



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA  
E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN METALURGIA Y MATERIALES  
SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

INSTRUMENTACIÓN DE UN PÉNDULO PARA OBSERVAR LOS  
CAMBIOS DE TENACIDAD DE: UN ACERO 4140 TEMPLADO Y  
REVENIDO, FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN UN ACERO 1018 Y  
FRAGILIZACIÓN POR RADIACIÓN EN UN ACERO INOXIDABLE 316.

## TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE  
DOCTOR EN CIENCIAS  
EN METALURGIA Y MATERIALES

PRESENTA:

M. EN C. JAIME FRANCISCO GARCÍA ROBLEDO.

DIRECTOR:

DR. JOSÉ MANUEL HALLEN LÓPEZ



MÉXICO, D. F., 2012





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

*CARTA CESIÓN DE DERECHOS*

En la Ciudad de México \_el día \_13\_ del mes \_\_\_\_\_ Octubre \_\_\_ del año \_2011\_\_\_, el (la) que suscribe \_\_\_ M en C. Jaime Fco García Robledo \_ alumno (a) del Programa de doctorado en ciencia con especialidad en metalúrgica y materiales \_\_\_ con número de registro \_ B980910, adscrito a \_\_\_ ESIQIE -IPN, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección de \_\_\_ Dr. José Manuel Hallen López y cede los derechos del trabajo intitulado \_\_\_\_\_ Instrumentación de un péndulo para observar los cambios de tenacidad de: un Acero 4140 templado y revenido, Fragilización por Hidrogeno en un acero 1018 y Fragilización por Radiación en un Acero Inoxidable 316, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

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

Nombre y firma

## ÍNDICE

RESUMEN	1
ABSTRACT	2
CAPÍTULO 1 JUSTIFICACIÓN	3
CAPÍTULO 2 ANTECEDENTES	4
2.1 Estado del arte sobre la prueba de impacto y la prueba de impacto instrumentada	4
2.1.1. Registros históricos de la prueba de impacto Charpy	7
2.1.2. Registros históricos sobre la prueba de impacto Charpy instrumentada	8
2.1.3 Calibración del péndulo de impacto	11
2.1.4. Fractura Dinámica	13
2.1.5 Factor de intensidad de esfuerzo dinámico (KId)	14
2.1.6. J integral dinámica (JId)	15
2.1.7 Péndulo Instrumentado en el País	16
2.2 El temple y revenido en el acero 4140	16
2.2.1 Descripción de la Martensita	17
2.2.2 Tratamiento térmico de temple y revenido de la martensita en aceros	18
2.2.3 Fragilidad por revenido	20
2.3 Fragilización por hidrógeno	22
2.3.1 Mecanismos de fragilización por hidrógeno	23
2.3.2 Teoría de la presión	23
2.3.3 Energía superficial	24
2.3.4 Flujo plástico promovido	24
2.3.5 Modelo de transporte	25
2.3.6 Formación de hidruros	26
2.3.7 Fractura inducida por hidrógeno	26
2.4 Daño por radiación en aceros inoxidable	27
2.4.1 Fragilización por irradiación en componentes metálicos de reactores nucleares	28
2.4.2 Implantación de iones para simular daño por irradiación y cálculo de la dosis	29
CAPÍTULO 3 EXPERIMENTACIÓN	31
3.1. Instrumentación del péndulo marca SATEC modelo SI-1D3	31
3.2. Descripción de los sensores, componentes electrónicos y sistema de adquisición de datos	33
3.2.1. Galga o strain gage	34
3.2.2. Instalación de las galgas	35
3.2.3. Disparador o trigger	42
3.2.4. Tarjeta Osciloscopio	43
3.2.5. Amplificador acondicionador de señales	45
2.2.6. Excitación	46
3.2.7. Puente de Wheatstone	46
3.2.8. Filtrado	50
3.2.9. Ganancia	50
3.3. Calibración de la galga	51
3.4 Experimentación para la fragilización por revenido	52
3.4.1. Caracterización microestructural en condiciones de revenido	52
3.4.2. Maquinado de las probetas para impacto	54
3.5. Experimentación para la fragilización por hidrógeno	55

3.5.1. Cargado electrolítico del hidrógeno	56
3.6 Experimentos realizados para observar el daño por radiación	58
3.6.1 Caracterización microestructural del acero inoxidable 316	58
3.6.2. Pruebas de microdureza	58
3.6.3 Prueba de Flexión en Tres Puntos	59
3.6.4. Programa TRIM 95	60
3.6.5. Pruebas de impacto Charpy instrumentado en probetas de acero 316 implantadas con iones de níquel a 1 dpa	61
<b>CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y ANÁLISIS</b>	<b>62</b>
4.1 Calibración de la galga	62
4.2 Resultados de las pruebas de impacto y dureza al acero 4142	64
4.2.2 Análisis por rayos X	64
4.2.3 Microestructuras de las martensitas revenidas a 100 ° C	64
4.2.4 Microestructura del acero 4140 revenido a 400 ° C	66
4.2.5 Curvas de impacto revenido a 100 ° C	67
4.2.6 Curvas de impacto revenido a 400 ° C	69
4.2.7. Análisis fractográfico de las probetas Charpy revenidas a 100 ° C	70
4.2.8. Análisis fractográfico de las probetas Charpy revenidas a 400 ° C	71
4.3 Resultado de la experimentación para el acero 1018 fragilizado con hidrógeno	73
4.3.1 Resultado de la pruebas de impacto en material testigo y fragilizado	73
4.3.2 Análisis fractográfico del efecto de la fragilización por hidrógeno en pruebas de impacto	73
4.3.3 Resultado de la pruebas de tensión en material testigo y fragilizado.	75
4.3.4 Análisis fractográfico del hidrógeno en pruebas de tensión	76
4.5 Resultado de la experimentación para el acero inoxidable 316 fragilizado por irradiación	77
4.5.1. Caracterización Microestructural del acero inoxidable 316	77
4.5.2 Caracterización del acero 361 por pruebas de doblez en tres puntos	78
4.5.3 Pruebas de microdureza en acero 316 irradiado	81
4.5.4 Análisis de la prueba de flexión por la implantación de iones pesados en acero inoxidable 316 a 1 dpa	81
4.5.5. Pruebas de impacto Charpy instrumentado en probetas de acero 316 implantadas con iones de níquel a 1 dpa	83
<b>CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES</b>	<b>87</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>89</b>
<b>ANEXO1. ÍNDICE DE FIGURAS</b>	<b>94</b>

## PALABRAS CLAVE

**Acero.** Aleación de base hierro, maleable en algún intervalo de la temperatura a que fue inicialmente fundida; contiene manganeso, generalmente carbono y a menudo otros elementos de aleación.

**Anisotrópico.** Que presenta propiedades diferentes en direcciones diferentes.

**Cristalinidad.** Arreglo periódico de átomos.

**Clivaje.** Superficie de fractura característica de materiales frágiles, se relaciona por superficies de fracturas planas.

**Deformación elástica.** Deformación reversible sin desplazamientos atómicos (moleculares) permanentes.

**Deformación plástica.** Deformación permanente.

**Dureza.** Resistencia de un material a la penetración; por ejemplo, por rayadura o por acción de un penetrador.

**Dúctil.** Capaz de ser deformado plásticamente por laminado, estirado (como el alambre).

**Elasticidad.** Propiedad de un material en virtud de la cual tiende a recuperar su tamaño y forma originales después de la deformación.

**Factor de la galga.** Es la sensibilidad del strain gage que esta expresada por la relación del cambio de resistencia y el esfuerzo, y se representa por  $k$ .

**Fractura.** Es la separación en dos o más partes de un material provocado por algún esfuerzo. Esencialmente existen solo dos tipos de fractura en los materiales.

**Fractura frágil.** Falla por propagación de fisura y con ausencia de ductilidad significativa.

**Fractura dúctil.** Se produce por la rápida propagación de una grieta, con el mínimo de absorción de energía y deformación plástica.

**Fractura dinámica.** Es una metodología para el estudio de la nucleación y propagación de grietas, y constituye un importante desarrollo tecnológico para asegurar la integridad de estructuras ingenieriles. La importancia de este desarrollo tecnológico radica en predecir el inicio de la propagación rápida de la grieta y de esa forma prevenir condiciones severas en grandes estructuras.

**Fragilidad.** Calidad de un material que da lugar a la propagación de fisuras sin deformación plástica apreciable.

**Latón.** Aleación que consiste principalmente de Cobre (superior al 50 %) y Zinc a la cual se le pueden agregar otros elementos.

**Microestructura.** Rasgos estructurales (como granos, subfronteras, etc.) visibles con ayuda de un microscopio adecuado. Estructura de metales revelada por examen de la superficie

atacada químicamente de una muestra pulida a una amplificación que no exceda diez diámetros.

**Micrografía.** Reproducción gráfica de la superficie de una muestra preparada a una amplificación que no exceda de 10 diámetros.

**Plasticidad.** Capacidad de un metal para deformarse no elásticamente sin ruptura.

**Propiedades mecánicas.** Propiedades de un material que revelan un comportamiento elástico e inelástico cuando se aplica una fuerza, indicando de este modo su adaptabilidad para las aplicaciones mecánicas.

**Recocido.** Calentar y mantener a una temperatura adecuada para después enfriar a una rapidez adecuada, para reducir la dureza, mejorar la maquinabilidad, facilitar el trabajado en frío producir una microestructura deseada.

**Revenido.** Tratamiento térmico del acero templado para reducir su fragilidad.

**Temple.** Enfriado rápido de una aleación para mantener una estructura de alta temperatura.

**Tenacidad.** Capacidad de un metal para absorber energía y deformarse plásticamente antes de fracturarse. Generalmente es medida por la energía absorbida en un ensayo de cargas aplicadas con impacto sobre una barra muescada.

**Tratamiento térmico.** Calentar y enfriar un metal o aleación sólida en tal forma que se obtengan las condiciones o propiedades deseadas.

## RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se instrumentó un péndulo para poder observar cambios en la tenacidad de tres fenómenos físicos que causan fragilidad en materiales metálicos. Esta investigación se realizó en tres momentos, en cada uno se estudió lo siguiente:

**Primer caso:** se estudiaron los cambios de tenacidad de un acero 4140 templado y revenido, dicho fenómeno es conocido como fragilización por revenido.

Para estudiar el primer caso, se realizó un análisis microestructural por Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), para observar la relación existente con la tenacidad a la fractura en un acero 4140; la tenacidad a la fractura se cuantificó empleando una prueba de impacto instrumentada con probetas tipo Charpy. Se seleccionó el acero 4140 debido a que éste es un acero que frecuentemente se utiliza para la fabricación de piezas de maquinaria susceptible a temple, además que a diferentes temperaturas de revenido se alcanzan diferentes grados de tenacidad. El estudio se realizó en probetas tipo Charpy templadas en aceite desde 850 ° C y revenido a 100 ° C por 1 hora, 1.5 horas y 2 horas, con el fin de observar la eliminación de esfuerzos del temple. También se empleó una temperatura de 400 ° C por 1 hora, 1.5 horas y 2 horas zona en la cual este acero presentó fragilidad por revenido. Se encontró un aumento de la tenacidad con el tiempo de revenido a 100 ° C, mientras que la dureza permanecía constante; sin embargo, un comportamiento diferente puede observarse a 400 ° C con el tiempo de revenido, mientras que la dureza disminuye, la tenacidad sube y cae abruptamente.

**Segundo caso:** se fragilizó por cargado catódico, introduciendo hidrógeno en probetas Charpy en un acero 1018, con el fin de observar el comportamiento mecánico en una prueba de impacto instrumentada al fenómeno de fragilización por hidrógeno.

Para el estudio del segundo caso un acero 1018 se fragilizó por cargado catódico, introduciendo hidrógeno en probetas Charpy, con el fin de observar el comportamiento mecánico en una prueba de impacto instrumentada, y observar el cambio en la tenacidad a la fractura por el efecto del hidrógeno. Adicionalmente una prueba de tensión mostró una fragilización en las curvas por disminución en el porcentaje de deformación y, se comprobó en el cambio de mecanismo de fractura en la superficie de las probetas, de coalescencia de poros a cuasiclivaje generalizado. En la prueba de impacto Charpy la forma de la curva cambia ligeramente y los rasgos de iniciación muestran los cambios más drásticos y las fractografías, tanto de la zona de iniciación de la grieta como de propagación, muestran rasgos de fragilización en las probetas cargadas con hidrógeno.

**Tercer caso:** se empleó un implantador de iones de níquel para simular daño neutrónico en un acero inoxidable 316, con características similares a la de una vasija de reactor nuclear, daño conocido como fragilización por radiación.

En este caso, se estudió como el daño por radiación provoca pérdida de ductilidad en aceros estructurales, pero evaluar el grado de fragilización de los aceros que forman parte de los componentes estructurales de un reactor se presenta un reto de ingeniería, ya que hay que usar los reactores para fragilizar muestras testigo y muchas veces las muestras se activan radioactivamente. Una alternativa empleada es usar un acelerador de partículas para implantar iones, estos iones se implantan en la superficie y dependiendo de su peso atómico y de la densidad del blanco (material ha ser estudiado) será el grado de daño o zona de penetración dañada. Una forma de observar como y cuando nuclea y propaga una grieta puede llevarse a cabo a través de pruebas en probetas tipo Charpy con entalle; se realizaron pruebas de doblez en tres puntos a velocidad de deformación constante y de Charpy con un péndulo instrumentado, complementando con observaciones de microscopía electrónica de barrido de la región dañada conteniendo la grieta para tratar de explicar el grado de fragilización y el crecimiento de grietas dentro de la zona afectada por la radiación (zona del entalle).

## ABSTRACT

In this research a pendulum was instrumented in order to observe changes in the tenacity of three physical phenomena that cause embrittlement in metallic materials. A first study case to observe the changes of toughness: quenched and tempered 4140 steel. The embrittlement phenomenon is known as tempering. In the second case is weakened by introducing hydrogen in cathode loaded Charpy specimens in 1018 steel, in order to observe the mechanical behavior in an instrumented impact test the phenomenon of hydrogen embrittlement. In the third case uses a nickel ion implanted to simulate neutron damage in a 316 stainless steel with similar characteristics to that of a nuclear reactor vessel. Damage is known as embrittlement by radiation.

To study the first case a microstructural analysis by SEM was performed in order to observe the relationship with the fracture toughness in 4140 steel. The fracture toughness was quantified by using an instrumented impact test with Charpy type specimens. 4140 steel was selected because this of embrittlement of steels that are part of the structural components of a reactor has an engineering challenge, since you need to use weaken reactors often control samples and samples radioactivity. An alternative is to use a particle accelerator to implant ions, these ions are implanted into the surface and depending on their atomic weight and density of the target (material to be studied) the degree of penetration damage or damaged area. One way to see how and when a crack nucleates and propagates can be carried out through tests on specimens notched Charpy type, tests were conducted at three points bending constant strain rate and instrumented Charpy pendulum, complementing observations of scanning electron microscopy of the damaged region containing the crack, trying to explain the degree of embrittlement and crack growth within the area affected by radiation (notch area).is a steel that is frequently used for the manufacture of machine parts susceptible to hardening in addition to annealing at different temperatures are achieved varying degrees of tenacity. The study was carried out in temperate Charpy type specimens in oil from 850 ° C and tempered at 100 ° C for 1hr, 1.5 hrs and 2hrs, in order to observe the elimination of hardening efforts. In addition, use a temperature of 400 ° C for 1hr, 1.5 hrs and 2hrs area where this steel temper embrittlement present. We found an increase in toughness with tempering time at 100 ° C while the hardness remained constant, but different behavior can be observed at 400 ° C with annealing time while the hardness decreases abruptly rises and, deplets tenacity.

For the second case is weakened by introducing hydrogen in cathode loaded Charpy specimens of steel 1018, to observe the mechanical behavior in an instrumented impact test and observe the change in fracture toughness by the effect of hydrogen. In addition, a stress test shows a Embrittlement in the curves decrease in the percentage of deformation and found in the change of fracture mechanism on the surface of the specimens of coalescence of pores cusclivaje widespread. In contrast to the Charpy impact test how the curve changes slightly and the features of initiation shows more drastic changes and fractography area as the crack initiation and propagation show features of embrittlement in the specimens charged with hydrogen.

In the third case it is known that radiation damage causes loss of ductility in structural steels, the assess the degree to use a particle accelerator to implant ions, these ions are implanted into the surface and depending on its atomic weight and density of the target (the material being studied) is the degree of harm or damage penetration zone. One way to see how and when a crack nucleation and spreads can be carried out by tests on specimens with notch Charpy type; were tested in three point bending at a constant strain rate and instrumented Charpy pendulum, complementing observations of scanning electron microscopy of the damaged region containing the crack to try to explain the degree of embrittlement and crack growth within the area affected by radiation (notch area).

# CAPÍTULO 1

## JUSTIFICACIÓN

Este trabajo de investigación se realizó con la finalidad de contar con un péndulo instrumentado en el país que proporcione la tecnología necesaria para desarrollar materiales de referencia y así llevar la prueba de impacto a un nivel importante de aplicación en la industria nacional.

El proceso de instrumentación del péndulo se llevó a cabo en un péndulo comercial SATEC SI-1D3 del Instituto de Física de la Universidad Nacional Autónoma de México. Una vez concluido el proceso de instrumentación se invitó a investigadores del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) y del Centro Nacional de Metrología (CENAM) para la divulgación de los resultados obtenidos.

A principios del siglo XX el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología de Estados Unidos (NIST) desarrolló el material para calibración de péndulos a nivel mundial, con el propósito de evaluar eventos de fracturas que se producían en los cascos de los barcos, además de evaluar la resistencia al impacto o colisiones de equipo bélico; en México el ININ fue el pionero al instrumentar un péndulo que satisficiera la necesidad de realizar pruebas en material testigo colocado dentro de la vasija del reactor de Laguna Verde, por lo que al instrumentar dicho péndulo se pudieron observar cambios de tenacidad a la fractura producto del envejecimiento y el daño por radiación.

El CENAM con la necesidad de producir materiales de referencia de dureza e impacto, también tiene la necesidad de instrumentar un péndulo para el desarrollo de estos materiales para fortalecer el sistema de metrología a nivel nacional, en la actualidad el CENAM lleva a cabo el proyecto de instrumentar y diseñar materiales de referencia de impacto.

La presente investigación ayuda a aumentar el conocimiento sobre la prueba de impacto instrumentado y entender el comportamiento mecánico del acero 4140 como candidato material de referencia a nivel nacional.

Actualmente para realizar pruebas de impacto Charpy instrumentado y con probetas subdimensionadas se emplea el ASTM E 2298 y E 2248 <sup>(1 y 2)</sup>. Dicha normatividad salió publicada en el 2009, cabe mencionar que las pruebas realizadas en la presente investigación cumplen con los requerimientos de dichas normas aunque fueron realizadas con anterioridad.

## **CAPÍTULO 2**

### **ANTECEDENTES**

Para iniciar el desarrollo de la siguiente investigación se realizó una revisión bibliográfica sobre la prueba de impacto, sobre los avances en la instrumentación y normatividad relacionada con dicha prueba, así como tres procesos que causan fragilización en aceros, los cuales se describen a continuación y son conocidos como fragilización por revenido, fragilización por hidrógeno y fragilización por radiación. Una vez obteniendo las condiciones de excitación, filtrado de señal y ganancia apropiada se obtuvieron las curvas de las diferentes pruebas de impacto. Cumpliendo con los requerimientos de la ASTM 2298-09, lo que implicó en su momento contar con un péndulo instrumentado capaz de realizar este tipo de mediciones.

#### **2.1 Estado del arte sobre la prueba de impacto y la prueba de impacto instrumentada**

Una prueba de impacto convencional nos indica la energía necesaria para que un material sea fracturado, la prueba se realiza de acuerdo con la norma ASTM E23 <sup>(3)</sup> y la energía de fractura se calcula a través de la pérdida de energía de un péndulo al impactar una probeta, el valor de la energía en Joules es leído en un indicador de carátula. Una prueba instrumentada provee gráficas carga contra tiempo, además de la energía absorbida, calculada a partir del área bajo la curva obtenida. La señal de salida de la celda de carga durante el impacto es registrada en un osciloscopio y representa el historial de carga contra tiempo del entalle en la probeta.

La prueba Charpy instrumentada permite determinar lo siguiente:

1. La energía asociada con la iniciación y propagación de la fractura.
2. La temperatura de transición dúctil-frágil o temperatura de fragilización.
3. El campo de esfuerzos dinámico.
4. El esfuerzo intrínseco de la fractura por clivaje.

5. La tenacidad a la fractura dinámica.
6. El desplazamiento de apertura de grieta crítica.
7. La velocidad de grieta.
8. Una medida indirecta de la superficie o apariencia de la fractura.

El uso de la instrumentación en una máquina de impacto Charpy permite monitorear analógicamente una respuesta de carga contra tiempo, mientras que en la probeta Charpy se presenta la deformación y la fractura. Entre las ventajas de la prueba Charpy instrumentada, podemos mencionar la obtención de información adicional mientras se mantiene un bajo costo, y la posibilidad de usar probetas subdimensionadas (especímenes pequeños).

Los requerimientos de instrumentación de un péndulo, la forma de las curvas para un acero, así como las relaciones entre la prueba de impacto y ecuaciones de mecánica de fractura se encuentran reportadas <sup>(4)</sup>. Lo más común para esta operación es usar galgas de deformación o “strain gages” en el martillo para sensar el comportamiento de carga contra tiempo del espécimen de prueba.

Los primeros indicios que se tienen de las galgas datan de mediados de 1830 y fue Charles Wheatstone quien hizo mención de ellos hasta 1843, en su primera publicación sobre el circuito puente de Wheatstone, que muestra el efecto del cambio de resistencia en un conductor eléctrico debido a efectos de esfuerzos mecánicos. William Thomson (1824-1905) y Lord Kelvin en 1892 presentaron un trabajo sobre strain gages publicado en 1856.

El cambio de resistencia de un alambre bajo tensión es muy pequeño, para sus mediciones Thomson usó galvanómetros altamente sensibles, muy útiles en aplicaciones técnicas o para uso en la industria, además éstos sólo son apropiados para mediciones de procesos estáticos. Con la llegada del amplificador electrónico se pudieron estudiar procesos dinámicos de deformación.

En Alemania las primeras investigaciones que explican el efecto fueron emprendidas por el Instituto de Investigaciones para la Aviación, se diseñaron pistas con películas de carbón para mediciones de esfuerzos; sin embargo, fueron de poco uso.

Durante 1938 en USA dos investigadores trabajaron simultáneamente pero por separado sobre la idea de usar el “Efecto de Thomson” para propósitos de medición, dichos estudios llevaron al desarrollo de las galgas o “strain gages” y subsecuentemente a aplicaciones diversas. Uno de ellos, Edward E. Simmons <sup>(5)</sup>, trabajó en California con un material entrelazado que introdujo dentro de un cilindro de metal e hizo un dispositivo eléctrico para medir la fuerza de impulso ejercida sobre un espécimen por una máquina de pruebas de impacto.

Arthur Claude Ruge <sup>(6)</sup> trabajó en la Facultad de Sismología para el Instituto de Tecnología de Massachussets, midiendo los esfuerzos derivados de las vibraciones de un terremoto sobre un modelo de un tanque de agua resistente a terremoto; los equipos de medición disponibles en aquel tiempo no podían ser usados sobre su modelo. En uno de sus últimos intentos, Ruge tomó una resistencia de alambre muy delgada, la introdujo en zig- zag sobre un pedazo de papel delgado y la unió a conectores de mayor diámetro, la pegó en una viga que al ser doblada comparó las mediciones con un dispositivo tradicional de medición de esfuerzos; encontró buena correlación con una función lineal entre el esfuerzo y los valores desplegados sobre el rango de medición, ya sea con valores positivos y negativos (tensión y compresión). Así se inventó la “resistencia eléctrica strain gage de malla”; este tipo de strain gages es el mismo que normalmente se utiliza hoy. En la figura 1 podemos observar algunos modelos utilizados en la actualidad, estos tienen diferentes dimensiones y diseño ya que son utilizados para diferentes tipos de análisis.



**Figura 1. Algunos modelos de galgas o strain gages que son utilizados en la actualidad.**

### **2.1.1. Registros históricos de la Prueba de Impacto Charpy**

Los primeros registros que se tienen sobre pruebas de impacto datan del año 1849, en el que se formó una comisión británica para el uso del hierro en la industria ferroviaria, la cual empezó a usar una aproximación a la prueba de impacto. Aparentemente las fallas estructurales en campo condujeron a algunos investigadores a especular sobre cómo afectan a los materiales las cargas de impacto y a diferenciarlas de las cargas estáticas, tales como esfuerzos de tensión o compresión aplicados lentamente.

En 1857, Rodman <sup>(7)</sup> produjo una máquina de caída libre (drop-weigh) para caracterizar el acero de armamento, y en los subsecuentes 30 años, su máquina fue ampliamente usada para caracterizar vías de ferrocarril y productos terminados como tuberías y ejes.

LeChatalier (1892) <sup>(8)</sup> introdujo el uso del entalle en las probetas, encontrando que algunos aceros mostraban un comportamiento dúctil en una barra rectangular, mientras que se mantenían con comportamiento frágil en probetas sin entalle.

En 1905 Charpy propuso el diseño de una máquina con diseño similar a los actuales y publicó las primeras referencias de las pruebas y método Charpy.

En 1923 un subcomité de la ASTM estableció un método de prueba estándar para pruebas del péndulo de impacto y en 1933 apareció publicado el “Método tentativo para pruebas de impacto de materiales metálicos” con la designación ASTM E 23-33T.

En la actualidad, la prueba de impacto Charpy se usa para determinar la energía de fractura principalmente en aceros a una temperatura de servicio, ésta no da números que puedan ser sustituidos en una ecuación de fractura, y tampoco proporciona información sobre predicciones del comportamiento del material. La prueba Charpy es un excelente medio para determinar diferencias relativas en la tenacidad a la fractura (energía de impacto) entre dos materiales diferentes o materiales con microestructura diferente, aunque esto es útil está limitado a materiales que tienen una razonable cantidad de tenacidad y en algunos casos se determina el comportamiento dúctil-frágil como una función de la temperatura; la prueba se realiza siguiendo la norma ASTM E23

Como se menciona, la prueba es muy antigua. El NIST ha mantenido un programa de calibración de péndulos a nivel mundial <sup>(9)</sup>; en México el CENAM se encuentra desarrollando materiales de referencia para impacto Charpy y en proceso para la instrumentación de los péndulos <sup>(10)</sup>.

