Manahan M.P. *Nuclear Technology*. 1983; **63**: 295-315.
- [2] Lucas GE, Scheckerd JW, Odette GR, Panchanadeeswarant S. *Journal of Nuclear Materials*. 1984; **122-123**: 201-208.
- [3] Huang F. H. *ASTM Special Technical Publication*. 1983; **888**: 290-303.
- [4] Kameda J, Buck O. *Journal of Materials*

Science. 1986; **83**: 29-38.

- [5] Misawa T, Adachi T, Saito M, Hamaguchi Y. *Journal of Nuclear Materials*. 1987; 150: 164-202.
- [6] Misawa T, Nagata S, Aoki N, Ishizaka J, Hamaguchi Y. *Journal of Nuclear Materials*. 1989; **169**: 225-232.
- [7] Saucedo Muñoz ML, Matsushita H, Hashida Shoji T, Takahashi H. *Journal of Testing and Evaluation*. 2000; **28**: 352-358.
- [8] Bulloch J. C. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 1998; 75: 791-804.