### **2.1.2. Registros históricos sobre la Prueba de impacto Charpy instrumentada**

Los primeros registros sobre la instrumentación de un péndulo se obtuvieron mediante mediciones ópticas, se realizaron mediciones en el cambio de la velocidad del péndulo (F. Korber y A. Storp en 1926) <sup>(11)</sup>. Watanabe (1929) <sup>(12)</sup> usó cristales piezoeléctricos en el yunque para realizar mediciones de carga. Aproximadamente treinta años más tarde Tanaka y Umekawa (1958) <sup>(12)</sup> usaron cristales piezoeléctricos en el péndulo y una fotocelda para medir el desplazamiento. En el mismo año Ono <sup>(13)</sup> utilizó galgas (strain gages) como celda de carga en el yunque y concluyó que el estudio de la energía de iniciación y propagación de la grieta no se separan durante una prueba Charpy. B. Augland (1962) <sup>(14)</sup> analizó la energía absorbida durante la prueba y la relacionó con las mediciones convencionales del péndulo, todo esto con galgas en el yunque.

Cottrell <sup>(15)</sup> en el mismo año usó medidores piezoeléctricos en el péndulo, inició la cuantificación de tenacidad dinámica, usando la fórmula de flexión en tres puntos; sin embargo, los resultados de la prueba están principalmente arriba de la cedencia con apreciable deformación plástica. Tanaka y Nunomura <sup>(16)</sup> usaron medidores semiconductores en el péndulo para registrar la carga, ellos registraron el esfuerzo de fractura por la teoría de doblez simple y un factor de constricción plástica, este valor fue comparado con el esfuerzo de cedencia superior encontrado de las pruebas de tensión dinámica y usado para la temperatura de transición de fractura frágil. Hendricson y sus colaboradores <sup>(17)</sup> obtuvieron resultados parecidos sin elaborar cálculos de plasticidad. Grumbach <sup>(18)</sup> usando galgas en el péndulo comparó favorablemente mediciones de energía y notó una relación uno a uno entre la caída de la carga y el porcentaje de apariencia de cristalinidad. Un estudio reciente en aceros de bajo carbono compara factores de constricción y esfuerzo de clivaje crítico con valores predichos sobre un rango de temperatura y estudios del efecto de algunas variables metalúrgicas en el esfuerzo de clivaje.

La figura 2, ilustra esquemáticamente el comportamiento a la fractura como una función de la temperatura de un acero. La instrumentación permite observar varios estados en el proceso de fractura, que van desde una fractura frágil hasta una fractura dúctil, los cuales pueden identificarse claramente <sup>(19)</sup>.

El valor de energía,  $W_m$  se obtiene del área bajo la curva de carga contra tiempo a una carga máxima  $P_m$ , este valor de impulso es convertido a energía usando la segunda Ley de Newton, es decir, que la velocidad del péndulo decrece durante el proceso de deformación y fractura, la disminución de esta velocidad es proporcional a la carga instantánea en la probeta a un tiempo particular “ $t_i$ ”; la energía instantánea absorbida  $E_i$  se simplifica a:

$$\Delta E = E_a (1 - (E_a / 4E_o)) \quad (\text{Ecuación 1})$$

Donde:

$E_o$  es la energía cinética disponible en el péndulo.

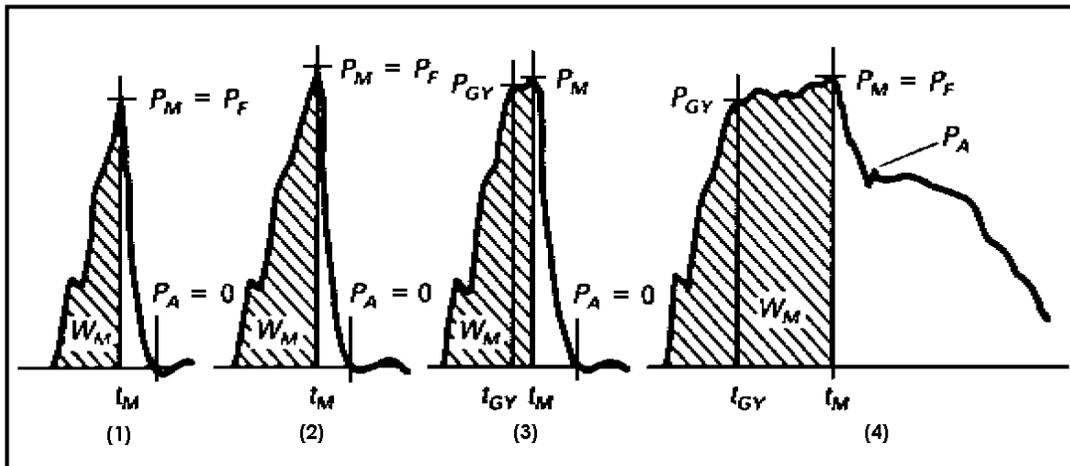
$V_o$  es la velocidad de impacto inicial.

$m$  es la masa efectiva del péndulo.

$P$  es la carga.

$$E_a = V_o \int P dt \quad (\text{Ecuación 2})$$

La habilidad para separar la energía absorbida total dentro de componentes requiere de información de la ganancia por instrumentación. Los diagramas de carga contra tiempo pueden ser contruidos para ilustrar varios estados del proceso de fractura indicando el modo de transición del comportamiento de fractura frágil a dúctil.



$P_M$  = Carga máxima

$P_{GY}$  = Cedencia general por carga

$P_F$  = Carga de fractura rápida (generalmente Clivaje)

$P_A$  = Carga de frenado después de la propagación de la fractura rápida

$T_M$  = Tiempo para la carga máxima

$T_{GY}$  = Tiempo para la cedencia general

$W_M$  = Energía absorbida a la carga máxima

Figura 2. Forma de las diferentes curvas de impacto instrumentado y su variación con la temperatura de las muestras.

### 2.1.3 Calibración del péndulo de impacto

La calibración de un péndulo de impacto se realiza con un lote de probetas Charpy como se muestra en la figura 3. Estas probetas poseen una energía de fractura conocida para verificar el rango de la escala del instrumento de 1 a 300 Joules (J). Los materiales de referencia desarrollados por el NIST los mostramos en la tabla 1.



Figura 3. Probetas de patrones de impacto NIST.

Tabla 1. Materiales de referencia para pruebas de impacto Charpy.

Energía adsorbida	SRMs 2092, 2096 y 2098	Servicios
Energía adsorbida	SRMs 2093 y 2097 en 2011	Auto verificación
Péndulo Instrumentado	SRMs 2112 y 2113 en 2010	Servicios

Otros materiales de referencia fueron desarrollados por la comunidad europea en el Institute for Reference Materials (IRMM) y son los siguientes:

CRM015 (60 J), CRM415 (160 J), FA013ba (30 J), FA015v (80 J), und FA016bax (120 J).

Podemos inferir que tenemos tres regiones de medición en el péndulo instrumentado que son las regiones de baja energía hasta 60 J, intermedia de 60J a 160 J y alta energía de 160 a 300J.

La norma ASTM E2298-09 presenta tres curvas características de estas regiones. Las cuales se presentan en la figura 4. Las curvas tipo A, se presentan cuando las grietas se propagan inestablemente y ocurre fractura frágil. Las curvas tipo B, muestran un tipo de propagación mixta de grieta es decir, se presenta propagación frágil y arresto o frenado de grieta. Para las curvas tipo C, solamente ocurre una propagación estable de la grieta y se presenta por fractura dúctil.

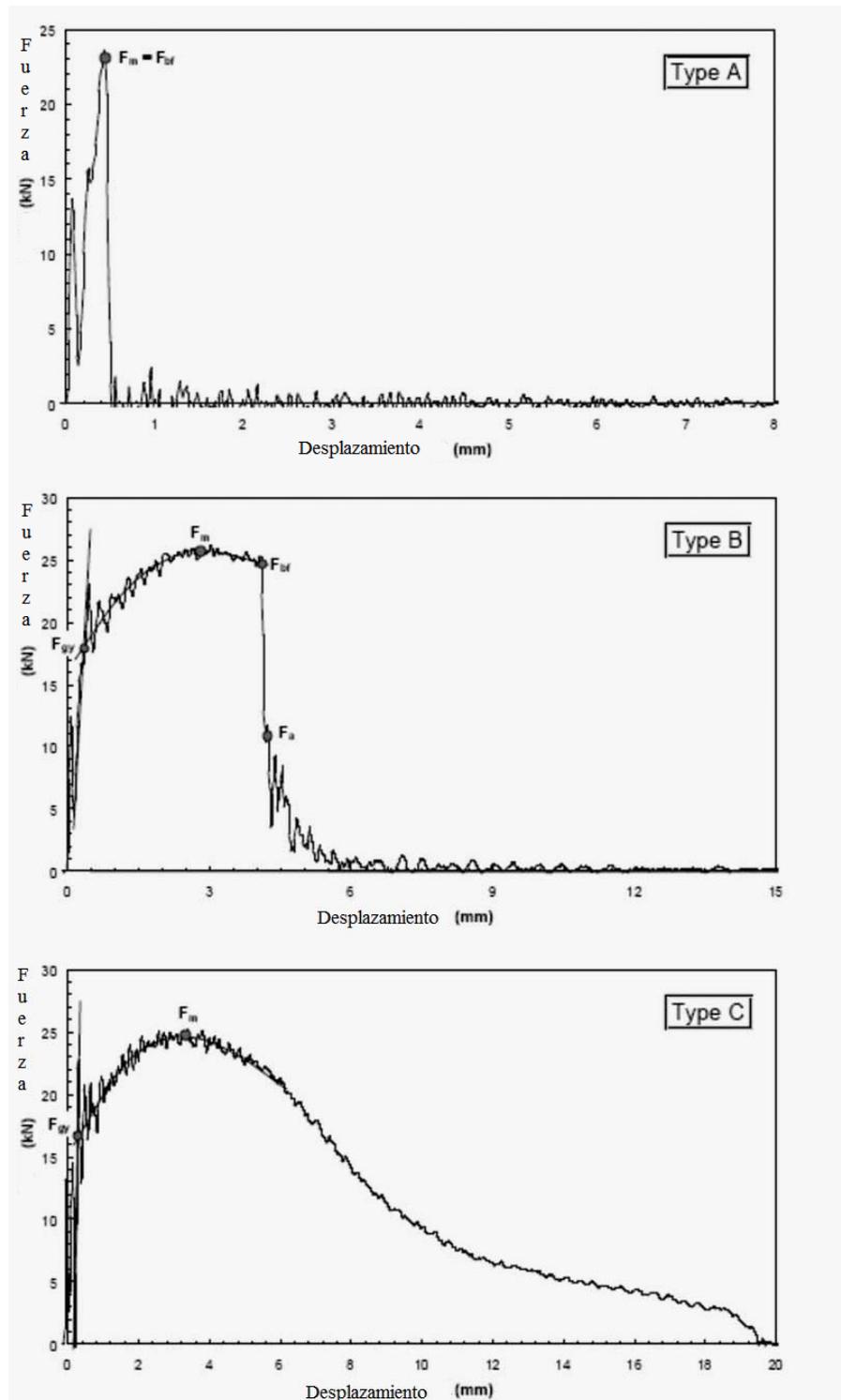


Figura 4. Tipos de curvas obtenidas con un péndulo instrumentado de probetas Charpy con diferentes grados de tenacidad.

#### **2.1.4. Fractura Dinámica**

La fractura dinámica se presenta bajo condiciones de rápida aplicación de una carga, producida por un impacto, ejemplos donde la fractura dinámica ocurre en estructuras ingenieriles son los siguientes:

- Tuberías de transmisión y distribución de gas,
- Tuberías en plantas nucleares,
- Recipientes a presión,
- Fracturas en piezas de aeronaves,
- Tanques criogénicos de almacenaje.

La mecánica de la fractura dinámica es una metodología para el estudio de la iniciación, el arresto y la propagación rápida de grietas, ésta constituye una tecnología clave para asegurar la integridad de estructuras ingenieriles. Esta tecnología es de gran importancia cuando el crecimiento rápido de la grieta, no puede excluirse completamente y las consecuencias del crecimiento de la grieta a gran escala serían severas para las estructuras <sup>(20)</sup>.

Por medio de la prueba Charpy instrumentada y la aplicación de la fractura dinámica, se obtienen registros de carga contra tiempo con los cuales, se puede evaluar el comportamiento a la fractura dinámica de los materiales, apoyados siempre en la observación y el análisis de la superficie de fractura del material, así como el cálculo de un factor de intensidad de esfuerzos dinámico, el cual se puede sustituir en ecuaciones de diseño, para predecir el comportamiento mecánico del material en condiciones de servicio. Dichas características están en función de la temperatura, la velocidad de aplicación de la carga y de las condiciones del ambiente.

El desarrollo de pruebas dinámicas en probetas con entalle simplifica el procedimiento experimental, reduciendo el tiempo y el costo de la prueba <sup>(21)</sup>.

### 2.1.5 Factor de intensidad de esfuerzo dinámico ( $K_{Id}$ )

El valor de  $K_{Id}$  caracteriza la resistencia de una material a la fractura en presencia de grieta aguda bajo condiciones tensiles severas, dicho valor representa el límite inferior de la tenacidad a la fractura de un material elástico lineal o frágil. Este valor puede ser usado para estimar la relación entre el esfuerzo de fractura y el tamaño del defecto para un material en servicio donde las condiciones de altos esfuerzos podrían estar presentes. Este valor puede ser usado en un cierto número de aplicaciones como:

- Evaluar los efectos de variables metalúrgicas como la composición o tratamiento térmico, o en operaciones de fabricación como lo es en soldadura o forja.
- En la caracterización de la tenacidad a la fractura de materiales nuevos (cerámicos) y ya existentes, que presentan un comportamiento frágil, donde el crecimiento de la grieta es de manera inestable y muy rápida (fractura por clivaje).
- En la evaluación en condiciones de servicio para establecer el material más adecuado para una aplicación específica.
- Para especificaciones de aceptación y control de calidad durante la manufactura.

Este método es válido si las probetas cumplen con las dimensiones mínimas para la prueba guardando una relación  $1 \leq W/B \leq 4$ , donde  $W$  es el ancho del espécimen y  $B$  es el espesor de la probeta y si los valores de  $P_Q$  y  $P_{max}$  guardan una relación de  $P_Q/P_{max}$  menor a 1.10, si la relación excede de 1.10 el método no es válido; los valores de  $K_{Id}$  son función tanto de la velocidad de la prueba como de la temperatura, así como del medio ambiente.  $K_{Id}$  se calcula siguiendo la norma ASTM A – 399 como se muestra en las ecuaciones 3 y 4 <sup>(22)</sup>.

$$K_{Id} = \left( \frac{P_Q S}{B W^{3/2}} \right) f \left( \frac{a}{W} \right) \quad \text{(Ecuación 3)}$$

Donde :

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \left( \frac{\left( 3 (\alpha)^{1/2} [1.99 - \alpha (1 - \alpha) (2.15 - 3.93 \alpha) + 2.7 \alpha^2] \right)}{2 \left( (1 + 2 \alpha) (1 - \alpha)^{3/2} \right)} \right) \quad (\text{Ecuación 4})$$

donde:  $\alpha = a/W$

### 2.1.6. J integral dinámica ( $J_{Id}$ )

La integral J es una expresión matemática de la integral de una línea o superficie usada para caracterizar el campo de esfuerzos local alrededor de una grieta. El objetivo del procedimiento de  $J_{Id}$  es el de determinar el valor de J cerca de la iniciación de la grieta, caracterizando la tenacidad de los materiales cerca de la extensión de la grieta.

La  $J_{Id}$  marca el inicio de la etapa donde el material desarrolla una resistencia al crecimiento de la grieta, este valor llega a ser una función de la velocidad de prueba en régimen dinámico. Este valor puede aplicarse:

- Como un criterio de la tenacidad a la fractura dúctil para evaluar los efectos de variables metalúrgicas, tratamientos térmicos y materiales soldados.
- Para evaluar la tenacidad a la fractura en una amplia gama de materiales de comportamiento dúctil, donde el crecimiento de la grieta es estable y lento (mecanismo de coalescencia de poros) sin embargo este método no es aplicable a materiales de muy alta tenacidad.

La  $J_{Id}$  se calcula siguiendo la norma ASTM E – 813, como se muestra en las ecuaciones 5 y 6 <sup>(23)</sup>.

$$J = \left( \frac{F U}{B (W - a)} \right) \quad (\text{Ecuación 5})$$

$$F = 2 - (0.3 - 0.7 x)(1 - x) - e^{(0.5 - 7x)} \quad (\text{Ecuación 6})$$

Donde:  $x = a / w$ .

Para el caso de materiales que presentan un modo mixto de fractura se ha creado una función denominada K(J), para poder determinar la tenacidad a la fractura dinámica, relacionando criterios de fractura lineal elástica y elasto-plástica como se indica en la ecuación 7 <sup>(24)</sup>.

$$K (J) = \sqrt{\left(\frac{J_{ld} E}{1 - \nu^2}\right)} \quad \text{(Ecuación 7)}$$

Donde:

E = módulo de elasticidad del material.

$\nu$  = módulo de Poisson.

### **2.1.7 Péndulo Instrumentado en el País**

En México, un grupo de investigadores empezó a trabajar en 1995 en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) en la instrumentación de un péndulo, empleando galgas de deformación <sup>(25)</sup>. En 1999 en el Instituto de Física de la UNAM se continuó el trabajo para instrumentar un péndulo, colocando sensores de diferente tipo. En el presente trabajo se describe el proceso de instrumentación del péndulo, se evalúa su funcionamiento y se presentan algunos resultados obtenidos en aleaciones metálicas. Actualmente el CENAM ya cuenta con un péndulo instrumentado y se encuentra en la etapa de desarrollo de materiales de referencia para la verificación de la prueba de impacto Charpy <sup>(10)</sup>.

## **2.2 El temple y revenido en el acero 4140**

Al realizar un temple en los aceros se forma el constituyente conocido como martensita, los aceros suelen quedar generalmente duros y frágiles para los usos que van a ser destinados. Estos inconvenientes se corrigen con otro tratamiento térmico el revenido, que es un tratamiento que consiste en calentar el acero a una temperatura más baja que su temperatura crítica inferior por un lapso determinado y luego enfriándolo generalmente al aire y otras veces en aceite o agua, según la composición. Después del temple, el acero está constituido por cristales de martensita, al aplicar el revenido se modifica inicialmente la estructura de la martensita en un rango de 150 a

700 ° C. El carbono saturado en la estructura es expulsado en forma de fases de carbono finamente divididas.

### **2.2.1 Descripción de la Martensita**

El nombre martensita fue originalmente usado para describir a los microconstituyentes duros encontrados en aceros templados, entonces desde que otros materiales han exhibido un tipo similar de transformación de fase en estado sólido, se conoce como transformación martensítica frecuentemente también se llama transformación de corte o desplazativa.

Como se conoce desde hace tiempo la transformación martensítica es adifusional es decir, sin difusión. Cuando una nueva fase se forma de una martensita madre, regiones discretas del sólido típicamente transforman a alta velocidad la cual es independiente de la temperatura. La frontera entre la martensita y la martensita madre están íntimamente relacionadas para que se de el proceso de crecimiento de la transformación, tal que la interfase es altamente deslizable y para experimentos a baja temperatura se conoce que no se requiere activación térmica para el movimiento.

Las interfases entre la martensita y la martensita madre pueden ser totalmente coherentes o semicoherentes, depende generalmente del material que sufre la transformación como un ejemplo en la transformación en aleaciones ferrosas la interfase es semicoherente y la martensita madre y los productos de la red son coherentes solamente sobre regiones locales de la frontera.

La transformación de hierro alfa a gama tiene lugar mediante un proceso de nucleación y crecimiento y depende del tiempo. Con un aumento adicional en la rapidez de enfriamiento, no hay tiempo suficiente para que el carbono se difunda en la solución y aunque tiene lugar algún movimiento en los átomos de hierro, la estructura no puede llegar a ser cúbica centrada en el cuerpo o BCC (Body Center Cubic) ya que el carbono está atrapado en la solución. La estructura

resultante llamada martensita es una solución sólida sobresaturada de carbono atrapado en una estructura tetragonal centrada en el cuerpo. Dos disminuciones de la celda unitaria son iguales pero la tercera está ligeramente extendida debido al carbono atrapado. La razón axial  $c/a$  aumenta con el contenido de carbono a un máximo de 1.08. La estructura cristalina es altamente distorsionada y es la principal razón para la dureza de la martensita.

### **2.2.2 Tratamiento térmico de temple y revenido de la martensita en aceros**

Según E. Scheil <sup>(26)</sup> la martensita de temple se forma a partir de una solución sólida intersticial en la que los átomos de carbono se encuentran en el centro de las aristas de la estructura BCC del hierro. La formación de la martensita se produce como una transformación por cizallamiento, donde la transformación no depende de la difusión y no necesita por ello tiempo de incubación alguno, esta solución forzada del carbono en el hierro se encuentra distendida tetragonalmente, conocida como martensita tetragonal. Al formarse la martensita, se cizallan generalmente regiones enteras de austenita, produciéndose el nuevo constituyente en forma de plaquitas, agujas y lanzas.

Los aceros con el temple quedan generalmente duros y frágiles para los usos que van a ser destinados, estos inconvenientes se corrigen como ya se mencionó con el revenido, que es un tratamiento que consiste en calentar el acero a una temperatura más baja que su temperatura crítica inferior por un tiempo establecido y luego enfriarlo al aire y otras veces en aceite o agua, según la composición. Después del temple el acero está constituido por cristales de martensita, al aplicar el revenido se modifica inicialmente la estructura de la martensita en un rango de 150 a 700 ° C. El carbono saturado en la estructura es expulsado en forma de fases de carbono finamente divididas.

El revenido genera una fina dispersión de carburos en una matriz de Fe y martensita, muchas veces es diferente a la martensita obtenida del temple. En muchos de los aceros la reacción de la martensita es completa y la austenita retenida durante el proceso de revenido tiende a modificarse en este proceso. Las propiedades de aceros revenidos son principalmente determinadas por el tamaño, forma, composición y distribución de los carburos formados; estos cambios en la microestructura usualmente disminuyen la dureza, la resistencia a la tensión y el esfuerzo de fluencia, pero incrementan la ductilidad y la tenacidad.

Los cambios observados con base en estudios de rayos X, dilatométricos y microestructurales, durante el proceso de revenido de la martensita muestran que el fenómeno tiene tres estados distintos:

Primera etapa. Se presenta de 100° C a 250° C se precipita un carburo de hierro épsilon, el contenido de carbono de la martensita disminuye en una cantidad importante, en esta etapa cambia de martensita tetragonal a martensita cúbica.

En la segunda etapa de 200 a 300 ° C, ocurre la transformación de austenita retenida a ferrita y cementita.

En la tercera etapa de 200 a 350 ° C, ocurre el remplazo del carburo épsilon por cementita (Fe<sub>3</sub>C).

Las variables asociadas con el revenido que afectan la microestructura y las propiedades mecánicas de un acero revenido incluyen:

- Temperatura de revenido.
- Tiempo de revenido.
- Velocidad de enfriamiento desde la temperatura de revenido.
- Composición del acero incluyendo el contenido de carbono, contenido de aleantes y contenido de elementos residuales.

La temperatura y el tiempo son variables interdependientes en el proceso de revenido, bajas temperaturas y tiempos largos pueden generalmente producir el mismo resultado que temperaturas altas y tiempos cortos, estos efectos se deben a la difusión del carbono y a los elementos aleantes proporcionando diferentes propiedades mecánicas en función de la temperatura y tiempo de revenido.

La velocidad de enfriamiento a partir de la temperatura de revenido afecta a la tenacidad del acero, altas velocidades de enfriamiento disminuyen la tenacidad <sup>(27)</sup>.

### **2.2.3 Fragilidad por revenido**

Cuando se efectúa el revenido de algunas clases de aceros en la zona de temperaturas comprendida entre los 250 ° C y 400 ° C aproximadamente, se ha observado experimentalmente que hay una ligera disminución de la tenacidad del material; esa fragilidad se inicia en los comienzos de la etapa dos del revenido y se presenta precisamente cuando la cementita forma una red o película que envuelve las agujas de martensita. La fragilidad es máxima cuanto mayor es la continuidad de esa red de cementita; en cambio a temperaturas más elevadas, al producirse la coalescencia de la cementita, tiende a desaparecer esa red y a aumentar la tenacidad <sup>(27)</sup>.

El mecanismo de activación de la fragilidad por revenido para este tipo de aceros es la precipitación de cementita en forma de placas alrededor de los bordes de las agujas de martensita y a la segregación de impurezas.

La fragilidad por revenido se detecta por un incremento en la temperatura de transición dúctil-frágil en una probeta Charpy con entalle. El incremento en la temperatura de transición debido a las condiciones del tratamiento térmico se acompaña de un cambio gradual en el modo de

fractura frágil, cambiando de superficies de fractura completamente transgranular a superficies de fractura completamente intergranular.

En la figura 5 se muestra el comportamiento de un acero con 0.4% C sometido a una prueba de impacto Charpy y se aprecia el fenómeno de fragilización por revenido.

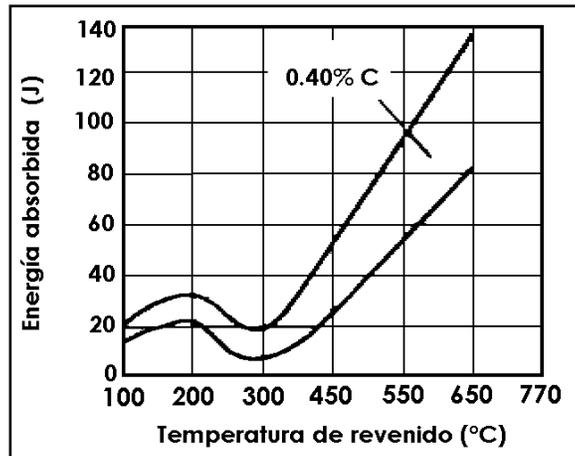


Figura 5. Valores de energía absorbida del acero 4140 a diferentes temperaturas de revenido.

La figura 6 muestra una gráfica de los valores de dureza Rockwell C para el acero UNS G41400 templado en aceite contra los valores de temperatura obtenidos bajo las condiciones de revenido aplicadas a nuestro acero.

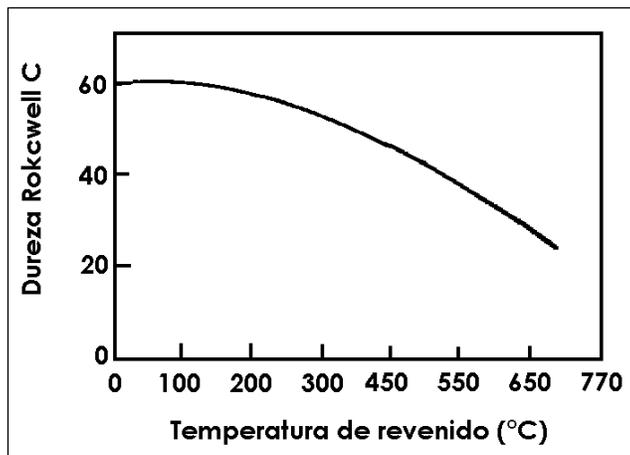


Fig. 6. Dureza del acero UNS G41400 templado en aceite y revenido a una hora.

### **2.3 Fragilización por hidrógeno**

Este es un término que en general puede definirse como un proceso de falla mecánico-ambiental, que resulta de la absorción de hidrógeno atómico dentro del acero, usualmente asociado con la combinación de esfuerzos residuales y/o externos de tensión. El hidrógeno tiene un efecto dañino sobre las propiedades mecánicas de muchos materiales tales como los aceros; el hidrógeno produce una severa reducción en la ductilidad y tenacidad del acero, la susceptibilidad de un acero a la fragilización por hidrógeno está influenciada por el nivel de resistencia mecánica, y el detalle microestructural. La fuente de hidrógeno es de menor importancia, aunque el cargado catódico proporciona una potente fuente de fragilización y un razonable aseguramiento de la susceptibilidad a la fragilización puede obtenerse por deformación en una atmósfera con hidrógeno.

La fragilización por hidrógeno de los aceros se clasifica en tres tipos principales <sup>(29 y 30)</sup>.

1. La acción fragilizante del hidrógeno se origina debido a la generación del mismo sobre la superficie como resultado de una reacción química; el hidrógeno formado puede generar desde pequeñas grietas hasta ampollas embebidas dentro del acero, o también por la formación de gas metano. Otro ejemplo donde la reacción química promueve la fragilización inducida por hidrógeno es la precipitación del hidrógeno como un hidruro con elementos formadores de hidruros tales como zirconio y tantalio.
2. La fragilización ambiental toma lugar en atmósferas que contienen hidrógeno a través de la adsorción de hidrógeno molecular sobre la superficie y su absorción dentro de la retícula después de la disociación en su forma atómica.
3. La fragilización por hidrógeno interno, en contraste, se lleva a cabo en la ausencia de una atmósfera de hidrógeno y es producida por el que ha entrado a la retícula durante el procesamiento o fabricación del acero. El hidrógeno habiendo entrado a la retícula del acero,

### **2.3.1 Mecanismos de fragilización por hidrógeno**

Las teorías para la fragilización por hidrógeno han mostrado que todavía ninguna de ellas, aún la más simple, puede explicar el fenómeno de la fragilización. En su lugar, parece que varios de los mecanismos específicos pueden actuar en serie como parte del proceso total de la fragilización, con la decohesión, que es una de las varias formas, teniendo un papel principal.

En esta sección se presentará una breve explicación del fenómeno de las principales teorías de la fragilización por hidrógeno.

### **2.3.2 Teoría de la presión**

Establece que a medida que el hidrógeno incrementa en concentración dentro de poros internos o fisuras genera una gran presión interna, la cual favorece el crecimiento de poros y la propagación de una grieta, este fenómeno se presenta por ejemplo, en la formación de ampollas (figura 7). Este tipo de daño se observa principalmente en aceros al carbón de baja resistencia y se presenta cuando el hidrógeno atómico absorbido por el metal se concentra y recombina en algún defecto microestructural de la red cercano a la superficie, incrementando la presión localmente en el defecto nucleado y extendiéndose la una grieta, la cual posteriormente tiende a abultarse en la superficie del metal de manera similar a una ampolla.

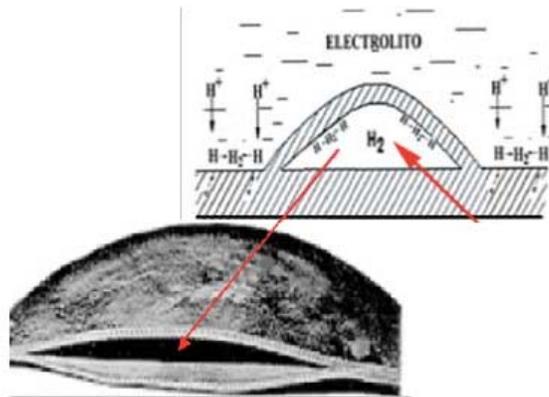


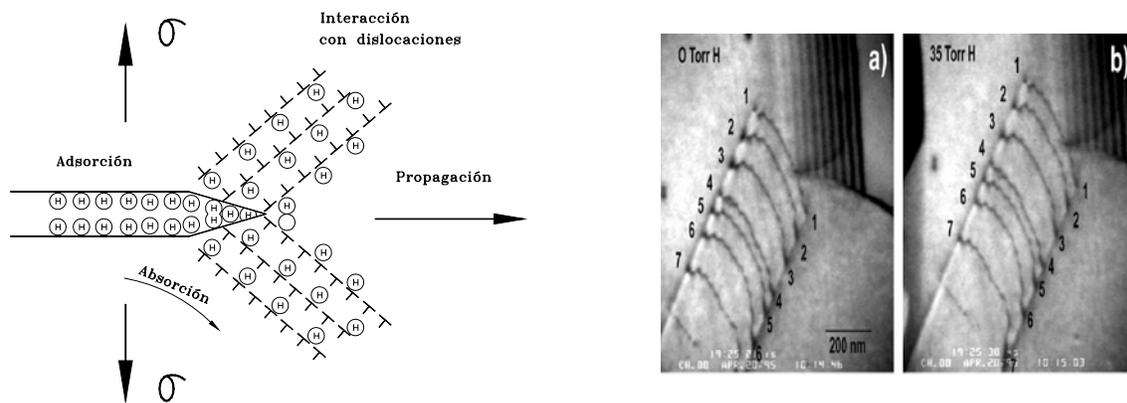
Figura 7. Se observa como el hidrógeno acumulado ejerce presión hasta formar una ampolla.

### 2.3.3 Energía superficial

Petch y Stables<sup>(31)</sup> proponen que el papel del hidrógeno es absorberse sobre las superficies libres creadas por la propagación de la grieta, por lo tanto se disminuye el trabajo para la fractura y se favorece el agrietamiento. El hidrógeno que se absorbe sobre las superficies libres disminuye la energía de superficie según el criterio de Griffith, el cual considera que el esfuerzo de fractura es proporcional a la raíz cuadrada de la energía de superficie favoreciendo la disminución de la energía de fractura.

### 2.3.4 Flujo plástico promovido

Sobre las bases de evidencia fractográfica para el flujo plástico, Beachem<sup>(32)</sup> propone que el efecto del hidrógeno es facilitar el movimiento de las dislocaciones. En esta teoría el hidrógeno adsorbido se incrementa en la superficie de la entalla o defecto, se difunde de forma asistida por las dislocaciones, a través de los planos de deslizamiento, lo cual provoca el debilitamiento de los enlaces y consecuentemente el avance de la grieta a niveles menores de energía.



**Figura 8.** Se presenta la evidencia de cómo el hidrógeno favorece el movimiento de las dislocaciones.

### 2.3.5 Modelo de transporte

Sugiere que si el hidrógeno causa nucleación de grietas internas, debe ser transportado a través de una solución fase, adsorberse, absorberse, transportarse internamente por difusión o movimiento de dislocaciones y alojarse en un sitio tal como una interfase interna donde produce la nucleación y/o crecimiento de una grieta <sup>(33)</sup>.

En materiales susceptibles al daño por hidrógeno la acumulación del hidrógeno en su interior es la causa de la nucleación de grietas internas, sin embargo para que el proceso de degradación ocurra es necesario que éste sea transportado desde la fase acuosa hasta los defectos microestructurales internos del material. Este transporte se lleva a cabo ya sea por difusión o por movimiento de dislocaciones. Cuando el hidrógeno es transportado desde una grieta o defecto superficial hasta los defectos internos del mismo, dicho transporte contribuye al llamado flujo plástico localizado.

### 2.3.6 Formación de hidruros

Este mecanismo de fragilización se presenta en materiales de alta resistencia como las aleaciones de titanio y circonio, las cuales son capaces de formar hidruros estables en las zonas de alta concentración de esfuerzos. La formación secuencial de hidruros (compuestos frágiles) estabilizados por el campo de esfuerzos hidrostáticos en la punta de la grieta provoca la extensión de ésta

Birnbaum<sup>(34)</sup> ha mostrado que metales de transición sufren fragilización por hidrógeno a través de un mecanismo de formación de un hidruro, propone que la secuencia es: formación del hidruro en la punta de la grieta, agrietamiento del hidruro, arresto de la grieta y deformación cuando la punta de la grieta alcanza la matriz; entonces la secuencia se repite.

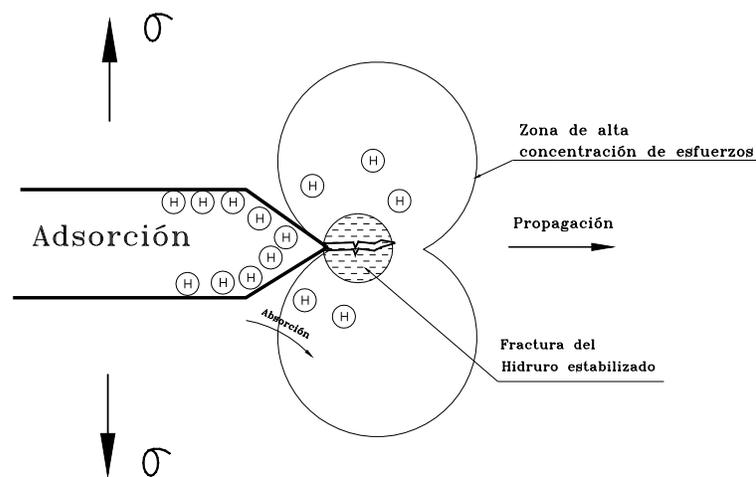


Figura 8. Propagación de una grieta a través de hidruros estabilizados.

### 2.3.7 Fractura inducida por hidrógeno

El hierro cargado con hidrógeno se fractura en un modo transgranular o intergranular. La grieta transgranular tiende a seguir los planos  $\{110\}$  o  $\{112\}$ <sup>(35)</sup>. Recientemente, se ha mostrado que las grietas se presentan por formación de poros y se interconectan a lo largo de las trazas de deslizamiento localizado<sup>(36)</sup>.

El agrietamiento intergranular en el hierro o en el acero se promueve por la presencia de P, S y otros metaloides e impurezas <sup>(37 y 38)</sup>. En aceros de alta resistencia, la fragilización por hidrógeno se caracteriza por la fractura retardada bajo carga sostenida <sup>(41)</sup> con un tiempo de incubación para la iniciación del agrietamiento, con reversibilidad del daño inducido, y con nucleación interna de grietas en modo I <sup>(39)</sup>.

En aceros de baja resistencia, el papel principal del hidrógeno es promover la formación y crecimiento de poros por decohesión en la interfase de partículas de carburo e inclusiones <sup>(40 y 41)</sup>.

En un caso, se encontró un efecto sustancial sobre el crecimiento de los poros, mientras que en otros, el principal efecto fue sobre la formación de los poros. Bajo condiciones de deformación plana el agrietamiento se inicia superficialmente y de naturaleza en modo II, siguiendo las características de trazas de deslizamiento de corte inestable <sup>(42)</sup>. En barras redondas con entalle o con estricción, el agrietamiento inicia internamente en modo I <sup>(43)</sup>.

Fractográficamente, la superficie de la grieta del hierro y aceros fragilizados por hidrógeno incluye formas de ruptura dúctil por poros, desgarramiento dúctil, cuasiclivaje y clivaje <sup>(44 y 45)</sup>.

## **2.4 Daño por radiación en aceros inoxidables**

Es conocido que el daño por radiación provoca pérdida de ductilidad en aceros estructurales <sup>(46)</sup>. Evaluar el grado de fragilización de los aceros que forman parte de los componentes estructurales de un reactor presenta un reto de ingeniería, ya que hay que usar los reactores para fragilizar muestras testigo *in situ* y muchas veces las muestras se tornan radioactivas. Una alternativa es usar un acelerador de partículas para implantar iones, estos iones se implantan en la superficie del material blanco, dependiendo de su peso atómico y de la densidad (material a estudiar) será el grado de daño o zona de penetración dañada. El estudio del daño por radiación por esta técnica, implica estudiar un fenómeno de superficie por lo cual una prueba mecánica convencional difícilmente mostraría un cambio en las probetas irradiadas. La cuantificación del

endurecimiento generado por la técnica de implantación de iones puede hacerse por nanoindentación o mediante prueba de indentación a velocidad de carga o de penetración constante <sup>(57)</sup>. Una forma de observar cómo y cuándo nuclea y propaga una grieta puede llevarse a cabo a través de pruebas en probetas tipo Charpy con entalle. Para este trabajo se realizaron pruebas de dobléz en tres puntos a velocidad de deformación constante y de Charpy con un péndulo instrumentado. Para tratar de explicar el grado de fragilización y el crecimiento de grietas dentro de la zona afectada por la irradiación (zona del entalle), se hicieron observaciones de microscopía electrónica de barrido de la región dañada conteniendo la grieta.

#### **2.4.1 Fragilización por irradiación en componentes metálicos de reactores nucleares**

Los aceros inoxidables austeníticos y ferríticos de la vasija de reactores constituyen el material estructural más dañado por irradiación neutrónica, aunque el daño que llegan a acumular es menor de 1 dpa <sup>(47)</sup>, el cambio correspondiente en propiedades mecánicas puede ser grande, el endurecimiento y la fragilización son las principales causas. La fragilización comúnmente se manifiesta en un incremento de la temperatura de transición dúctil-frágil y la forma de observar el cambio de la temperatura de transición es a través de una prueba de impacto Charpy tradicional comparándola con la de aceros no irradiados. La principal causa microscópica de la fragilización es el anclaje del movimiento de dislocaciones por centros de endurecimiento, dado por el cambio en la composición y estructura de las regiones interfaciales. Los centros de endurecimiento pueden incluir clusters, interacciones complejas entre el defecto e impureza y precipitación <sup>(48)</sup>.

Los materiales estructurales que componen el sistema de enfriamiento de agua del reactor poseen un tipo diferente de acero con respecto a la vasija, generalmente aceros inoxidables. Estos deben poseer excelente resistencia a la corrosión inducida por esfuerzos <sup>(49)</sup>.

### **2.4.2 Implantación de iones para simular daño por irradiación y cálculo de la dosis**

El daño por irradiación es una alteración local o de largo alcance que sufre el material en su estructura o composición durante la irradiación, este daño puede ser:

- a) Colisión nuclear primaria con el átomo del blanco. En esta etapa inicial, el ión entrante colisiona con un átomo del blanco y le transmite una energía cinética suficiente como para convertirse a su vez en un proyectil contra otros átomos del blanco.
- b) Formación de cascada. El átomo entrante y los nuevos proyectiles creados por éste en el interior del material van desplazando a sus vecinos en cadena a lo largo de las direcciones cristalográficas de tal modo que al principio queda una vacancia y al final un átomo intersticial. El proceso termina cuando la energía cinética de estos decae hasta la energía de enlace de los átomos del blanco, de este modo se crean las cascadas con vacancias en su interior y átomos intersticiales en sus orillas.
- c) Disipación de energía. Cuando la energía cinética de los proyectiles ya no es suficiente como para desprender a un átomo del blanco, las colisiones ahora sólo producirán desplazamiento de estos alrededor de sus posiciones de equilibrio, creándose así una vibración térmica. En esta etapa tienen lugar los procesos de difusión y las recombinaciones de vacancias con átomos intersticiales de configuraciones inestables.
- d) Formación de conglomerados. Cuando la cascada alcanza un equilibrio térmico y la temperatura es tal que permite aún la migración térmica de vacancias, átomos intersticiales y átomos de la red misma pueden originar defectos que van desde dislocaciones, poros, precipitados, etcétera <sup>(50)</sup>.

En este último punto encontramos dos de los fenómenos particulares que han sido estudiados ampliamente, estos son: el aumento de la difusión por irradiación (RED) y la segregación

inducida por irradiación (RIS), debido a que el coeficiente de difusión de átomos en aleaciones es proporcional a la concentración de defectos. Como ejemplo de RIS tenemos que la irradiación en un acero inoxidable austenítico aumenta la concentración de Cr hacia la frontera de grano causando la formación de precipitados ricos en cromo, esto provoca pérdida de resistencia a la corrosión por disminución del cromo en la matriz de los aceros, el mecanismo para mover al cromo hacia la frontera de grano es el efecto Kirkendall inverso <sup>(51)</sup>.

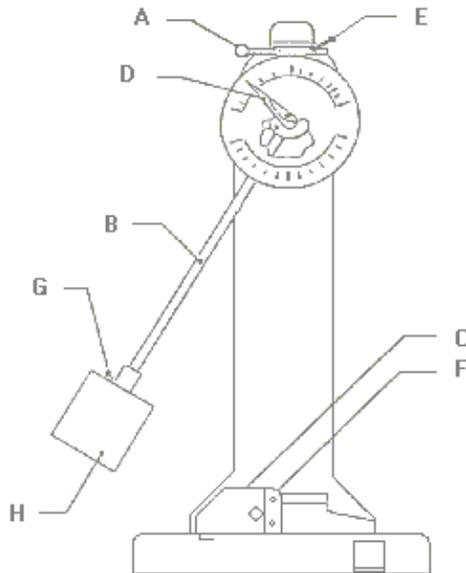
En la actualidad el uso de aceleradores de partículas permite realizar estudios de daño sin tener que recurrir a experimentos en el mismo reactor. La dosis provocada por las partículas puede ser evaluada independientemente del proyectil utilizado, muchos autores acostumbran dar sólo el flujo de partículas por unidad de tiempo para describir sus experimentos, sin embargo, el daño dependerá tanto de la naturaleza del proyectil como de los átomos y su densidad en el material del blanco. El daño por radiación ha sido estudiado usando una variedad de partículas como son neutrones, electrones, protones e iones pesados y diferentes energías. Esto plantea un problema en equivalencia de daño por radiación; la unidad básica de dosis para la radiación neutrónica es  $n/cm^2$  para algún umbral de energía. Para partículas cargadas éste es el tiempo integrado de la carga o la corriente  $Q/cm^2$ , comúnmente se reporta la dosis como dpa o el cociente de la dosis como dpa/s usando uno de varios modelos para determinar los dpa. El factor de cálculo equivalente para cuantificar la irradiación en materiales es el desplazamiento por átomo (dpa), es la unidad convencional para designar el daño por radiación en número de desplazamientos a partir de átomos desde sus posiciones normales dividido entre el número total de átomos en el material, así el dpa describe cuántas veces estadísticamente hablando, cada átomo de la red ha sido desplazado (arrancado) desde su posición de equilibrio <sup>(52)</sup>.

## CAPÍTULO 3

### EXPERIMENTACIÓN

#### 3.1. Instrumentación del péndulo marca SATEC modelo SI-1D3

Un péndulo es una máquina para realizar una prueba de impacto en materiales y, sus componentes se pueden observar en la figura 10.



**Figura 10. Diagrama de máquina pruebas de impacto SATEC modelo SI-1D3.**

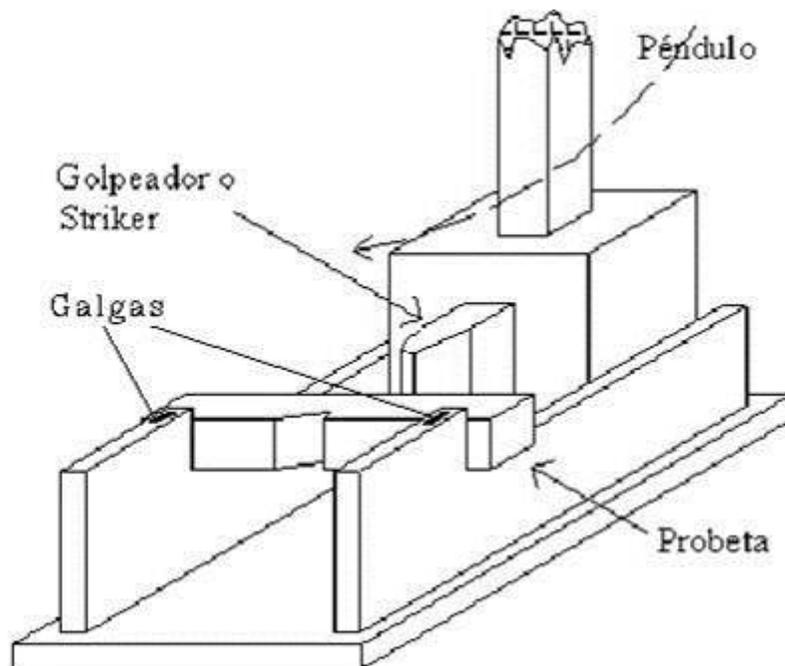
- A. Control de operación.
- B. Tubo del péndulo.
- C. Montaje del yunque.
- D. Aguja indicadora.
- E. Seguro del péndulo.
- F. Soporte de probetas Charpy.
- G. Tornillos retenedores del golpeador.
- H. Martillo.

La instrumentación consta de un sencillo y versátil sistema que se describe a continuación: un martillo instrumentado con tres galgas de 350 Ohms, un amplificador de señales, un disparador o trigger, una tarjeta de adquisición de la señal (Visual Scope).

Con esto se ha construido un prototipo instrumentado, lo cual permite hacer la evaluación de su funcionamiento con muestras de material conocido que presente diferentes grados de tenacidad.

La señal es generada por una galga de la marca VISUAL MEASUREMENT, utilizada para convertir los esfuerzos mecánicos debido al impacto en una señal eléctrica y balanceada por medio de un puente de Wheatstone. La galga está pegada en la parte inferior del golpeador (ver la figura 11), además se colocaron otras dos galgas adicionales en los soportes de las probetas.

La señal generada se registra en una tarjeta osciloscopio marca Keitlhey, utilizada para obtener una señal de salida digital. Antes del proceso de adquisición nuestra señal es procesada por un sistema acondicionador amplificador de señales donde pasa por varias etapas (puente de excitación, ganancia, filtrado) que adelante veremos con más detalle.



**Figura 11. Sistema de posicionamiento de la probeta.**

La figura 12 nos muestra las fases durante el rompimiento de la probeta en una prueba de impacto; se observa cómo la señal registrada por la galga es desplegada en forma de una gráfica. Los puntos marcados como 1, 2, 3, 4 y 5 se refieren a los diferentes eventos durante el rompimiento de la probeta.

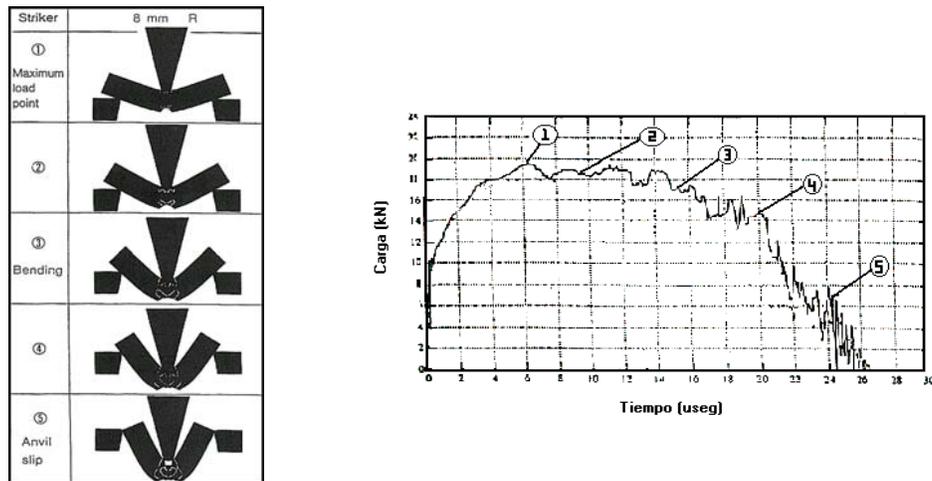


Figura 12. Gráfica de la prueba de impacto y sus eventos en la probeta.

### 3.2. Descripción de los sensores, componentes electrónicos y sistema de adquisición de datos

La galga de deformación, la cual es alimentada con un voltaje de 5 V, es el componente principal de la instrumentación, la salida de voltaje, el puente de Wheatstone y los filtros están incluidos en el acondicionador de señales. Se construyó un trigger o disparador externo para poder capturar todo el evento y se colocó una tarjeta osciloscopio en un PC para captura del evento y posterior análisis de los datos (figura 13).

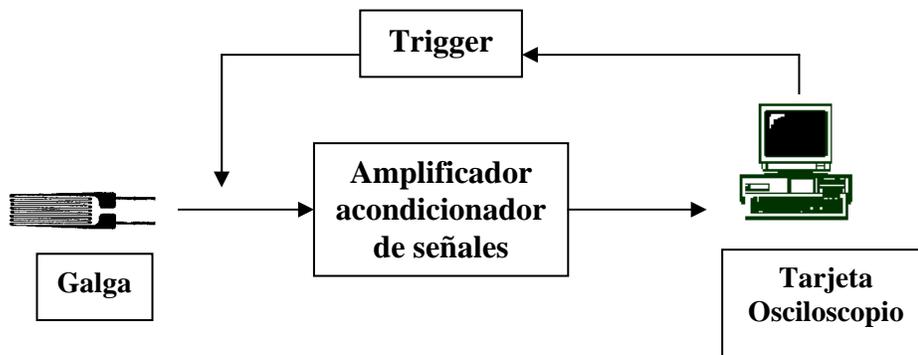


Figura 13. Esquema del sistema de impacto instrumentado.

### 3.2.1. Galga o strain gage

La galga o “strain-gage” es un dispositivo utilizado para convertir esfuerzos mecánicos en una señal eléctrica a través de una resistencia. El principio de trabajo del strain gage está basado sobre la relación del cociente entre la deformación y la resistencia de conductores eléctricos los cuales fueron descubiertos por Wheatstone y Thomson <sup>(53)</sup>.

En general, los conductores eléctricos cambian su resistencia con un esfuerzo mecánico provocado por una fuerza de compresión o tensión, el cambio de la resistencia se debe a la deformación del conductor y al cambio en la resistividad “Q” del material conductor como resultado de cambios microestructurales, este proceso está descrito por la siguiente relación:

$$\frac{dR}{R_0} = \underbrace{\varepsilon(1 + 2\nu)}_{\text{Porción Geométrica}} + \underbrace{\frac{dQ}{Q}}_{\text{Porción Microestructural}} \quad (\text{Ecuación 8})$$

Donde:

R= resistencia eléctrica

$\varepsilon$  =deformación

$\nu$  = razón de Poisson

Q= resistividad.

En la ecuación (8) se entiende que el cambio de resistencia de la galga tiene dos términos, el primero está asociado a la parte geométrica y el segundo a la parte microestructural. Dentro de la parte geométrica encontramos a  $\varepsilon$  (deformación), donde se define como el cociente de un cambio de longitud entre una longitud de referencia:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l} \quad (\text{Ecuación 9})$$

El factor de sensibilidad de deformación de la galga está expresado por el cociente del cambio relativo entre la resistencia y la deformación (ecuación 9) y se representa por el símbolo  $\kappa$  donde:

$$\kappa = \frac{\Delta R / R_0}{\Delta l / l_0} = \frac{\Delta R / R_0}{\varepsilon} \quad (\text{Ecuación 10})$$

El factor  $\kappa$  es un parámetro de proporcionalidad para completar la deformación de la galga, influenciado por la configuración de la rejilla de medición y la condición de transferencia de la deformación dentro de la rejilla de medición, esta  $\kappa$  usualmente es pequeña. El factor de deformación  $\kappa$  es determinado por el fabricante usando una prueba de muestreo del lote de producción de acuerdo a reglas estadísticas <sup>(54)</sup>.

Algunos valores promedios de factores de deformación se muestran en la tabla 2.

**Tabla 2. Algunos valores de “k” para diferentes materiales y su composición.**

<b>Material de la rejilla de medición (Nombre comercial)</b>	<b>Valores de Composición</b>	<b>Valor aproximado del factor de la galga ( <math>\kappa</math> ).</b>
<b>Constantan</b>	57 Cu, 43 Ni	2.05
<b>Karma</b>	73 Ni, 20 Cr, res. Fe +Al	2.1
<b>Nicromel V</b>	80 Ni, 20 Cr	2.2
<b>Platino Tungsteno</b>	92 Pt, 8 W	4.0

Por otra parte, para las galgas de deformación con una con malla de medición de Constantan se tienen características no lineales debido a que se encuentran en la región de grandes

deformaciones, superiores a 150, 000  $\mu\text{m}/\text{m}$ . La función obtenida es parabólica y puede ser aproximada bastante bien con una polinomial de la forma  $\epsilon^* = \epsilon + \epsilon^2$ .

Las mediciones de esfuerzo usando galga suponen que el esfuerzo sobre el objeto bajo investigación es transferido sin pérdidas a la galga, esto requiere de una fuerte unión entre la galga y el objeto; en la mayoría de los casos, las superficies abiertas de los objetos de medición son accesibles para medir, aunque pueden ser en cavidades internas tanto como fuera del objeto.

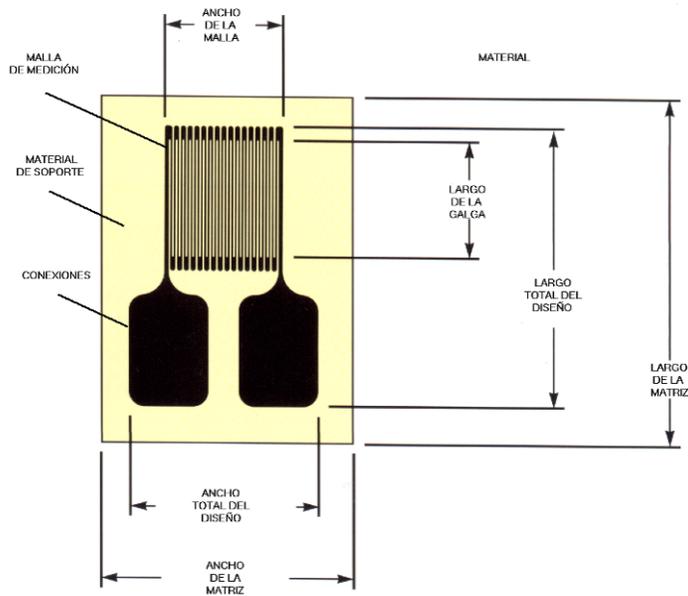
La galga consta de varias partes como lo podemos observar en la figura 14 y, también pueden observarse las diferentes dimensiones de una galga, éstas son importantes puesto que no todas las galgas son usadas para los mismos análisis.

El largo de la galga es una consideración importante para su selección y usualmente el primer parámetro que se debe definir, las dimensiones señaladas para el largo de la galga y el ancho de la malla se refieren a la zona efectiva de medición; el tamaño de la matriz representa las dimensiones aproximadas del material de soporte.

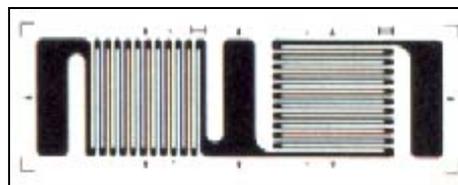
El tipo de galga utilizada para la instrumentación de la máquina de pruebas de impacto fue como el modelo que se muestra en la figura 15. Se seleccionó este modelo basándose en los resultados de la experiencia adquirida en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares.

Este modelo es de la marca Measurements Group, Inc. (MM), empleado para varios propósitos, pero comúnmente se usa en análisis de esfuerzos, el modelo consta de dos elementos ya que vienen dos galgas colocadas a  $90^\circ$  cada una, sus secciones tienen una conexión eléctrica común y tienen una resistencia de  $350 \Omega$ ; el material de la malla de medición es Constantan (57 Cu, 43 Ni), tiene un grueso de 0.03 mm, un ancho de 3.81 mm, un largo de 12.7 mm, y por último, el tamaño total de la matriz es de 15 mm x 5.3 mm.

Las mediciones de esfuerzo usando galgas suponen que el esfuerzo sobre el objeto bajo investigación es transferido sin pérdidas a la galga, esto requiere de una fuerte unión entre ésta y el objeto; en la mayoría de los casos, las superficies abiertas de los objetos de medición son accesibles para medir, aunque pueden ser en cavidades internas y fuera del objeto.

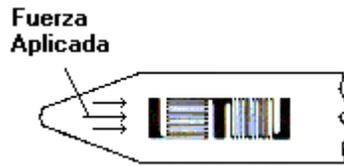


**Figura 14. Componentes de una galga.**



**Figura 15. Galga modelo EA-06-125TG-350.**

Las galgas están colocadas una en la parte inferior del golpeador (ver figura 16) y las otras dos en los soportes de las probetas.



**Figura 16. Ilustración de la parte inferior del golpeador donde está pegada una de las galgas.**

Por último, la parte de las galgas que utilizamos para medir la fuerza aplicada es la que tiene la malla horizontal; por otro lado, la galga con la malla en forma vertical se utilizó para verificar su alineación.

### **3.2.2. Instalación de las galgas**

Para la instalación se utilizó el kit de aplicación GAK-2-200 de la marca Micro Measurements (MM), éste incluye todos los suplementos y herramientas especiales para su instalación que consta de:

- Una cinta adhesiva M-Bond 200.
- Un desengrasante en spray CSM-1.
- Una botella de acondicionador A MCA-1.
- Una botella de neutralizador 5A MN5A.
- Un rollo de lija 220 SCP-1 (30m).
- Un rollo de lija 320 SCP-2 (30m).
- Un rollo de lija 400 SCP-3 (30m).
- Un paquete de cotonetes GSP-1.
- Un paquete de tela de algodón GSP-1.
- Un rollo de soldadura 361A-20R-25 (7.6m).
- Una botella de solvente (30ml).

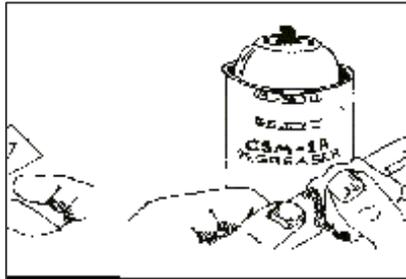
- Una caja de terminales CPF-AST.
- Cable 326-DFV (30m).
- Una botella de recubrimiento (30ml).
- 20 cm<sup>2</sup> de hule grueso.

Además, se utilizó el kit de adhesivos M-BOND 610 de marca Micro Measurements (MM), que consta de dos componentes el solvente y el epóxico fenólico que crea un adhesivo para aplicaciones de alta calidad, incluso para transductores de alta precisión. El paquete contiene:

- 4 botellas de 11g (agente de curación).
- 4 botellas de 14g (resina).
- 4 brochas.
- 4 embudos mezcladores.

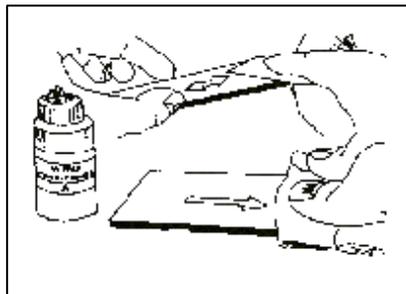
A continuación se muestran los pasos básicos para el pegado de las galgas, consisten en:

Esquema.1.



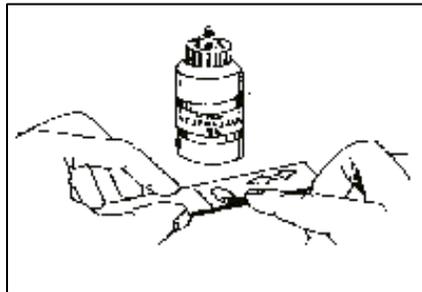
1. Desengrasar completamente el área donde se va a colocar la galga con algún tipo de solvente (ver Esquema 1).

Esquema 2.



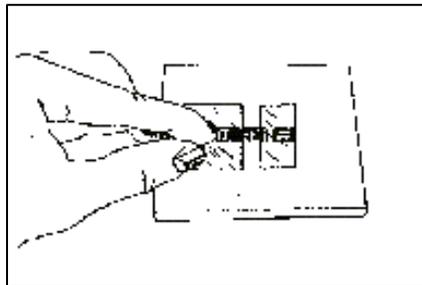
2. El área de trabajo se limpia con la lija del 220 ó 320, según el estado de oxidación. Para terminar, se limpia la superficie con la lija de 320 ó 400, según haya sido el caso. La limpieza con la lija se debe hacer en la misma dirección en la que se irá colocado la galga; una vez limpiada, se aplica el acondicionador con una tela de algodón (Esquema 2).

Esquema 3.



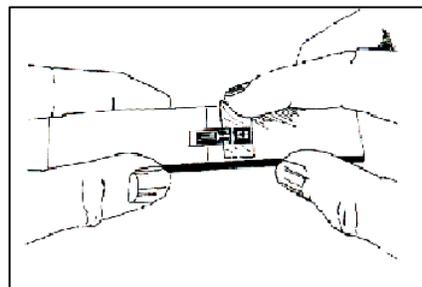
3. Posteriormente, se aplica el neutralizador en la superficie de trabajo y después se talla la misma con un cotonete, una vez hecho esto se espera hasta que seque (ver Esquema 3).

Esquema 4.



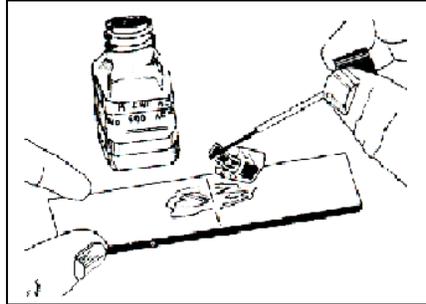
4. Se remueve la galga de su envoltura, teniendo cuidado de que su parte inferior no se exponga a grasa o sudor de las manos. Se coloca la galga y las terminales en cinta adhesiva como se observa en el Esquema 4.

Esquema 5.



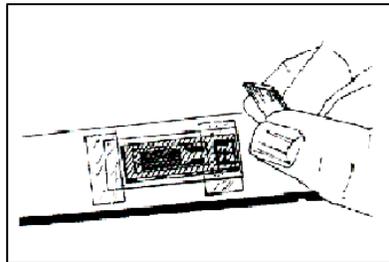
5. En la superficie donde se va a pegar la galga se pone una marca, para tener certeza de que estará bien alineada al momento de fijarla (ver Esquema 5).

Esquema 6.



6. Cuidadosamente, después de hacer la mezcla para el pegamento de acuerdo al manual de adhesivos M-BOND 610<sup>(67)</sup> se procede a aplicar el mismo en las terminales y la superficie donde se instalarán, se aplica con las brochas que contiene el kit para adhesivos antes mencionado (ver Esquema 6). Una vez hecho esto, se procede a pegar la galga en la superficie a instalar ayudándose con la cinta adhesiva del paso 4.

Esquema7.



7. Una vez pegada la galga y sus terminales, se coloca un pedazo de hule grueso de modo que los cubra completamente y se coloca encima para después ejercer presión sobre él (ya sea con unas pinzas si es que el lugar de instalación se presta o en otro caso se coloca algo pesado) para que haya una mejor adhesión con la superficie (ver Esquema 7), una vez realizado esto se dejan pasar 24 horas para después quitar lo que estaba ejerciendo presión.

- Después de ejecutar el paso 7 se procede a aplicar una capa de glicerina muy fina en la parte de la galga solamente y se deja secar por 24 horas para después comenzar a soldar las terminales a las conexiones necesarias.

### 3.2.3. Disparador o trigger

Existe un disparador (trigger) para obtener la señal dentro de nuestra ventana de exploración, el disparador consta de un circuito en serie, de una resistencia y una fotorresistencia que están excitadas con una fuente de voltaje de DC. La fotorresistencia es un componente cuya magnitud óhmica depende de la luz, es decir, que presenta una menor oposición al paso de la corriente eléctrica al incidir una mayor luminosidad sobre la sustancia resistiva <sup>(56)</sup>.

Tenemos un láser que al hacer incidir su haz en la fotorresistencia hace variar su resistencia y por lo tanto, el voltaje en la resistencia que está conectada en serie, dicho voltaje es censado con la salida del disparador donde a cierto nivel de voltaje se acciona y al mismo tiempo la salida de la tarjeta Visual-Scope. El diagrama del circuito disparador se observa en la figura 17.

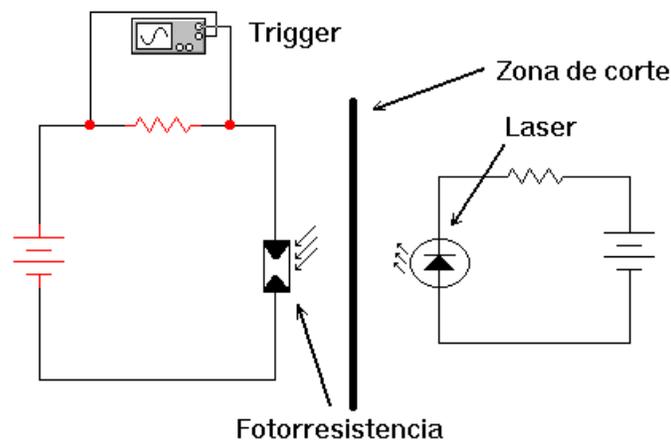


Figura 17. Circuito del disparador del inicio del evento en la prueba de impacto.

### 3.2.4. Tarjeta Osciloscopio

Esta tarjeta, también llamada Visual-Scope, es un instrumento de aplicación virtual fácil de usar programado para Microsoft Windows 3.1 o versiones superiores; se combina con un hardware llamado Pcip-Scope, Visual-Scope, transforma nuestra PC a una completo osciloscopio con almacenamiento digital y características dedicadas a osciloscopios. Los controles que despliega Visual-Scope y las operaciones que fielmente emula de los osciloscopios tienen ventajas sobre otros instrumentos anteriores y minimizan el tiempo requerido de aprendizaje para que nosotros utilicemos un osciloscopio basado en una PC.

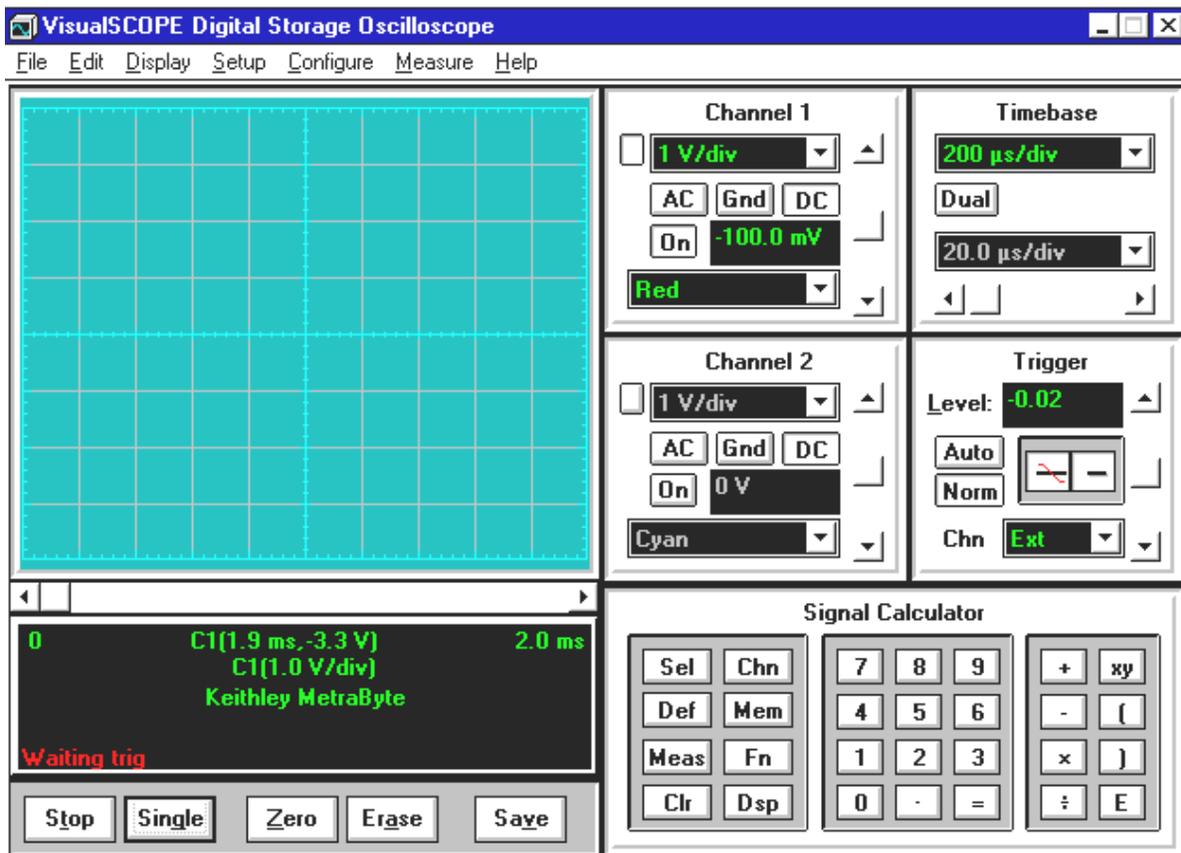


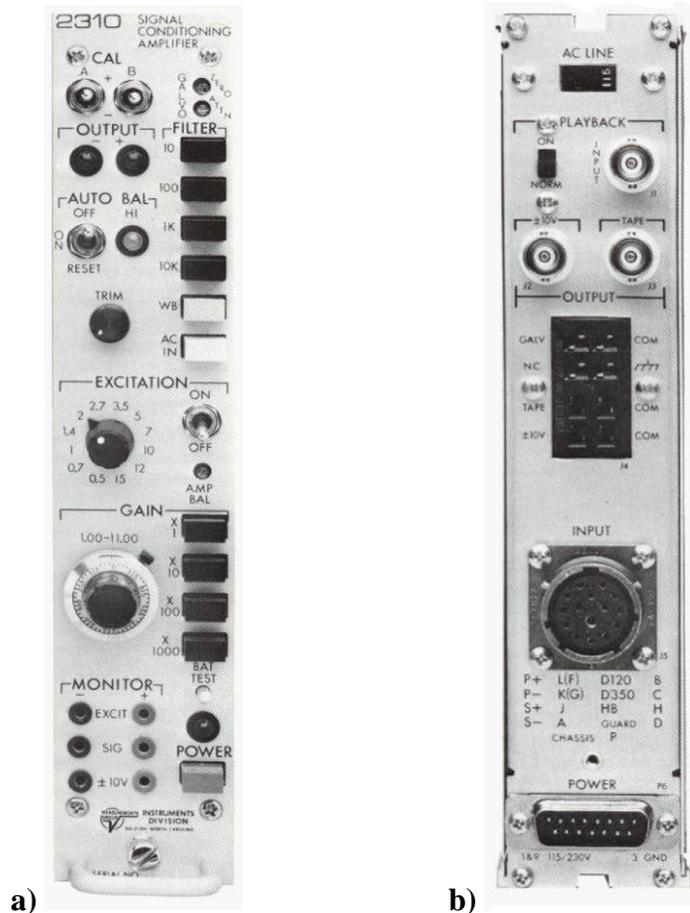
Figura 18. Ventana de Visual-Scope.

Visual-Scope soporta dos canales de entrada analógicos, cuatro canales para desplegar señal y un display alfanumérico; se pueden variar medidas de tiempo, amplitud y frecuencia sobre las señales utilizando el cursor en manual o automático; con el calculador de señal se pueden salvar señales en memorias, calcular funciones sobre las señales de entrada, o habilitar medidas automáticas sobre datos obtenidos. Visual-Scope tiene 14 mediciones automáticas a elegir; se pueden adquirir datos de formas de onda en disco, copiarlo a Windows Clipboard, o transferirlos a otras aplicaciones utilizando Dynamic Data Exchange (DDE). Puede observarse una ventana de Visual-Scope en la figura 18.

Características del Osciloscopio:

- Tiene 2 Canales de entrada análogos.
- Cuenta con 1 Canal de disparo externo.
- 10 Mhz de banda ancha.
- 20 Mhz de velocidad de muestreo.
- 2 ns de tiempo de muestreo para formas de onda repetitivas.
- 8-bits de resolución vertical.
- 2048 muestras en el modo de canal sencillo.
- 1048 muestras en el modo de canal doble.

### 3.2.5. Amplificador acondicionador de señales



**Figura 19.** Las ilustraciones a) y b) nos muestran el panel frontal y trasero del acondicionador amplificador de señales marca VISHAY modelo 2310.

Incluye un sistema versátil multicanales para acondicionar y amplificar señales de nivel bajo de galgas, para desplegar o grabar sobre equipo externo; cada acondicionador consta internamente de varias fases de acondicionamiento, una mejor visión de estas fases la podemos observar en la figura 19. Cuando se utilizan varios amplificadores, cada amplificador acondicionador de señales 2310 es alimentado por separado y son eléctricamente aislados de todos los otros (pueden ser alimentados con líneas aparte), normalmente son insertados dentro de racks. En la figura 20 se muestra un diagrama de bloques de los componentes del acondicionador de señales.

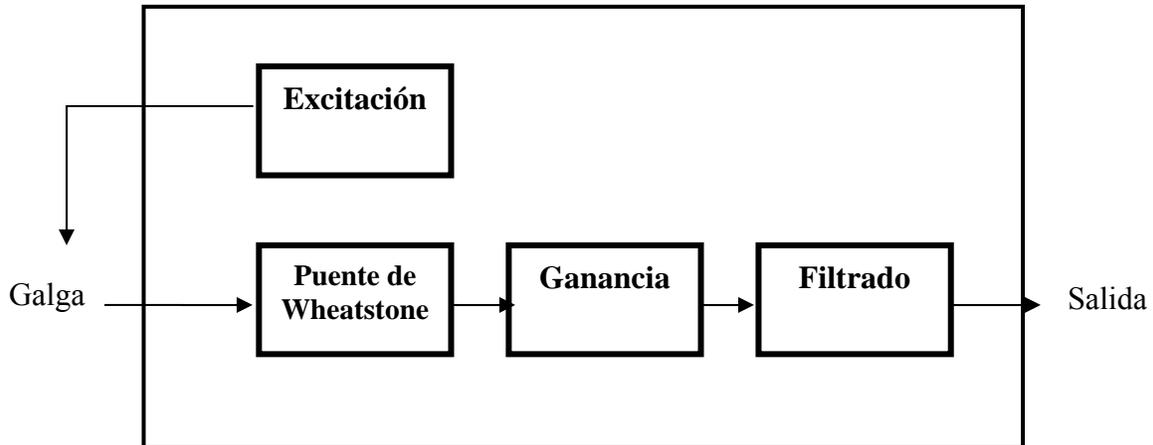


Figura 20. Diagrama de bloques del acondicionador amplificador de señales.

### 2.2.6. Excitación

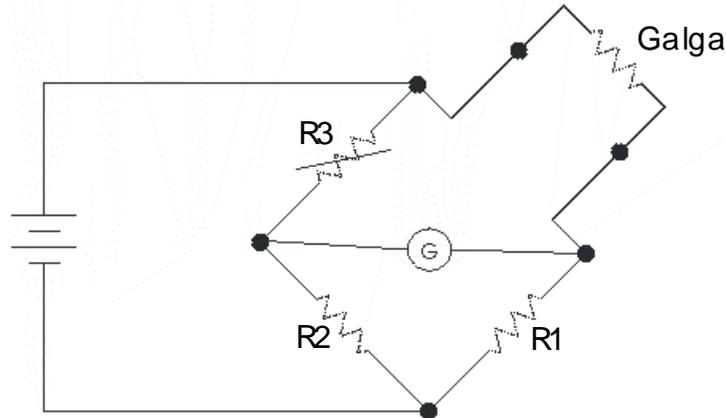
Para escoger la excitación del puente existe un switch de selección donde se puede elegir el nivel de excitación deseado. En análisis de esfuerzo siempre es recomendable una alta excitación ya que la galga puede tolerarla bajo las condiciones de prueba (galgas de  $350 \Omega$  o mayores), sin embargo, usualmente para transductores comerciales los fabricantes especifican la excitación que debe de tener el puente. Para nuestros fines de estudio se tomó la excitación de 5 volts.

### 3.2.7. Puente de Wheatstone

Cada modelo amplificador 2310 incorpora precisión, alta estabilidad en las resistencias del puente completo (Puente de Wheatstone) y cuatro perillas de calibración de resistencias. El Puente de Wheatstone puede ser usado en varias formas para medir resistencias eléctricas:

- Para la determinación de valores absolutos de resistencia por comparación con una resistencia conocida.
- Para la determinación de cambios relativos en una resistencia.

Existen varias configuraciones del puente, entre las que podemos mencionar:  $\frac{1}{2}$  puente,  $\frac{1}{4}$  de puente y puente completo. Para nuestro estudio utilizamos el  $\frac{1}{4}$  de puente. A continuación haremos un análisis de éste, ya que ello nos ayudará a comprender mejor el funcionamiento de nuestro sistema (figura 21).



**Figura 21. Circuito del puente de Wheatstone (configuración  $\frac{1}{4}$  de puente).**

El circuito comprende dos resistores fijos ( $R_1$  y  $R_2$ ); un resistor variable ( $R_3$ ); una resistencia desconocida (la galga); una fuente de tensión y un galvanómetro. El dispositivo en la rama central es el galvanómetro, que es esencialmente un instrumento cuyo mecanismo se desvía a consecuencia de la corriente que pasa sobre él, este tipo de instrumento está proyectado de modo que su posición de corriente nula está en el centro y una corriente en cualquier sentido producirá una desviación en el mismo sentido <sup>(55)</sup>. La galga es conectada como se muestra en el circuito y entonces se ajusta  $R_3$  hasta que no hay corriente en el galvanómetro (moviendo el botón de Trim), en este punto se dice que el puente está balanceado. Bajo esta condición balanceada  $I_G = 0$ , y de aquí la Ley de corrientes de Kirchoff aplicada a los nodos centrales del puente da:

$$I_1 = I_3$$

$$I_2 = I_x$$

Además como  $I_G = 0$ , no hay caída de voltaje a través del galvanómetro y, por tanto, la Ley de voltajes de Kirchoff requiere que:

$$I_1 R_1 = I_2 R_2$$

$$I_3 R_3 = I_G R_G$$

Dividiendo una entre la otra y considerando el hecho de que  $I_1 = I_3$  e  $I_2 = I_G$ , se obtiene la relación

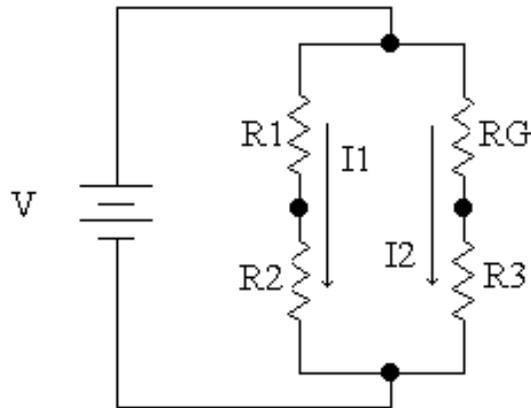
$$\frac{R_1}{R_3} = \frac{R_2}{R_G} \quad (\text{Ecuación 11})$$

Por lo que:

$$R_G = \left( \frac{R_2}{R_1} \right) R_3 \quad (\text{Ecuación 12})$$

Esto posibilita observar los cambios de resistencia en los strain-gages, los cuales son usualmente alrededor del orden de  $10^{-4}$  a  $10^{-2} \Omega$  para ser medidos con gran exactitud.

Existe un inconveniente en esta configuración, ya que la salida del puente de Wheatstone no es lineal cuando se usa solamente un brazo activo, a continuación se da una breve explicación del porqué la no-linealidad.



**Figura 22. Circuito Puente de Wheatstone.**

De la figura 22, si suponemos que  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  tienen el mismo valor, y  $R_G$  es variable (debido a la deformación de la galga) nos podemos percatar que el circuito puente se puede analizar en dos mallas independientes, una donde circula  $I_1$  y la otra donde circula  $I_2$ . Si la malla donde circula  $I_1$  la podemos tomar como una constante debido a que en la malla no existe algún cambio de resistencia ni de corriente, y por lo tanto ni de caída de potencial a comparación de la otra malla donde está  $R_G$ .

Por lo tanto, si analizamos el paso de corriente en la malla de observación (en donde está  $R_G$ ) obtenemos la corriente en esa malla ( $I_2$ ):

$$I_2 = \frac{v}{R_G + R_3}. \quad \text{(Ecuación 13)}$$

Ahora, obtenemos el voltaje en  $R_G$  y obtenemos la siguiente expresión:

$$V_G = I_2 R_G \dots \dots \dots \text{(Ecuación 14)}$$

Si sustituimos (13) en (14) obtenemos.

$$V_G = \frac{v}{R_G + R_3} (R_G) \dots \quad (\text{Ecuación 15})$$

Si dividimos (15) entre  $R_3$  obtenemos:

$$V_G = \left( \frac{\frac{R_G}{R_3}}{\frac{R_G}{R_3} + 1} \right) v \quad (\text{Ecuación 16})$$

Si hacemos un cambio de variable:

$$V_G = \left( \frac{x}{x+1} \right) v \quad (\text{Ecuación 17})$$

Ahora, si aplicamos series de Taylor obtenemos esta expresión:

$$V_G = vx - vx^2 + vx^3 - vx^4 + vx^5$$

En conclusión, podemos decir que si desarrollamos la expresión por series de Taylor podemos obtener una ecuación polinomial como la del ajuste obtenido por Microcal Origin.

### 3.2.8. Filtrado

El acondicionador está provisto con filtros activos de dos polos con características Butherworth, teniendo altas frecuencias de corte a las siguientes frecuencias: 10, 100, 1000, 10 000 Hz.

Asimismo, tiene las siguientes posibles modificaciones:

- a) Cambiar a una o más frecuencias de selección.
- b) Incrementar a 4 o 6 polos.

Una de las razones por las cuales se utilizan los filtros con características Butherworth es que su caída de corte es mucho más cerrada ( $F_{co}$  en las curvas) y simultáneamente utiliza ganancia.

### 3.2.9. Ganancia

Los controles de ganancia están en una perilla donde se puede ajustar entre 1.000 y 11.000, estos valores son multiplicados cuando se aprietan los botones de X1, X10, etcétera.

El usuario debe estar consciente que el sistema de ganancia es el producto del puente de excitación y la ganancia de amplificación, esto es que siempre es recomendable operar el puente de excitación a un nivel alto y una ganancia de amplificación mínima, de tal manera que minimizará la amplificación de pequeños ruidos que están siempre presentes.

### 3.3. Calibración de la galga

La deformación de la galga se calibró colocando la celda de carga en una máquina de tensión-compresión marca Shimadzu; se aplicó carga en incrementos de 0.1kN hasta 2.5kN, y otra de 2.5 kN a 20kN consiguiendo una señal de salida en un voltímetro (Keithley, 196 System de 8 dígitos) donde obtuvimos dos series de datos que se analizaron con EXCEL utilizándolo para ajustar a varias ecuaciones. En la figura 23 se pueden observar los datos experimentales de carga contra el voltaje de salida de la galga dicho voltaje va de 0V a 10 V.

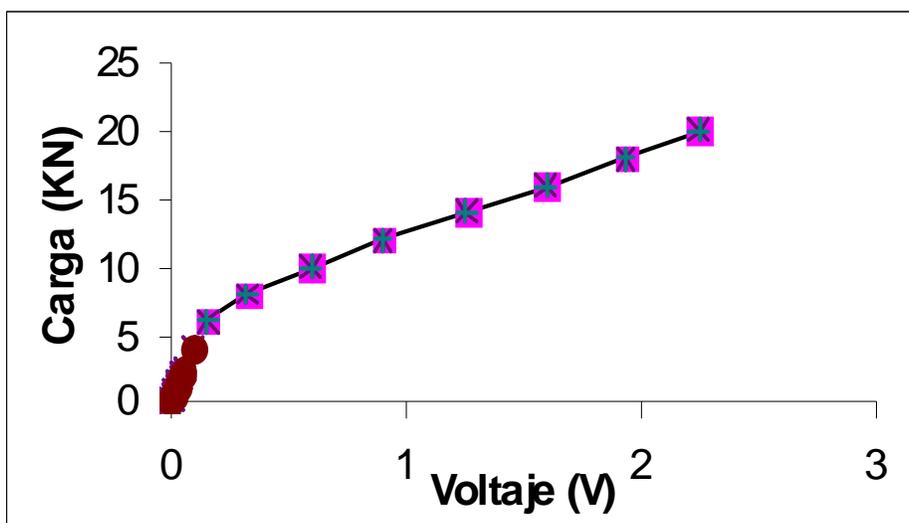


Figura 23. Carga contra voltaje de la galga.

### 3.4 Experimentación para la fragilización por revenido

#### 3.4.1. Caracterización microestructural en condiciones de recibido

Para analizar la microestructura del acero en condición de recibido se empleó el diagrama tiempo – temperatura – transformación (TTT) del acero UNS G41400. El uso del diagrama indica el tiempo y temperatura para cada tratamiento, observándose las diferentes zonas de transformación de la microestructuras que experimenta el acero durante los mismos (Figura 24).

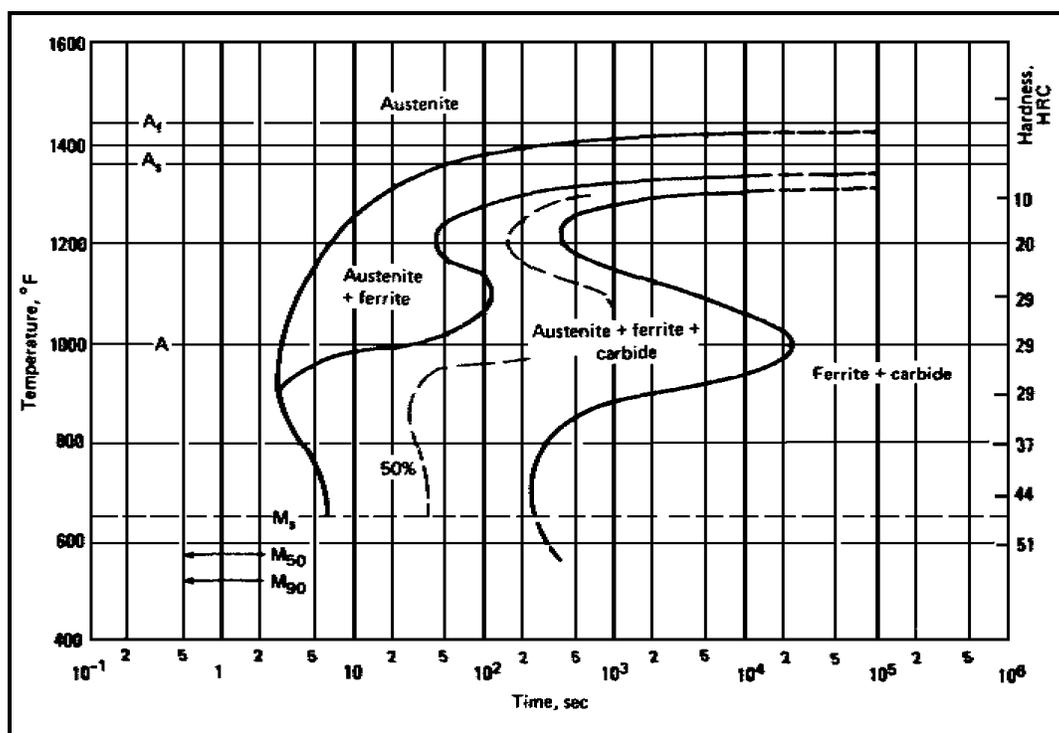


Figura 24. Diagrama TTT del acero UNS G41400.

El material empleado fue un acero UNS G41400 en forma de placa 12.7 mm de espesor, con la siguiente composición química nominal y las consecuentes propiedades mecánicas, mostradas en las Tablas 3 y 4, respectivamente:

**Tabla 3. Composición química nominal del acero UNS G41400.**

% C	% Mn	% P Max	% S Max	% Si	% Cr	% Mo
0.4	0.87	0.035	0.04	0.27	0.95	0.2

**Tabla 4. Propiedades mecánicas en la condición de revenido en la condición de recibido.**

Resistencia a la tracción	Esfuerzo de fluencia	HRC
792 MPa	620 MPa	40

Este material se clasifica como acero al cromo-molibdeno, y posee características de templabilidad, ductilidad, resistencia al desgaste y capacidad para soldarse; este acero se utiliza ampliamente para construir recipientes sujetos a presión, fabricar partes estructurales de los aviones, ejes de automóviles, etcétera. La placa de la cual se extrajeron las probetas seguramente fue sometida a algún tratamiento termomecánico de rolado en caliente y con un posible enfriamiento rápido que produjo una microestructura como se observa en la figura 25. La cual consiste de una dispersión de granos equiaxiales de ferrita en una matriz de bainita.



**Figura 25. Metalografía del acero UNS G41400. X 150, ataque químico con Nital.**

El tratamiento de temple consistió en una austenización a 850 ° C por un periodo de tiempo de 30 minutos seguido de un enfriamiento rápido en aceite como medio de temple, inmediatamente después las probetas se introdujeron en el horno de revenido para evitar la estabilización de la austenita retenida, las condiciones de revenido se muestran en la Tabla 5:

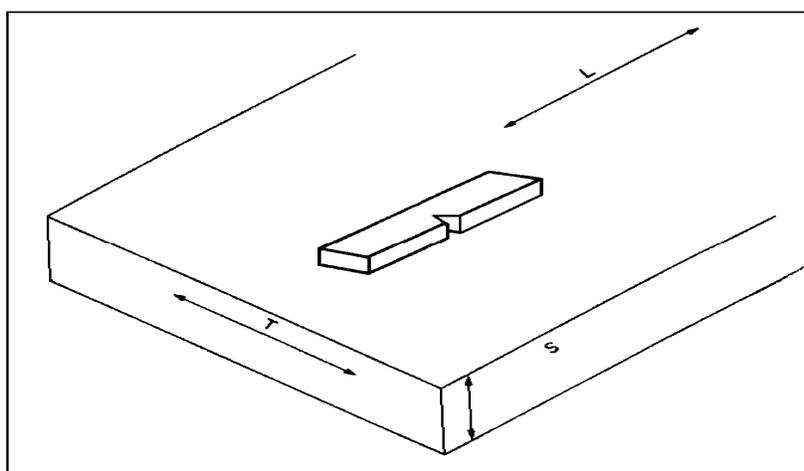
**Tabla 5. Condiciones de revenido.**

Condición	Tiempo de permanencia	Medio de enfriamiento
Revenido a 100°C	1, 1.5, 2 h	Aire calmado
Revenido a 400°C	1, 1.5, 2 h	Aire calmado

Los tratamientos térmicos se realizaron en dos hornos tipo mufla marca Lindberg que proporcionan una temperatura máxima de 1100 ° C.

### 3.4.2. Maquinado de las probetas para impacto

Las probetas para la prueba de impacto se extrajeron de una placa de acero, éstas se maquinaron de acuerdo a la norma ASTM E-23, con entalle en V. El entalle de las probetas se maquinó con una orientación L – T, donde L representa el plano del entalle que es perpendicular a la dirección de laminación y T la dirección de propagación de la grieta, como se ilustra en la figura 26. Pruebas por triplicado fueron realizadas en una máquina de impacto instrumentada marca SATEC modelo SI-1D3, con capacidad máxima de 162 J, también se tomaron mediciones de dureza en un durómetro marca Buehler empleando la escala Rockwell C.



**Figura 26. Orientación del plano del entalle. L: longitud (laminación, extrusión, eje de forja), T: ancho (transversal larga), S: espesor (transversal corta).**

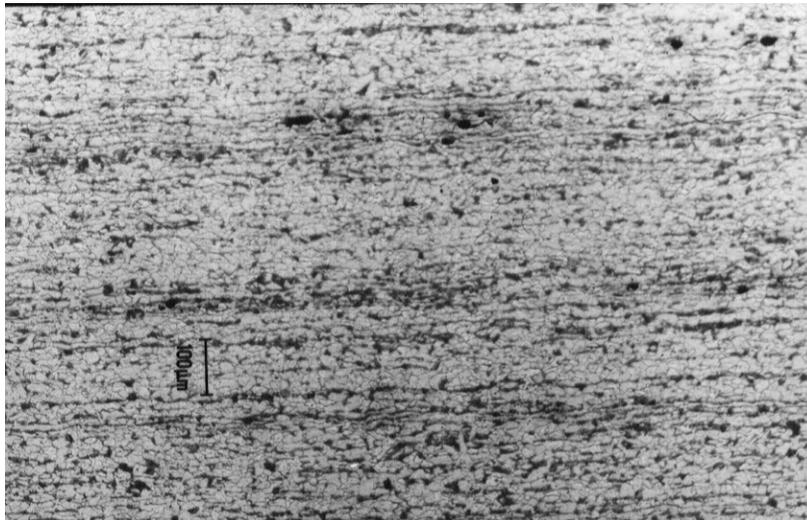
### 3.5. Experimentación para la fragilización por hidrógeno

El material estudiado fue un acero AISI 1018, con una presentación en forma de barra de sección transversal circular de 12.7 mm de diámetro. La composición química nominal del acero se presenta en la Tabla 6:

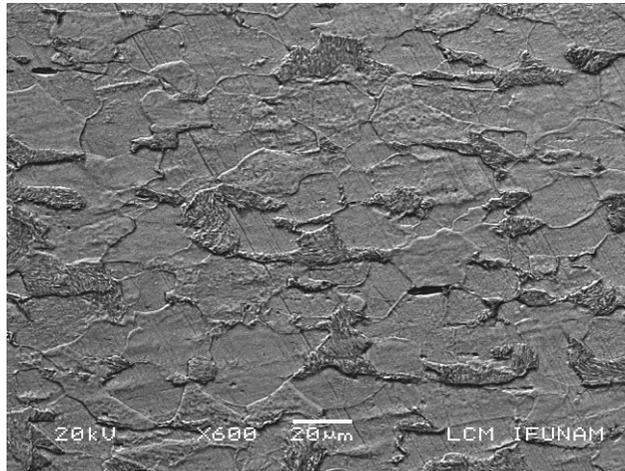
**Tabla 6 Composición del acero nominal del acero AISI 1018.**

%C	%Mn	%Si	%P <sub>máx</sub>	%S <sub>máx</sub>
0.18	0.75	0.15	0.05	0.05

La microestructura presente en el acero AISI 1018 en la condición tal que fue recibido muestra una microestructura bandeada constituida por granos de perlita fina en una matriz de granos finos de ferrita (ver figura 27). La microestructura muestra evidencia de una fuerte deformación en caliente por el grado de mandamiento de la microestructura (ver figura 28).



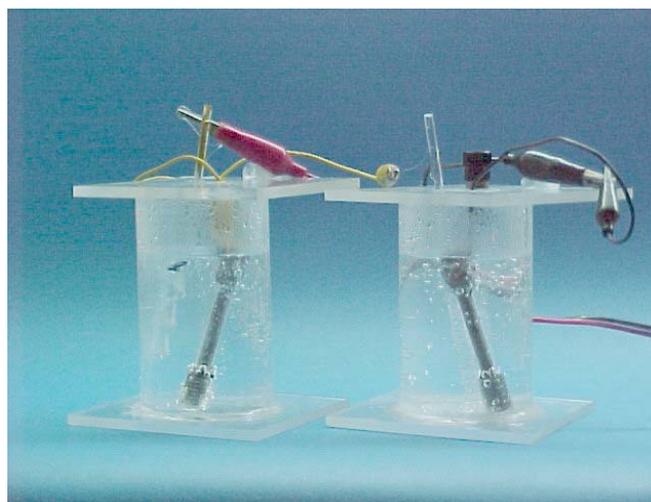
**Figura 27. Micrografía del acero 1018 a 100X en la dirección de laminación.**



**Figura 28. Metalografía de MEB del acero 1018 atacada químicamente con Nital.**

### **3.5.1. Cargado electrolítico del hidrógeno**

Para las pruebas de cargado catódico, se construyó una celda electroquímica para introducir el hidrógeno en el acero; la celda fue de acrílico de geometría cilíndrica de 65 mm de diámetro y 85 mm de longitud para contener al menos 200 ml de electrolito; las partes de la celda fueron la probeta de acero que se conecta a una fuente de poder de CD, que funcionó como un cátodo en donde evoluciona el hidrógeno, así como un alambre de platino que funcionó como un ánodo y se conectó al polo positivo de la fuente (ver figura 29).



**Figura 29. Celda de cargado electrolítico.**

El electrolito fue una solución acidulada, preparada con ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) al 0.5 M, en agua bidestilada con un pH de 1; esta solución es la fuente de hidrógeno. Al electrolito se le adicionó bisulfuro de carbono ( $CS_2$ ), éste funciona como una solución veneno, que retarda la recombinación del hidrógeno y promueve de esa forma la absorción del hidrógeno en el acero. El contenido de bisulfuro en el electrolito fue de 0.5% de  $CS_2$  en  $H_2SO_4$  al 0.5M. La densidad de corriente utilizada fue de 50 mA/cm<sup>2</sup> durante un período de 24 horas a temperatura ambiente, para asegurar una saturación de hidrógeno en el acero.

Una vez cargadas las probetas con hidrógeno, fueron protegidas con un recubrimiento de cadmio, con el fin de retener el hidrógeno disuelto en el acero, se utilizó una solución preparada de acuerdo con la composición de la Tabla 7, disueltos en agua bidestilada.

**Tabla 7 Solución para el recubrimiento con cadmio**

Compuesto	CdO	NaCN	NaOH
Cantidad (g/l)	32	112	12

Para preparar un litro de solución, se agregaron 112 gramos de NaCN se agitó hasta que se disolvió, enseguida se agregaron 12 gramos de NaOH continuando con la agitación.

Antes de agregar el CdO a la solución de NaCN y de NaOH, ésta se calentó a una temperatura de aproximadamente 30 ° C, en este momento se agregaron los 32 gramos de CdO y se agitó hasta conseguir que todo el CdO se disolviera. Para efectuar el recubrimiento se utilizó una fuente de poder de CD conectada a un regulador de corriente para controlar y mantener una densidad de corriente constante de 34 mA/cm<sup>2</sup>; se utilizó un ánodo de cadmio y el recubrimiento se realizó a temperatura ambiente durante 15 minutos.

Se realizaron pruebas de impacto de acuerdo a la Norma ASTM E33 y a través de la instrumentación del péndulo se obtuvieron los registros de carga contra tiempo en probetas

testigo de acero 1018, y en probetas cargadas electrolíticamente con hidrógeno; para verificar el efecto de fragilización del hidrógeno se realizaron pruebas de tensión a una baja velocidad de deformación y se llevó a cabo un estudio fractográfico, tanto en la superficie de fractura de las probetas de tensión como en las probetas Charpy.

### **3.6 Experimentos realizados para observar el daño por radiación**

La experimentación consistió en una caracterización microestructural del acero y maquinarse probetas subdimensionadas posteriormente el entalle de estas probetas se sometieron a irradiación con iones de níquel a un voltaje de aceleración de 3.6 MeV.

#### **3.6.1 Caracterización microestructural del acero inoxidable 316**

La microestructura asociada al acero inoxidable 316 se caracterizó en condiciones de recibido, en las direcciones transversal y longitudinal, con respecto a la dirección de la placa laminada la microestructura del acero se reveló con el reactivo químico gliceregía, que contiene 5 ml de  $\text{HNO}_3$  15 ml de  $\text{HCl}$  y 15 ml de glicerol, en probetas preparadas metalográficamente. El tiempo de ataque fue de 10 a 15 minutos.

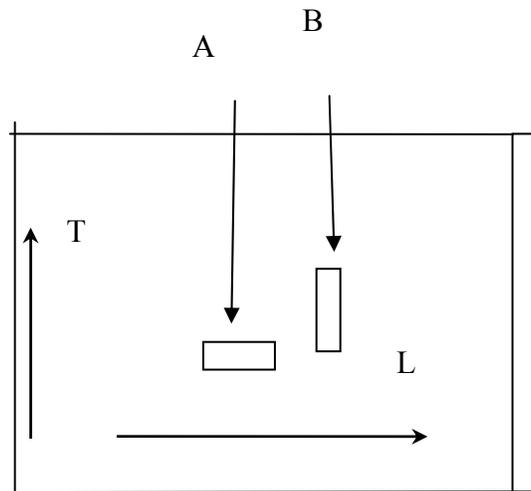
#### **3.6.2. Pruebas de microdureza**

Es conocido que la implantación de iones provoca un endurecimiento superficial del material blanco, el grado de endurecimiento de la superficie sólo puede ser medido por nanodureza, sin embargo, una prueba de microdureza puede identificar si el material fue modificado superficialmente en cierto grado por lo cual se recurrió a la prueba de microdureza Vickers con

una carga de 10 gr para observar algunas diferencias entre el material sin implantar e implantado a 1 DPA, en las direcciones longitudinal y transversal.

### 3.6.3 Prueba de Flexión en Tres Puntos

Las pruebas de flexión en tres puntos se realizaron sobre diez probetas testigo (5 longitudinales y 5 transversales (T)), diez probetas implantadas con iones  $\text{Ni}^{++}$  (I) a una dosis de 1 DPA (5 longitudinales (L) y 5 transversales (T)). De un perfil extruido, se maquinaron probetas para el ensayo de flexión en tres puntos. En la figura 30, se muestra la forma en la que se extrajeron las probetas.



**Figura 30. Se observa la forma de extracción de las probetas subdimensionadas.**

Se seleccionó el ensayo mecánico de flexión en tres puntos debido a que presenta la facilidad de manejar muestras pequeñas con un entalle presente, dicho entalle actúa como un concentrador de esfuerzos y genera de esta forma un daño localizado con la implantación de iones.

Los ensayos se realizaron en una máquina Shimadzu modelo AG-G con capacidad de 100 kN, ésta cuenta con un transductor lineal de voltaje diferencial (LVDT-10S), que por medio de

diferencias de voltajes cuantifica con alta precisión la deflexión de las probetas bajo la acción de la carga, el LVDT manda las señales a una computadora en la que se almacenan los valores de carga vs deflexión, con los datos almacenados se calculan los esfuerzos y se grafican los resultados en una hoja de cálculo.

Las probetas utilizadas para la prueba de flexión de tres puntos fueron de forma rectangular, de 60 mm de longitud y de 3.15 mm de sección transversal cuadrada, éstas presentaron un entalle en forma de “V” con un ángulo de  $50^\circ$  a una profundidad de 1 mm y un radio de raíz de 1 mm como se esquematiza en la figura 31; el entalle de las probetas fue maquinado en dirección paralela y perpendicular con respecto a la dirección del conformado mecánico de la placa, la separación entre los puntos de apoyo fue de 15 mm y se aplicó una velocidad de desplazamiento del cabezal de 1 mm por minuto.

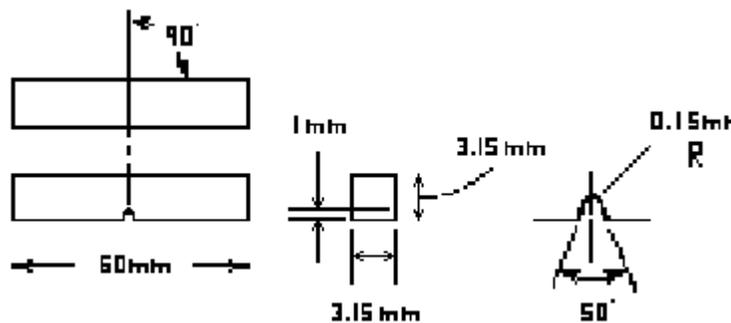


Figura 31. Magnitudes de las probetas subdimensionadas.

#### 3.6.4. Programa TRIM 95

Con este programa se puede simular tanto el perfil de iones implantados como el perfil de las vacancias generadas; se tiene la opción de seguir probabilísticamente la trayectoria de los iones desde su entrada en el metal con determinada energía, hasta que ésta es tal que ya no es suficiente

para desplazar átomos de la red; emplea básicamente cálculos estadísticos tipo Monte Carlo, aplicando la teoría de Kinchin-Pease; se pueden simular muestras de hasta tres capas de diferentes aleaciones en el blanco, aceptando en cada una cinco elementos con diferentes concentraciones y como proyectiles cualquier elemento de la tabla periódica con energías desde eV hasta MeV. Se utilizó para calcular la dosis y la profundidad a la cual se implantaron los iones de níquel. La energía seleccionada para el ion níquel fue de 3.6 MeV.

### **3.6.5 Pruebas de impacto Charpy instrumentado en probetas de acero 316 implantadas con iones de níquel a 1 dpa**

Para obtener las curvas de carga contra tiempo se emplearon probetas subdimensionadas tipo Charpy para acero inoxidable implantado con níquel a una dosis de 1 dpa; la dosis fue calculada usando el programa TRIM, descrito anteriormente.

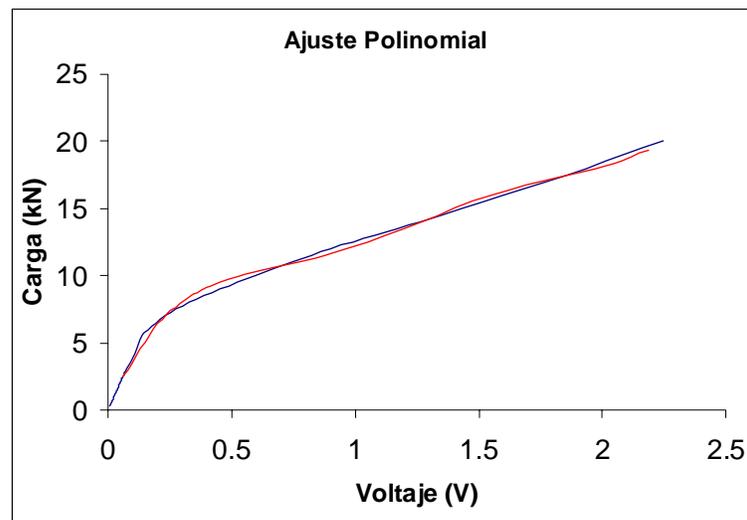
Las probetas utilizadas para la prueba fueron de forma rectangular, de 60 mm de longitud y de 3.15 mm de sección transversal cuadrada; éstas presentaron un entalle en forma de “V” con un ángulo de 50° a una profundidad de 1 mm y un radio de raíz de 1 mm.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 4.1 Calibración de la galga

La deformación de la galga se calibró colocando el sistema martillo-galga en una máquina de tensión y empleando la señal de la celda de carga del display de la máquina de tensión; dicha celda de carga estaba en modo compresión, en una máquina universal de la marca Shimadzu, se aplicó carga con incrementos de 0.1kN hasta 2.5 kN y otra de 2.5 kN a 20kN, obteniendo una señal de salida en un voltímetro (Keithley, 196 System de 8 dígitos) donde se obtuvieron dos series de datos que al graficarlos dieron por resultado una curva como la que se muestra en la figura 32. Como mejor aproximación a la señal, se propone un ajuste con una ecuación polinomial de grado 5 y los valores de las constantes presentados en la Tabla 8. La figura 33 muestra el error en el ajuste del polinomio. La función obtenida en el ajuste no es lineal debido a que se usó la configuración de un cuarto de puente.



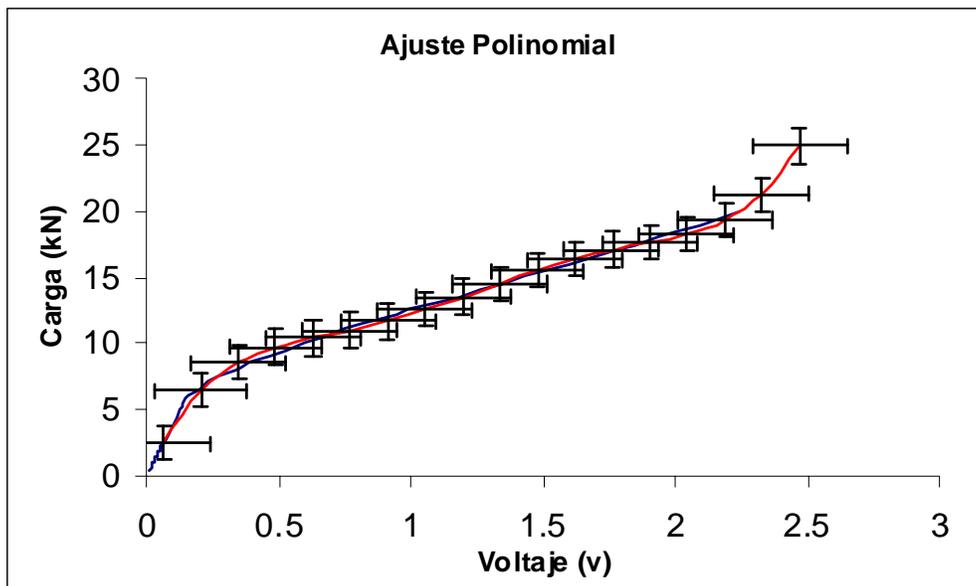
**Figura 32. .Ajuste polinomial de calibración de la galga.**

Regresión polinomial.

$$Y = A + B_1 * X + B_2 * X^2 + B_3 * X^3 + B_4 * X^4 + B_5 * X^5$$

**Tabla 8. Valores para las constantes de la ecuación anterior.**

Constantes	Valor
A	-0.15791
B1	51.11636
B2	-112.44648
B3	128.82398
B4	-65.22731
B5	11.02334



**Figura 33. Barras de error en el ajuste polinomial.**

## 4.2 Resultados de las pruebas de impacto y dureza al acero 4142

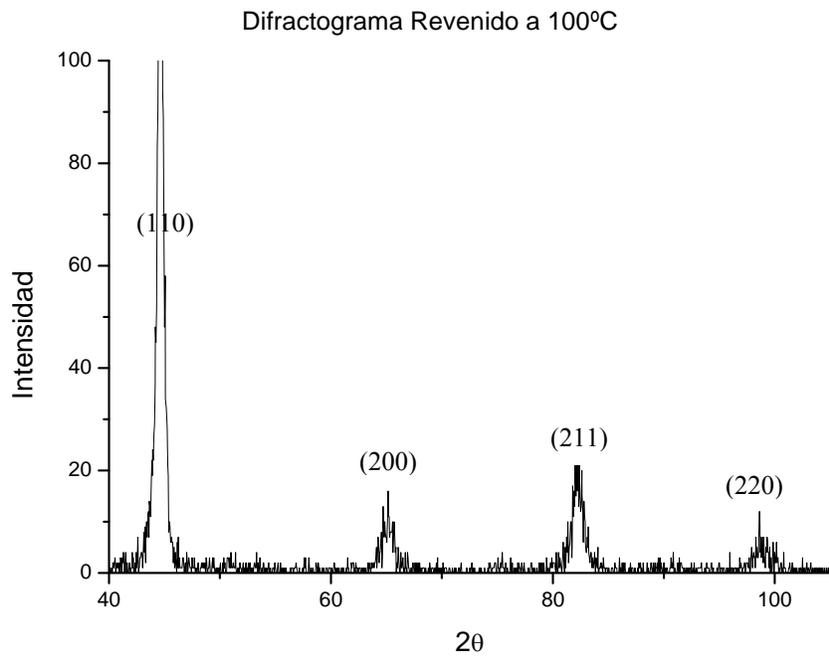
A continuación se presenta una tabla (Tabla 9) con los valores obtenidos como resultado de las pruebas mecánicas realizadas al material estudiado:

**Tabla 9. Valores de dureza y tenacidad para 100 y 400 ° C revenido.**

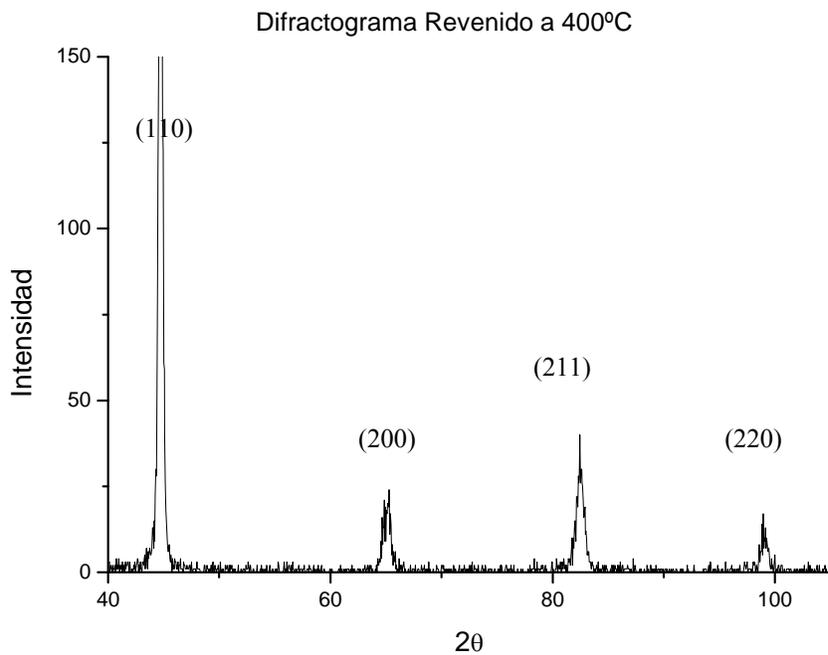
Condición	Tenacidad (J)	Dureza(HRC)
Probetas templadas	0.54±.05	60±1
100°C 1 h de revenido	3±.05	60±1
100°C 1.5 h de revenido	4.5±.05	60±1
100°C 2 h de revenido	7±1	59±1
400°C 1 h de revenido	12±1	51±1
400°C 1.5 h de revenido	27±1	44±1
400°C 2 h de revenido	16±1	43±1

### 4.2.2 Análisis por rayos X.

Los rayos X muestran que no existe variación en la estructura cristalina del material a las condiciones de los diferentes tratamientos térmicos, esto es la martensita mantiene sus características cristalográficas (el centroide de los picos se mantiene invariante), únicamente cambia de apariencia microestructural, como se verá más adelante. En las figuras 34 y 35, se presentan dos difractogramas a 2 h de revenido, a 100 y a 400 ° C. Sólo se observan pequeñas diferencias, en la intensidad de los picos. En el difractograma de revenido a 100 ° C por 2 h se aprecian indicios de los picos pertenecientes a la austenita retenida <sup>(57)</sup>. Por el contrario, el difractograma de revenido a 400 ° C por 2 h no presenta dichos indicios, por lo que se puede inferir que la austenita retenida ha sufrido descomposición.



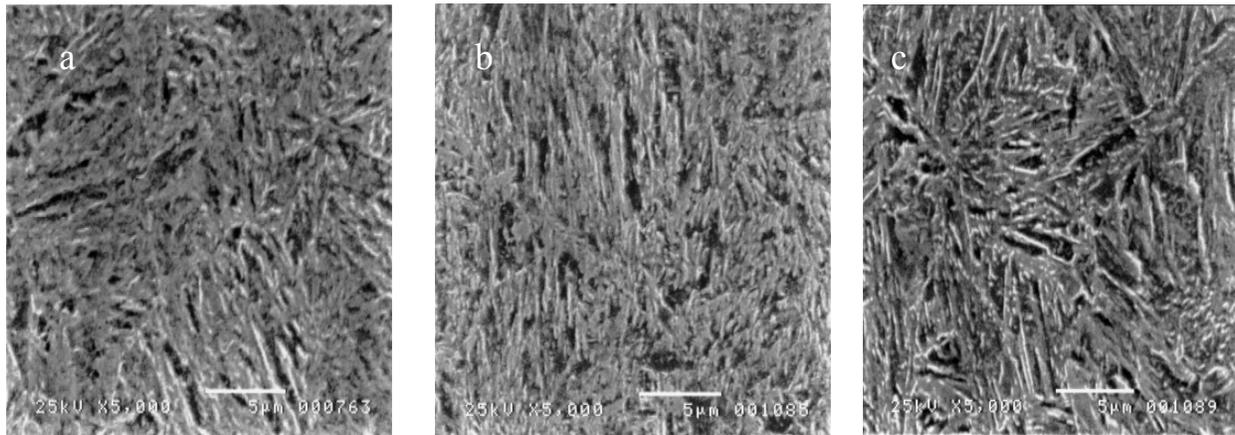
**Figura 34. Difractograma de la martensita revenida a 100°C por 2h.**



**Figura 35. Difractograma de la martensita revenida a 400°C por 2h.**

### 4.2.3 Microestructuras de las martensitas revenidas a 100 ° C

La figura 36 presenta la evolución de la microestructura de la martensita revenida a 100 ° C en la cual se observa sólo la transformación en morfología de los carburos.



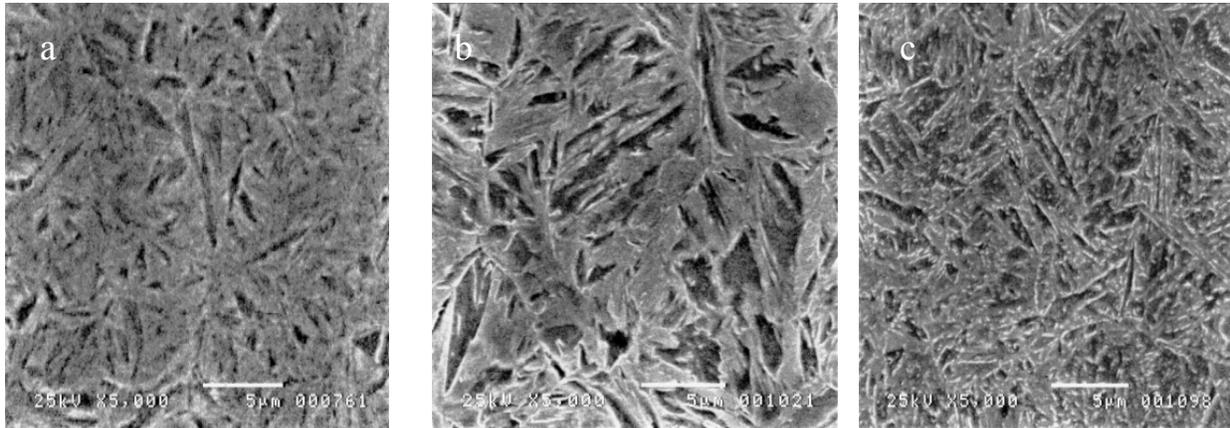
**Figura 36. Microestructuras de las martensitas revenidas a 100°C por (a) 1 h,(b) 1.5 h y (c)2 h.**

Como puede observarse en la tabla VII a esa temperatura de revenido, la dureza prácticamente se mantiene alrededor de los 60 HRC. A 1 hora de revenido la microestructura está constituida principalmente de agujas de martensita; en el caso de 1.5 horas podría presentarse precipitación de carburo de acuerdo con la bibliografía <sup>(27)</sup>. En el caso de 2 horas, se observa que la microestructura pierde su forma acicular, además se aprecia mayor precipitación de carburos finos. Además es posible que la martensita cambie de martensita tetragonal a martensita cúbica, que es más estable. El tamaño de las agujas en general, a 5000 X es menor a 5 µm y están dispersas en todo el material, manteniendo una forma alargada y acicular, la precipitación de carbono no es apreciable por la resolución del microscopio, pero se encuentra presente debido a la expulsión del carbono de la de martensita al convertirse de martensita tetragonal a cubica.

La martensita revenida se caracteriza por tener una alta dureza, dando un comportamiento frágil a las probetas de impacto.

#### 4.2.4 Microestructura del acero 4140 revenido a 400 ° C

La figura 37 muestra las diferentes microestructuras obtenidas a esta temperatura de revenido.

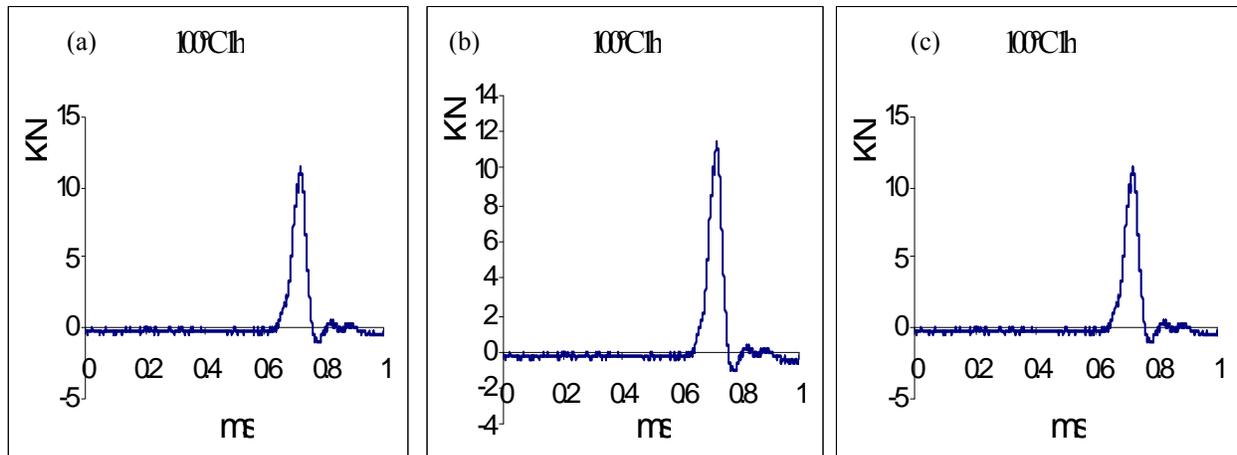


**Figura 37. Microestructuras de las martensitas revenidas a 400 ° C por (a) 1 h,(b) 1.5 h y (c) 2 h.**

En esta etapa la pérdida de carbono de la martensita controla las propiedades mecánicas, como la disminución de la dureza con el aumento del tiempo de revenido. Las agujas de martensita tienden a perder su forma, la dureza se disminuye de 60 a 40 HRC; a una hora de tratamiento. A 1.5 horas, encontramos que las agujas pierden completamente su forma y la dureza disminuyó hasta 43 HRC a dos horas de tratamiento, se aprecia la precipitación de racimos de carburos, observándose la traza microestructural de los residuos de las agujas de martensita y aun no se aprecia la recristalización de la ferrita, la dureza disminuye hasta 40 RHC. Estas microestructuras se caracterizaron por tener una menor dureza y una mayor tenacidad, que en la condición de revenido anterior.

#### 4.2.5 Curvas de impacto revenido a 100 ° C

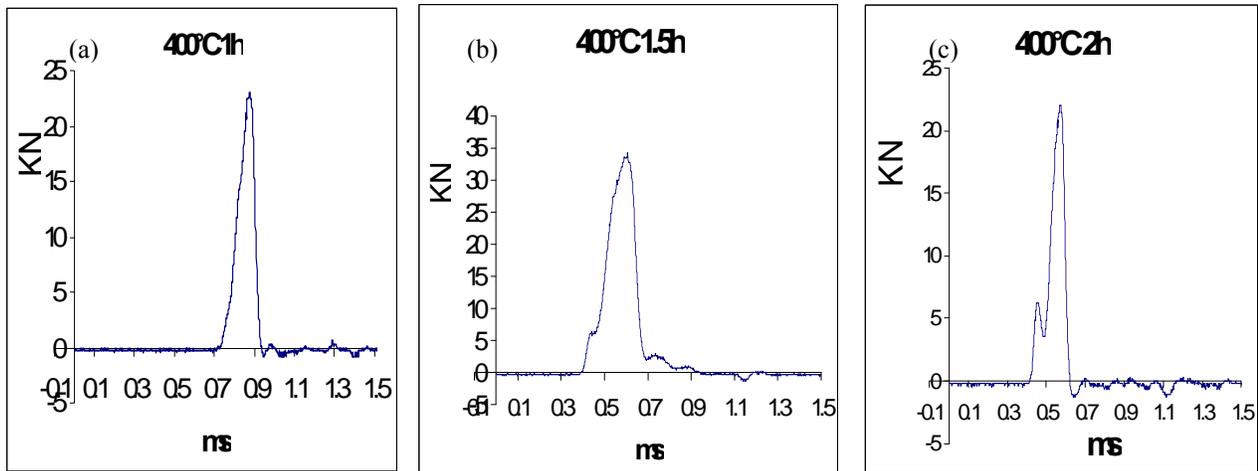
En la figura 38 se observan las curvas de impacto de las probetas revenidas a 100 ° C las cuales muestran un aumento constante de la tenacidad.



**Figura 38. Curvas de impacto de las martensitas revenidas a 100 ° C por 1h(a), 1.5h (b) y 2 h (c).**

Adicionalmente al cambio microestructural sucedido anteriormente, los esfuerzos retenidos y la evolución de los carburos controlan la tenacidad del material (a) la energía es de 3 J, mientras que en la (b) es de 4.5 J y de 7 J en la (c), esto implica un aumento progresivo de la tenacidad con el tiempo de recocido algo que no sucede con la dureza; la energía absorbida es calculada por integración (Ecuación 2). En una prueba de impacto convencional es difícil de diferenciar este tipo de cambios en la tenacidad, ya que la escala de medición es muy burda, la mayoría de los péndulos usan una escala de 160 J o 350 J con una resolución de 2 o 5 J., por lo que una prueba de impacto instrumentado aumenta la resolución de las máquinas de impacto al obtener una señal digitalizada.

**4.2.6 Curvas de impacto revenido a 400 ° C.** En la figura 39 se observan las curvas de impacto de las probetas revenidas a 400 ° C.



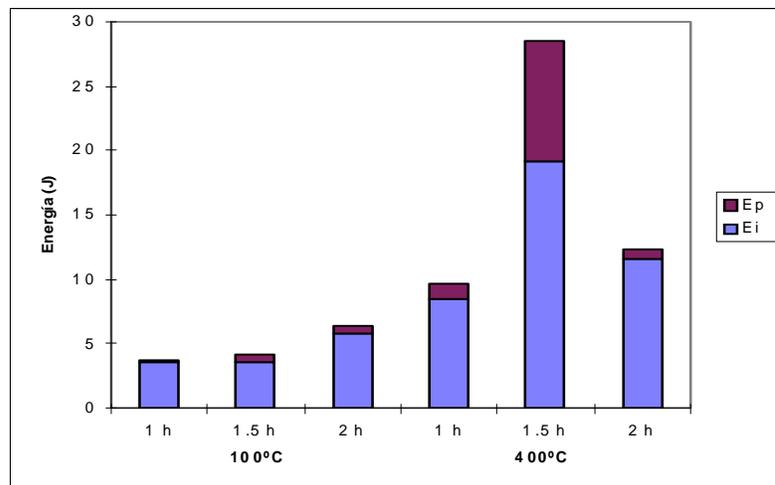
**Figura 39. Curvas de impacto de las martensitas revenidas a 100 ° C por 1h (a), 1.5 h (b) y 2 h (c).**

La tenacidad alcanzada en la figura 33 (a) es de 12 J, en la (b) de 27 J y en la (c) de 16 J, en esta zona de tratamiento térmico la tenacidad es mayor que la zona de 100°, donde sólo existe relevado de esfuerzos pero la tenacidad no sigue un comportamiento ascendente con el tiempo de recosido sino que ésta alcanza un máximo después de 1.5 h, y luego disminuye hasta obtener casi el mismo valor que a 1 h, el cual hace impredecible la tenacidad a esta temperatura de revenido, marcado principalmente por la formación de una red de cementita alrededor de la martensita revenida que es una explicación de porqué se da la fragilización por revenido en este tipo de aceros. Un resumen de las curvas presentadas anteriormente es posible según Blanchet <sup>(24)</sup>, quien identificó con caída de potencial, el momento en que se iniciaba la grieta, la cual coincide con la

carga máxima, con lo que se presenta la energía de iniciación ( $E_i$ ) y la energía de propagación de la grieta ( $E_p$ ) como se presenta en la tabla 10 y se observa en gráfica (figura 40).

**Tabla 10 Energía de iniciación y propagación de grieta para martensitas revenidas.**

Tratamiento térmico	Energía de fractura	Energía de iniciación	Energía de propagación
<b>400 ° C por 1 h</b>	12± 0.6 J	8.5± 0.5 J	3.5± 0.5 J
<b>400 ° C por 1.5 h</b>	27± 0.6 J	19± 0.3 J	8± 0.5 J
<b>400 ° C por 2 h</b>	16 ± 0.6 J	11± 0.3 J	5± 0.5 J
<b>100 por 1 h</b>	3.6± 0.6 J	0.16± 0.3 J	3.5± 0.3 J
<b>100 por 1.5 h</b>	4.1± 0.6 J	0.64± 0.3 J	3.5± 0.3 J
<b>100 por 2 h</b>	6.3± 0.6 J	0.65± 0.3 J	5.7± 0.3 J

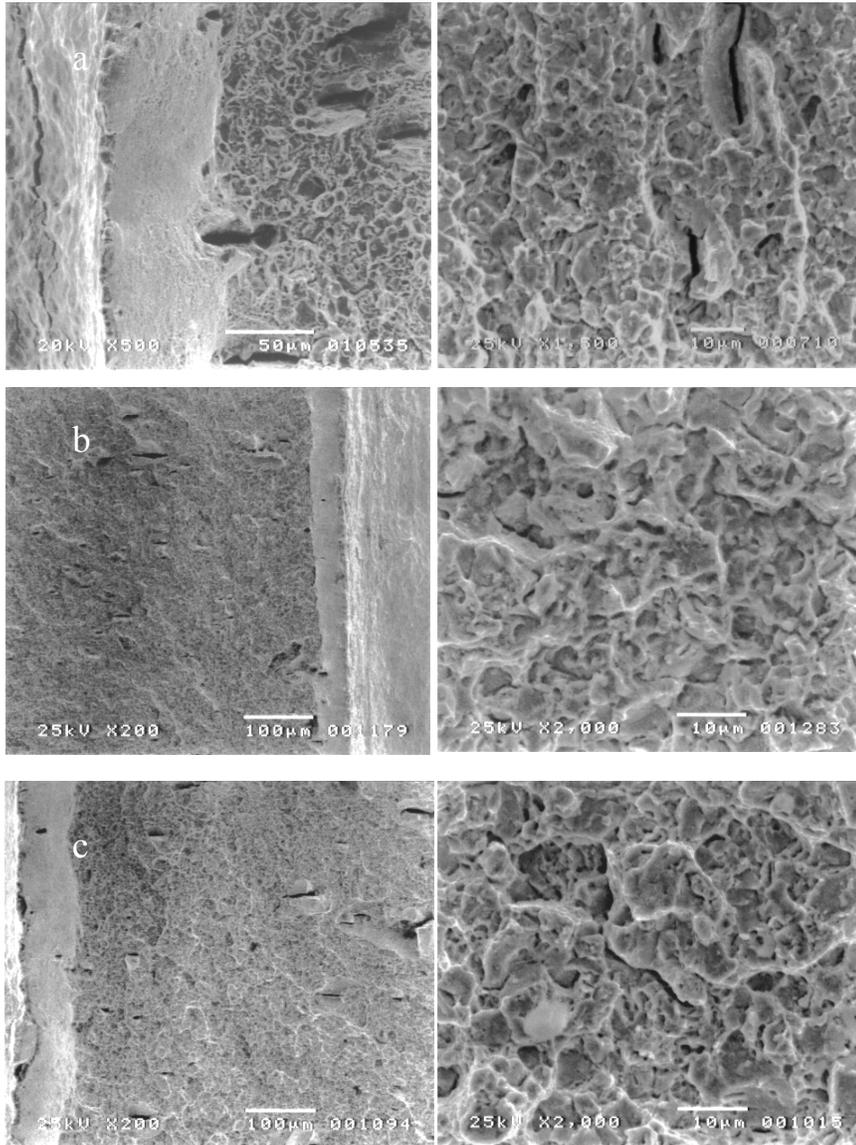


**Figura 40. Gráfica de barras de la energía de iniciación y propagación de las grietas durante la prueba de impacto.**

#### 4.2.7. Análisis fractográfico de las probetas Charpy revenidas a 100 ° C

En la figura 41, se observan las superficies de fractura a esta condición de revenido, hay un ligero incremento en la extensión y tamaño de la zona de iniciación de grieta, así como un incremento en la cantidad de microgrietas y en las zonas de desgarramiento dúctil alrededor de éstas también.

llamadas lenguas que sólo ocasionan un frenado de la grieta, sin presentar esto diferencias apreciables entre la probetas. La superficie de fractura es plana irregular en todos los casos, presentando ciertos desniveles como escalones, asociado esto a una propagación inestable de la grieta.



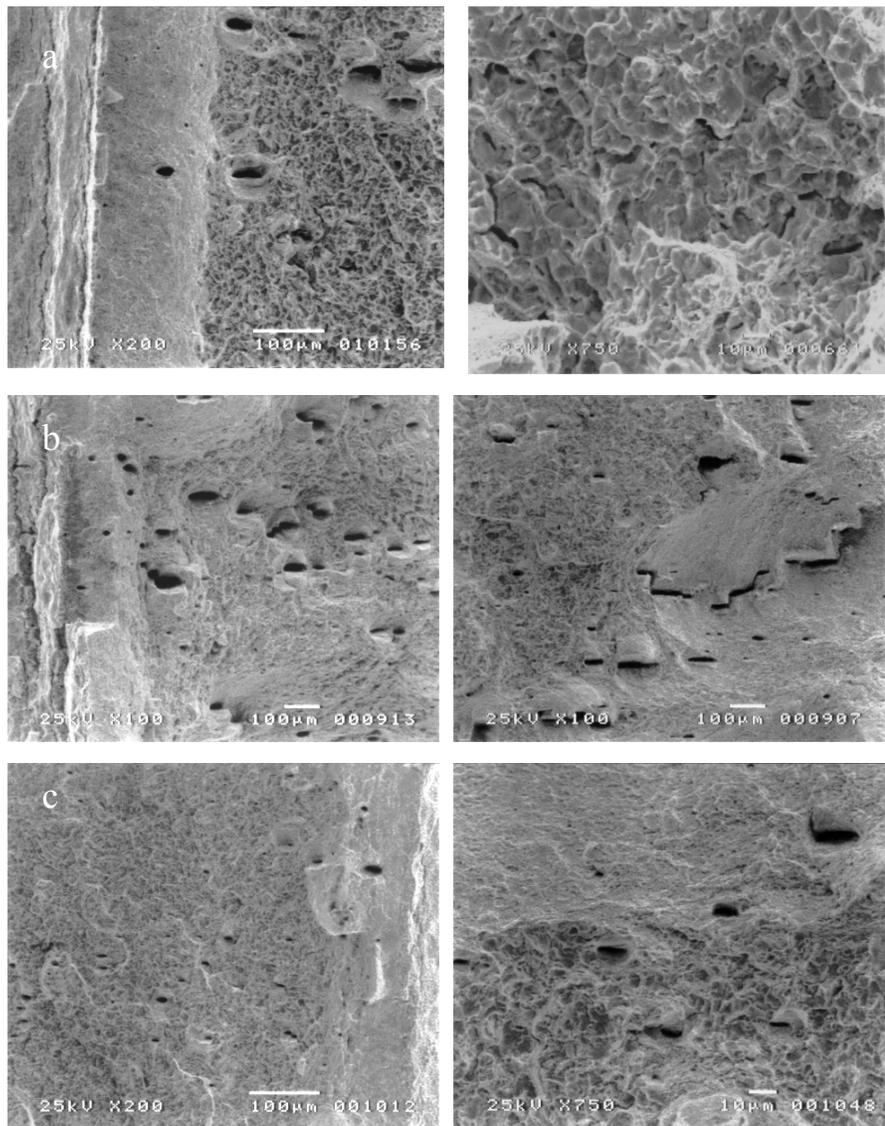
**Figura 41. Micrografías de las probetas Charpy revenidas a 100 ° C por (a) 1 h,(b) 1.5 h y (c)2 h.**

#### **4.2.8. Análisis fractográfico de las probetas Charpy revenidas a 400 ° C**

En la figura 42 se muestran observaciones de la superficie de fractura a esta condición de revenido, los rasgos de fractura presentan zonas planas irregulares y zonas de desgarramiento

dúctil, la apariencia de la superficie de fractura no es plana en su totalidad, ya que se presentan zonas de desgarramiento dúctil asociado a la presencia de poros que aumentan en cantidad y en las dimensiones conforme se incrementa el tiempo de revenido.

La zona de iniciación de la grieta incrementa su tamaño presentando en su interior algunos poros que retardan la propagación de la grieta, en la zona de propagación de la grieta las microgrietas presentan una mayor interconexión entre sí y con los poros dejando rasgos de fractura menos finos que en la condición anterior, presentándose en algunas zonas fractura por clivaje y en otras ruptura por coalescencia de poros.



**Figura 42. Micrografías de las probetas Charpy revenidas a 400 ° C por (a) 1 h, (b) 1.5 h y (c) 2 h.**

### 4.3 Resultado de la experimentación para el acero 1018 fragilizado con hidrógeno

#### 4.3.1 Resultado de la pruebas de impacto en material testigo y fragilizado

Como efecto de la fragilización por hidrógeno el material presenta diferencias en la forma de las curvas de impacto el material fragilizado presenta una energía de fractura menor así como una caída rápida al finalizar el evento como se puede observar en la figura 43 y tabla IX.

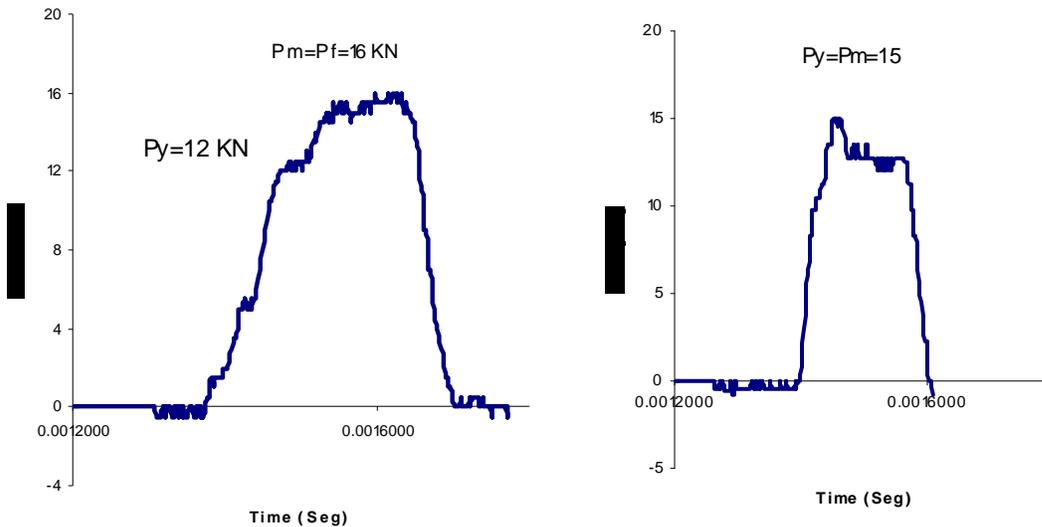


Figura 43. Pruebas de impacto en material testigo y fragilizado.

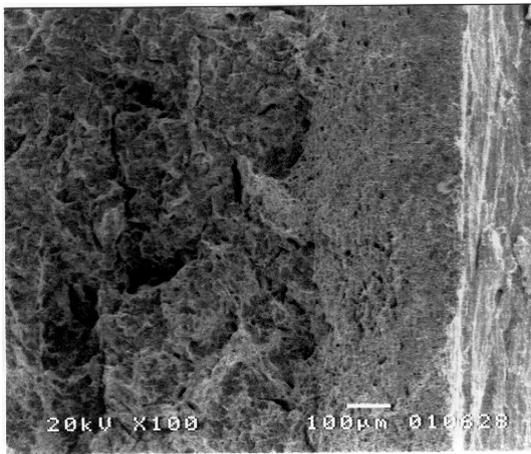
Tabla IX. Resultado de la prueba de impacto Charpy del material testigo y fragilizado.

	Energía de fractura	Energía de Iniciación
Testigo	29 ± 2 J	16 ± 1.5 J
Cargada con Hidrógeno	19 ± 0.6 J	9 ± 0.3 J

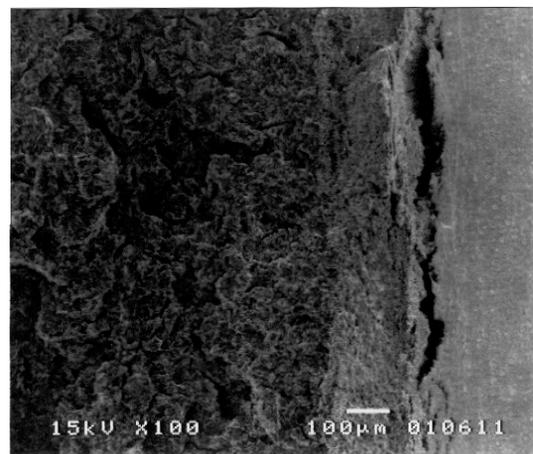
#### 4.3.2 Análisis fractográfico del efecto de la fragilización por hidrógeno en pruebas de impacto

La figura 44 muestra el aspecto de la zona de iniciación de la fractura de las probetas Charpy; en (a) la probeta testigo es una banda de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$  de ancho, y se localiza después del entalle, comparando la zona de iniciación de la probeta fragilizada (b) se observa que es de

menor tamaño, aproximadamente de 120  $\mu\text{m}$  y además se observa un agrietamiento secundario producido posiblemente por el efecto de la fragilización, un acercamiento de la zona de iniciación se observa en la figura 45 en la probeta testigo (a), la zona presenta una alta cantidad de cavitación, mientras que en la probeta fragilizada la cavitación disminuye. La zona de propagación de la grieta muestra como rasgo característico clivaje lo que indica que la grieta después de nucleada, se propaga inestablemente, como se observa en la figura 43, y se comprueba al graficar las curvas carga contra tiempo, ambas curvas presentan una caída abrupta.

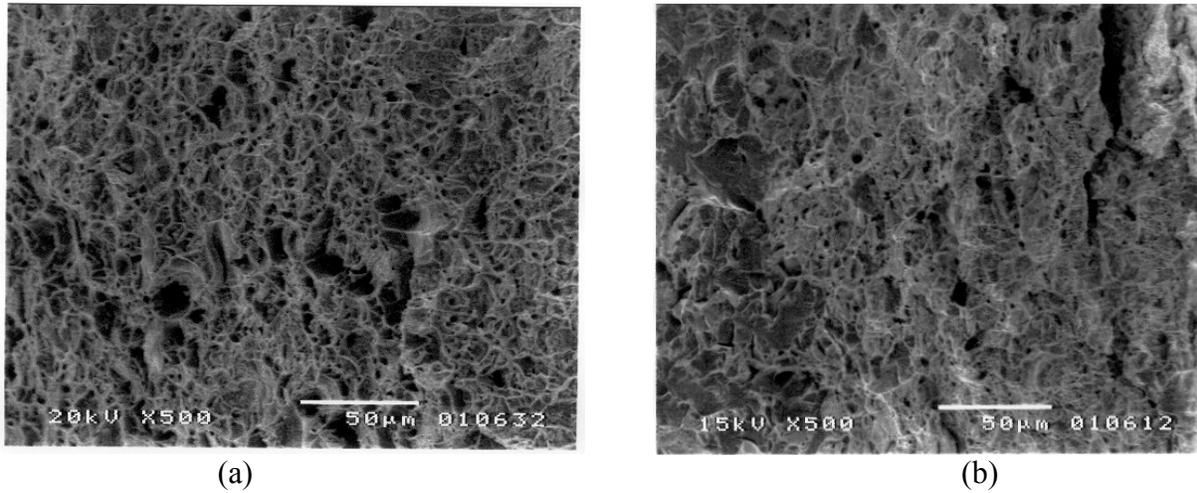


(a)

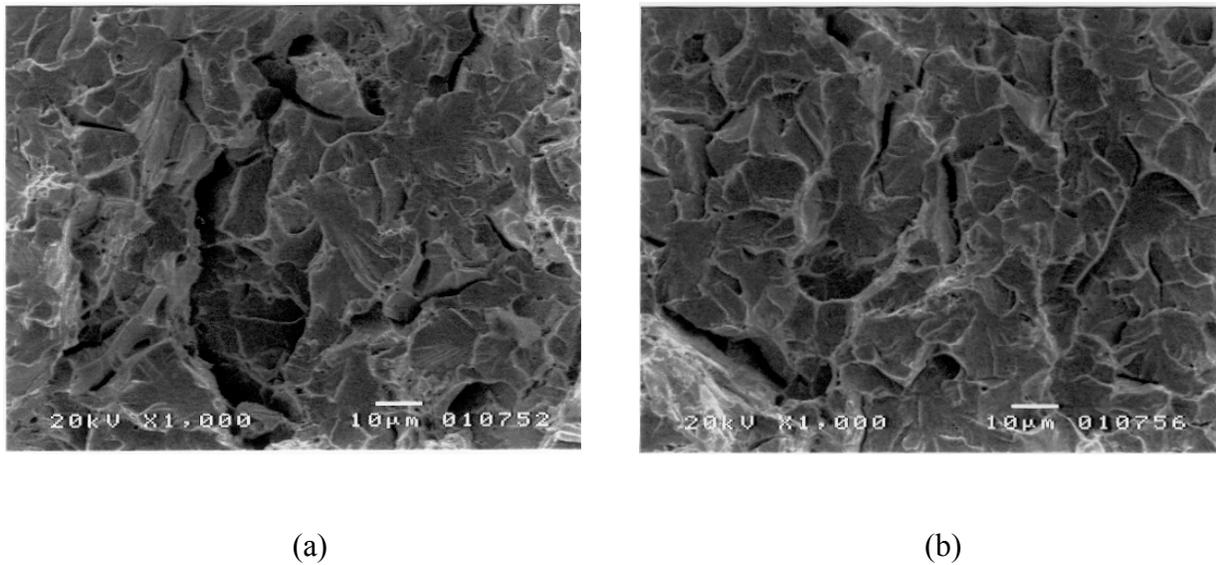


(b)

**Figura 44. Fractografía de la zona de iniciación de la grieta de las probetas bajo carga dinámica. (a) Testigo, (b) con hidrógeno. X100.**



**Figura 45. Microfractografía de la zona de iniciación de la grieta de las probetas bajo carga dinámica. (a) Testigo, (b) con hidrógeno. X100.**



**Figura 46. Fractografía de las probetas bajo carga dinámica. Región de propagación de la grieta. (a) Testigo (b) con hidrógeno X1000.**

### **4.3.3 Resultado de la pruebas de tensión en material testigo y fragilizado**

Si observamos la figura 47, y comparando la curva B con respecto a la A, se aprecia que los esfuerzos no presentan una variación significativa; sin embargo, en la deformación la curva A

presenta un 14% de ductilidad, mientras que la curva B presenta aproximadamente un 6% de ductilidad. De lo cual se observa que el efecto del hidrógeno presente en el acero AISI 1018 se manifiesta en una pérdida de su ductilidad, mientras que los esfuerzos se mantienen prácticamente constantes.

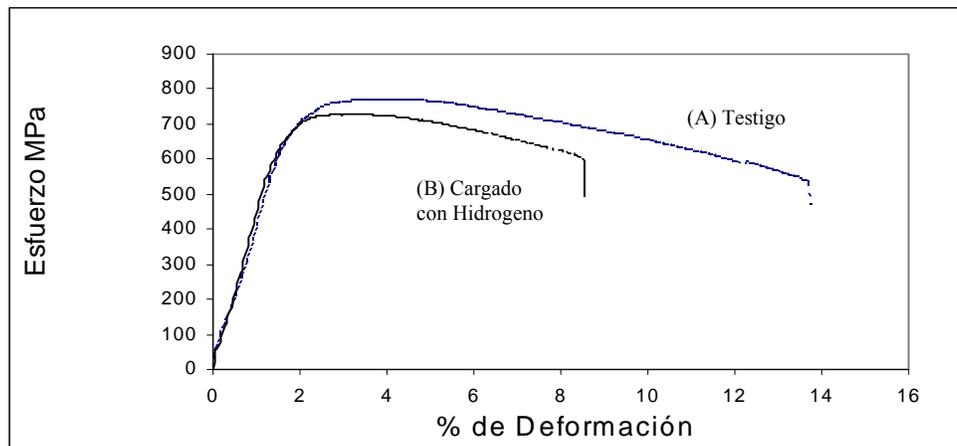
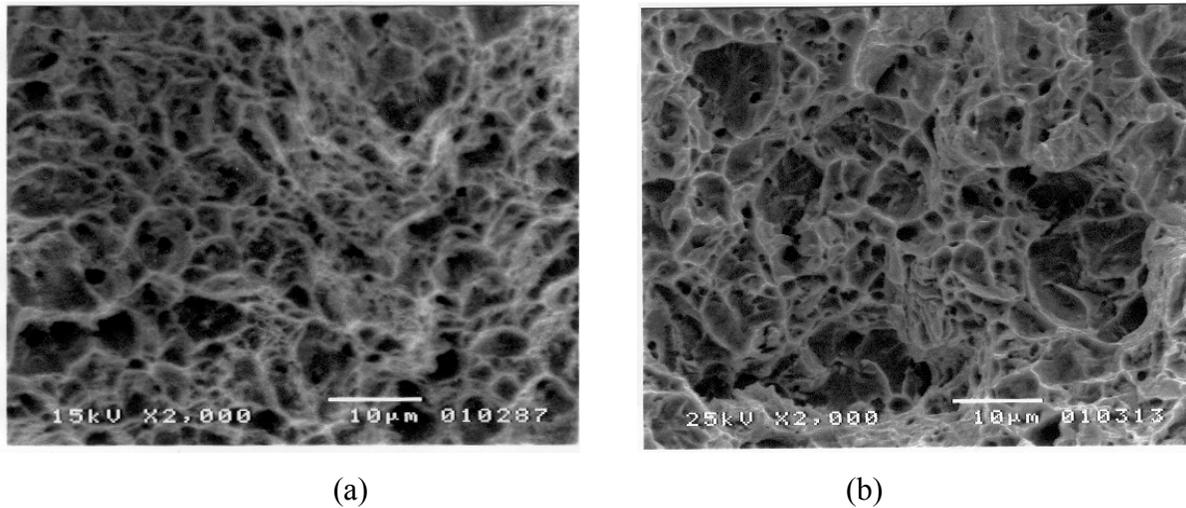


Figura 47. Curva de esfuerzo contra deformación de ANSI 1018, fragilizado por hidrógeno.

#### 4.3.4 Análisis fractográfico del hidrógeno en pruebas de tensión

En la figura. 48 se presenta un aspecto microscópico de la superficie de fractura de la probeta bajo carga estática. En (a) se observan poros redondos y profundos, característico de la ductilidad de este acero, donde predomina un tamaño de poro menor a  $10\ \mu\text{m}$  de diámetro; los poros presentan una geometría cónica, separados por regiones de alto desgarramiento dúctil. En (b) se observan poros poco profundos mostrando una apariencia de “cazuela” o roseta, la base de la “cazuela” o roseta se asocia con regiones lisas y planas, separadas por delgadas regiones de desgarramiento dúctil; las regiones lisas y planas se relacionan con sitios de iniciación de grietas por hidrógeno, las cuales pueden contener algún sulfuro de manganeso u otro tipo de inclusión. Generalmente, la iniciación de la grieta por hidrógeno es mediante un mecanismo de fractura denominado patrón de río, a ese mecanismo o modo de fractura, que incluye características de

patrón de río y desgarramiento dúctil se le conoce como cuasiclivaje. Se aprecia que el efecto del hidrógeno bajo carga cuasiestática al cambiar el modo de fractura, pasando de coalescencia de poros a cuasiclivaje, un mecanismo de fractura inestable.

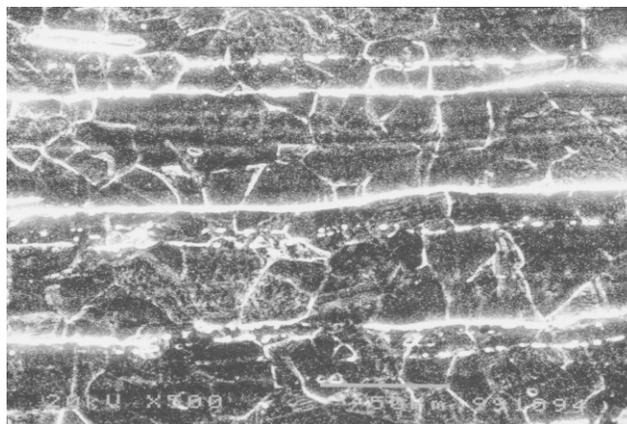


**Figura 48 Fractografía de las probetas bajo tensión, (a) testigo (b) con hidrógeno. X2000.**

#### **4.5 Resultado de la experimentación para el acero inoxidable 316 fragilizado por irradiación**

##### **4.5.1. Caracterización Microestructural del acero inoxidable 316**

La microestructura del acero sin irradiar se reveló con el reactivo químico gliceregía, el cual contiene 5 ml de  $\text{HNO}_3$  15 ml de  $\text{HCl}$  y 15 ml de glicerol, en probetas preparadas metalográficamente. El tiempo de ataque fue de 10 a 15 minutos y las microestructura se muestran en las figuras 49 y 50 en la dirección L y T respectivamente. La microestructura revelada consistió de una matriz de granos de austenita equiaxial. La muestra presenta una microestructura con abundantes bandas de deslizamiento, características de este tipo de acero.



**Figura 49. Metalografía del acero inoxidable 316 en la dirección longitudinal.**



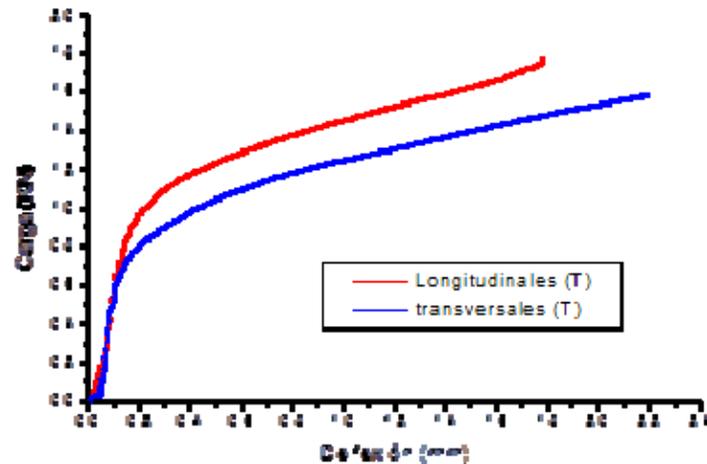
**Figura 50. Metalografía del acero inoxidable 316 en la dirección transversal.**

#### **4.5.2 Caracterización del acero 316 por pruebas de doblez en tres puntos**

La caracterización por doblez en tres puntos (en inglés low bending test) nos proporciona el comportamiento plástico y elástico del material así como el comportamiento del entalle que actúa como un concentrador de esfuerzos.

En la figura 51 se muestra el comportamiento mecánico de las probetas testigo para el acero inoxidable 316 por doblez en tres puntos, tanto en la dirección longitudinal (T = testigo) como en la dirección transversal, dicho comportamiento es el esperado en términos del trabajado

termomecánico de fabricación de la placa laminada y que son el reflejo de la microestructura presente, es decir, se observa que los esfuerzos requeridos para deformar plásticamente las probetas en la dirección longitudinal son mayores que los requeridos en las probetas cortadas en la dirección transversal.



**Figura 51. Caracterización por tres puntos del acero 316 en la dirección longitudinal y transversal.**

Este comportamiento se presenta fundamentalmente debido a que en el proceso de manufactura de la placa, por el trabajado mecánico que se les da, se genera una orientación predeterminada en la microestructura presente dando lugar a una anisotropía en el comportamiento mecánico del material, es decir las propiedades mecánicas dependen de la orientación microestructural. La dirección longitudinal presenta una microestructura de granos deformados paralela a la dirección del trabajado mecánico así como un bandeo de alguna segregación de los aleantes y en la dirección transversal los granos están distribuidos más homogéneamente, menos deformados y perpendiculares a la dirección del trabajado mecánico. Resulta de lo anterior, que al someter las probetas longitudinales a un ensayo de flexión, la carga aplicada será perpendicular a la dirección del trabajado mecánico; como la carga es perpendicular a los granos, los cuales presentan

tamaños y distribución heterogénea, formando fibras (bandeo) mecánicas generadas en el conformado mecánico. Debido a la presencia de estas fibras mecánicas en las probetas longitudinales se requiere mayor concentración de esfuerzos en la punta del entalle para iniciar la deformación plástica, fenómeno que no se presenta en las probetas transversales debido a que la carga aplicada en dichas probetas es paralela a las fibras, en donde los granos son equiaxiales y más homogéneos que en la dirección longitudinal (figura 36) y por lo tanto no se requiere tanto esfuerzo para iniciar la deformación plástica.

Una explicación de porqué las probetas transversales presentan un menor esfuerzo para deformarse plásticamente está basado en el movimiento de los defectos puntuales, una vez que el límite elástico es sobrepasado y después de sobrepasar el límite de fluencia, el desplazamiento de las dislocaciones en sistemas activos que interaccionan con otras en sistemas diferentes, pueden formar por intersección, obstáculos temporales en el deslizamiento simple, o formar obstáculos permanentes formando dislocaciones inmóviles en el plano de deslizamiento. Estos obstáculos se incrementan con la deformación y como resultado las líneas de deslizamiento superficial se vuelven más cortas, su separación es menor y su distribución irregular. Al continuar el incremento de la deformación, existe un aumento en el número de dislocaciones retenidas, elevándose el esfuerzo local interno y reduciendo la deformación plástica producida por un incremento en el esfuerzo aplicado (dicho fenómeno comúnmente es llamado endurecimiento por trabajo). Sin embargo la acumulación de esfuerzos es tan grande que se activan procesos de recuperación en donde disminuye el esfuerzo y se incrementa la deformación.

Los dos principales procesos que producen recuperación son el deslizamiento cruzado (en donde una dislocación pura de tornillo puede desplazarse de su propio sistema a otro que contenga la misma dirección de deslizamiento, por medio de este mecanismo una dislocación puede evitar un

obstáculo en un plano de deslizamiento permitiendo un incremento en la deformación) y el escalonamiento de las dislocaciones (proceso que es activado térmicamente y la cual requiere de migración de vacancias) no esperado en este caso.

Ahora si consideramos que en el esfuerzo máximo se genera una inestabilidad en la microestructura localizada en la punta del entalle ocasionando por un comportamiento inhomogéneo producto del movimiento de los defectos puntuales, procesos de recuperación, etc. La disminución en el esfuerzo requerido para deformar, se puede explicar microscópicamente, en términos de la nucleación y propagación de la grieta en la punta del entalle, fenómeno semejante a la formación del cuello o “estricción” en las probetas cilíndricas del ensayo de tensión.

#### **4.5.3 Pruebas de microdureza en acero 316 irradiado**

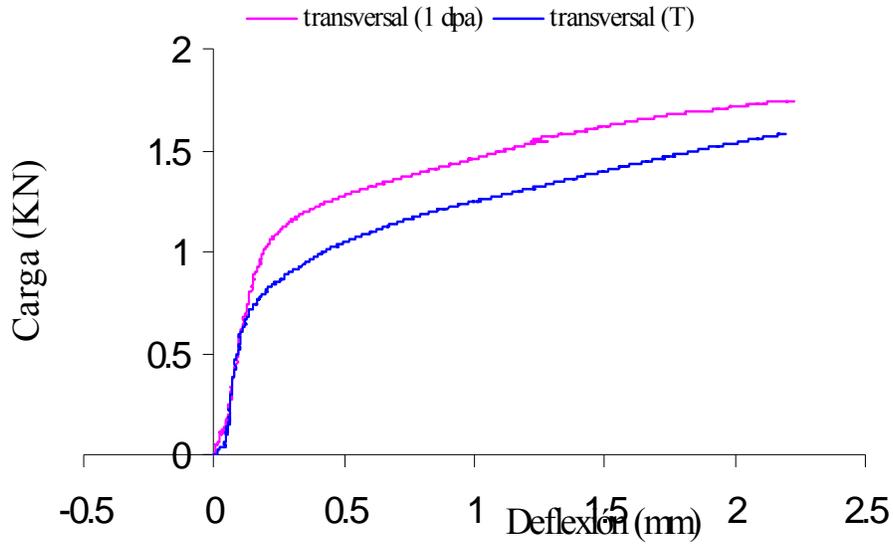
En la tabla 11 se presentan los resultados obtenidos para la prueba de dureza del material irradiado y sin irradiar en la cual se observó un aumento en la dureza debido a la implantación de iones en el material.

**Tabla 11. Resultados de la microdureza en el acero 316 irradiado y sin irradiar.**

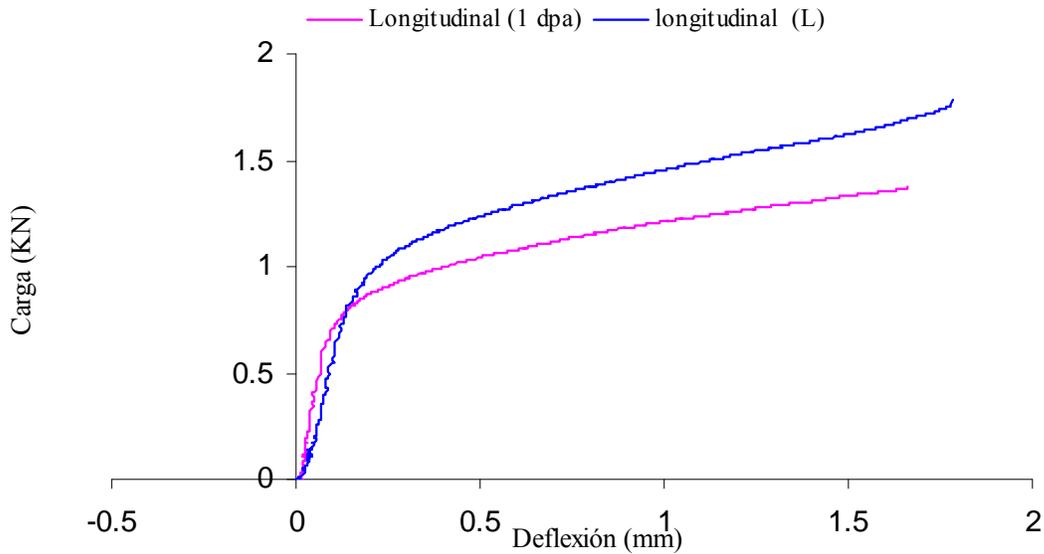
	<b>Transversal</b>	<b>Longitudinal</b>
<b>Testigo</b>	<b>193 Vickers</b>	<b>195 Vickers</b>
<b>Irradiada (1 dpa) Níquel</b>	<b>330 Vickers</b>	<b>263 Vickers</b>

#### **4.5.4 Análisis de la prueba de flexión por la implantación de iones pesados en acero inoxidable 316 a 1 dpa**

Para el acero inoxidable 316 se implantaron iones pesados de níquel a una dosis de 1 dpa. Las curvas de carga contra deflexión, comparadas contra las probetas originales se presentan en las figuras 52 y 53.



**Figura 52. Comparación entre las curvas de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy para la dirección transversal en acero 316.**



**Figura 53. Comparación entre las curvas de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy para la dirección longitudinal en acero 316.**

Una comparación entre probetas testigo y probetas implantadas (I = irradiadas) figuras 5 y 6 dan lugar a una discusión sobre el comportamiento elástico y plástico diferente cuando las probetas son sometidas a irradiación. Las probetas irradiadas (I) presentan un mismo comportamiento

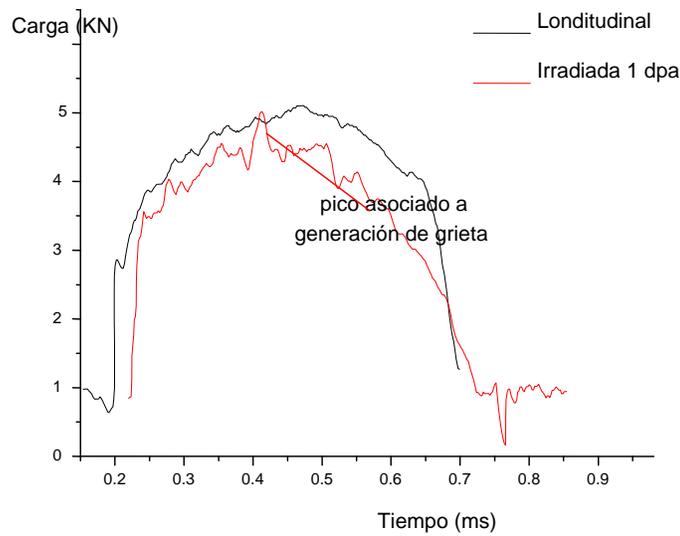
elástico en el sentido transversal (figura 52), pero un diferente comportamiento plástico, el cual se ve reflejado en un aumento el esfuerzo de cadencia. El comportamiento elástico cambia ligeramente en las probetas longitudinales, es decir en la figura 53 se ve separado el régimen elástico de ambas probetas, esto puede producirse debido a que la implantación es un bombardeo de iones sobre una zona muy específica de las probetas (en este caso la zona del entalle), al chocar los iones con el arreglo cristalino se generan cambios en dicho arreglo como pueden ser vacancias, deformaciones en la red cristalina, etc. Los iones implantados quedan atrapados en dislocaciones y otros sitios de gran deformación, generando conglomerados que sirven de obstáculos al movimiento inicial de las dislocaciones. Lo cual genera un endurecimiento en el régimen elástico de estas probetas.

El máximo daño generado con la implantación se presenta en una zona de  $<3 \mu\text{m}$  de espesor (dato obtenido en el programa TRIM 95) con lo que se puede decir que la implantación es un proceso de modificación superficial.

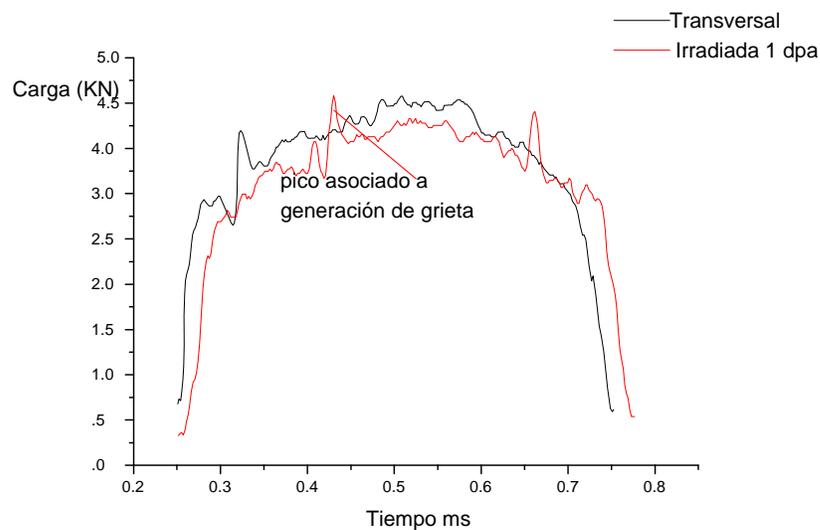
#### **4.5.5. Pruebas de impacto Charpy instrumentado en probetas de acero 316 implantadas con iones de níquel a 1 dpa**

Probetas subdimensionadas tipo Charpy fueron empleadas para obtener las curvas de carga contra tiempo para acero inoxidable implantado con níquel a una dosis de 1 dpa. En las figuras 54 y 55, se puede observar tanto el caso para probetas longitudinales. Como para probetas transversales ( $2.5 \pm 0.5 \text{ J}$ ). En ambos casos las probetas irradiadas presentan una menor energía para la generación y propagación de una grieta ( $2 \pm 0.5 \text{ J}$ ). Representada esta energía como el área debajo las curvas obtenidas. Las curvas de las probetas irradiadas presentan un pico que se puede asociar al inicio de la grieta, esto es, al encontrar una zona fragilizada por la irradiación se absorbe energía suficiente para generar una grieta en la zona fragilizada. Por el contrario para las probetas

sin irradiar este primer pico no se presenta presentando una curva característica de alta plasticidad. Además de que en las curvas de las probetas irradiadas se presenta más señal en forma de ondas que no aparece en las probetas sin irradiar.

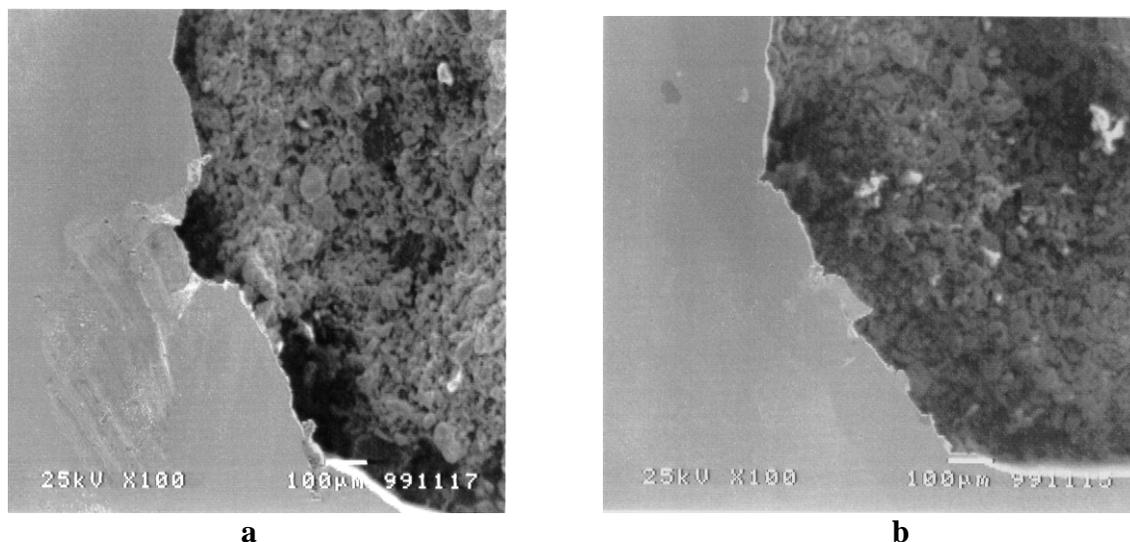


**Figura 54. Curvas de impacto instrumentado para acero 316 irradiado y testigo en la dirección transversal.**



**Figura 55. Curvas de impacto instrumentado para acero 316 irradiado y testigo en la dirección transversal.**

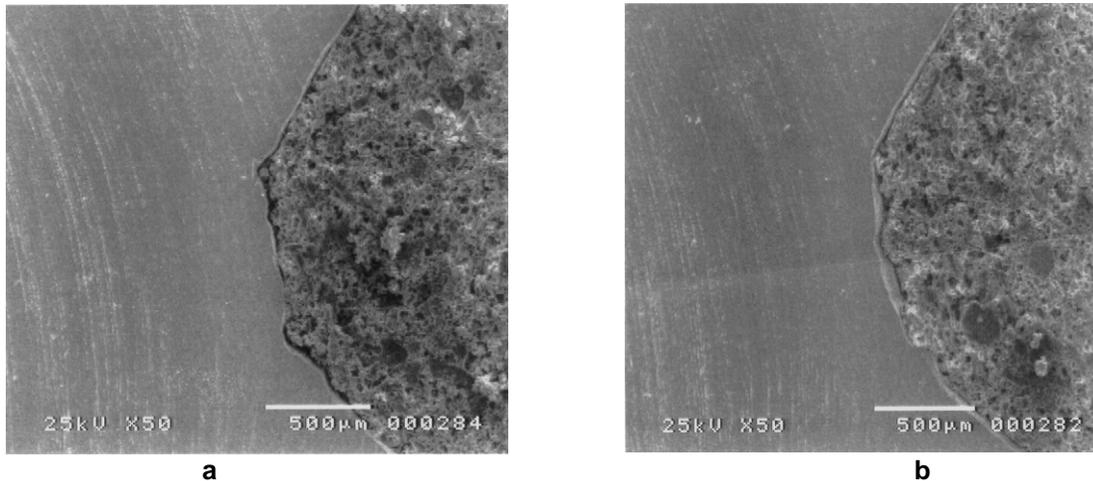
#### 4.5.6. Microscopía electrónica de barrido de la punta del entalle de las pruebas de doblado e impacto



**Figura 56. Comportamiento del entalle en probetas sin irradiar, (a) T (transversal) y (b) L (longitudinal).**

Las observaciones del entalle de las probetas muestran cómo la dirección transversal (izquierda) la concentración de esfuerzos provoca una grieta localizada en la punta del entalle lo cual provoca el sistema de esfuerzos observado en la figura 56, mientras que en la figura de la derecha existe más deformación de la punta del entalle, lo que implica que existe mayor plasticidad y la punta de la grieta se redondea, lo cual provoca una disminución en el esfuerzo.

En las probetas irradiadas a 1 dpa, se puede observar como en las probetas transversales se presenta un endurecimiento y provoca que la punta de la grieta no se redondee sino que exista una concentración de esfuerzos en dos puntos del entalle, mientras que en las probetas longitudinales la plasticidad se mantiene, ya que la punta del entalle se sigue presentando de manera redondeada.



**Figura. 57. Comportamiento del entalle en probetas sin irradiar, (a) transversal y (b) longitudinal.**

Algunas pequeñas grietas se pueden observar en las probetas irradiadas debido a que el endurecimiento activa algún mecanismo para que éstas se propaguen en el volumen no irradiado. Esto ocurre en ambas direcciones.

## **CAPÍTULO 5**

### **CONCLUSIONES**

#### **Sobre la instrumentación del péndulo son:**

1. Se hizo la instrumentación de un péndulo Satec modelo SI-ID3 para obtener registros de carga contra tiempo durante pruebas de impacto Charpy.
2. Se obtuvieron curvas de diferentes materiales metálicos: acero 4140 (templado) y acero 1018, en todos los casos se pudo determinar el nivel de fragilidad de las probetas por la forma de las curvas y por los valores de la energía absorbida.
3. La configuración empleada para la instrumentación fue la de un cuarto de puente, a pesar de que este tipo de configuración intrínsecamente es no lineal en la señal de salida, es posible hacer un análisis adecuado de la curva carga contra tiempo haciendo la calibración correspondiente.
4. Las condiciones en el filtrado de la señal (10 KHz) no modifican la forma de la curva, ya que en ésta se puede observar cada estado de los eventos de fractura en todas las pruebas.
5. El empleo de un péndulo instrumentado para el estudio del proceso de fractura de materiales permite, en principio, obtener información adicional acerca del proceso de nucleación y crecimiento de una grieta generada durante una prueba de impacto mediante la curva carga contra tiempo.

#### **Sobre la fragilización por revenido son:**

1. Estas martensitas nos producen diferentes grados de tenacidad del material lo cual produce un acero que se emplea en diferentes aplicaciones. En nuestro caso particular sirvió para caracterizar curvas de la carga y forma de las curvas de fractura en el uso de un péndulo instrumentado.

**Sobre la fragilización por hidrógeno son:**

1. Bajo carga dinámica la fragilización del acero cargado electrolíticamente con hidrógeno se manifiesta en un agrietamiento secundario al momento de nuclear la grieta y es ligeramente perceptible en la curva de impacto instrumentada.
2. El efecto del hidrógeno sobre el comportamiento mecánico del acero bajo carga estática se manifiesta en una reducción no significativa en la resistencia mecánica; sin embargo, el hidrógeno tiene un efecto muy significativo en la deformación.
3. Bajo carga estática, la presencia del hidrógeno en el acero cambia el aspecto de la superficie de fractura, pasando de la coalescencia de poros al modo de cuasiclivaje.

**Sobre la fragilización por irradiación son:**

1. El empleo de un péndulo instrumentado así como el de probetas subdimensionadas puede usarse para medir daño por radiación en aceros inoxidables además el estudio microestructural ayuda a comprender el daño por radiación en este tipo de materiales

## BIBLIOGRAFÍA

1. ASTM 2298-09. Standard Test Method for Instrumented Impact Testing of Metallic Materials.
- 2.- ASTM-E2248-12. Standard Test Method for Impact Testing of Miniaturized Charpy V-Notch Specimens.
- 3.- ASTM E23 - 07 Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials.
- 4.- ASTM, Metals Handbook Vol. 8. Mechanical Testing. Tenth Edition, 1990 ASM International.
- 5.- An evaluation of the Charpy impact test. ASTM Special Technical Publication 466.5.
- 6.- Pendulum Impact Testing: A century of Progress, STP 1380, p 3-16. T.A. Siewert and M. P. Manahan, C.N.McCowan.
- 7.- White, A. E and Clark, C.L Bibliography on impact testing of engineer research. University of Michigan. 1925.
- 8.- LeChatelier, A. "On the Fragility alter immersion in a cold Fluid" Franch testing commissions Volumen 3, 1892.
- 9.- Manahan, M. P., Sr., Martin F. J., and Stonesifer, R. B., "Results of the ASTM Instrumented/Miniaturized Round Robin Test Program", Pendulum Impact Testing: A Century of Progress, ASTM STP 1380.
- 10.-Instrumentación de péndulos para la ejecución de pruebas de impacto tipo Charpy. Memorias del XV Congreso Internacional Anual de la SOMIM 23 al 25 de septiembre, 2009 Cd. Obregón, Sonora. México
- 11.- F. Korber y A. Storp en "On the force progress during impact testing. MKW- Institute fuer Eseinforschung. Vol 8 1926 p.8.

- 12.- Watanabe, S Study of the impact test by means of piezoelectricity and cathode ray oscillograph Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Res. (IPN) Vol 12 No. 213, 1929 p 99.
- 13.-S. Ono: Proc. 1<sup>st</sup> Japan Cong. For Testing Materials, p 98, 1958.
- 14.- B. Augland: Brit. Weld. J., 1962, Vol. 9, p 434.
- 15.- Measurement of fracture toughness by instrumented impact test. ASTM Special Technical Publication 466. C.E. Turner, 1970, p 93-114
- 16.-S. Sakui, T. Nakamura, and M. Ohmori: Tetsu fo Hagane, 1961, Vol 1, p.38.
- 17.- O. Harsem and H. Application of the instrumented Charpy impact test. ASTM Special Technical Publication 466.
- 18.- R. A. Hartbower. Specimen loading determined by displacement measurement in instrumented Charpy Impact test. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 65, No 4 (2000).
- 19.- ASTM Metals Handbook Vol. 8., Mechanical Testing. Tenth Edition, 1990. ASM International.
- 20.-Zhuo Zhuang, Yongjin Guo. Analysis of dynamic fracture mechanisms in gas pipelines. Engineering Fracture Mechanics 64 (1999) 271-289.
- 21.- R. A. Wullaert. Applications of the Instrumented Charpy Impact Test. Impact Testing Of Metals, ASTM Special Technical Publication.
- 22.-Annual Book of ASTM Standards, Section 3. Metals Test Methods and Analytical Procedures. Volume 03.01. Metals-Mechanical testing; Elevated and Low Temperature Tests, 1986. Norma ASTM E 399.
- 23.- Annual Book of ASTM Standards, Section 3. Metals Test Methods and Analytical Procedures. Volume 03.01. Metals-Mechanical testing; Elevated and Low Temperature Tests, 1986. Norma ASTM E 813.
- 24.- Blanchette, Y., These De Maitrise, Ecole Polytechnique De Montreal, 1980.

- 25.- E. Orozco y A.Vela. Reporte ININ. (1995) No publicado
- 26.-ASTM Metals Handbook Vol. 4., Heat Treating. Tenth Edition, 1990. ASM International.
- 27.-José Apraiz Barreiro, Tratamiento Térmico de los Aceros. 9 edición. Editorial Limusa Noriega Editores. 1997.
- 28.-G. Krauss. Principles of Heat Treatment of steel. American Society of Metals 1988.
- 29.-M.R. Louthan Jr., in: I.M. Bernstein, A.W. Thompson (Eds.), Hydrogen in Metals, ASM, Metals Park, OH, 1974.
- 30.-I.M. Bernstein, R. Garber, G.M. Pressouyre, in A.W. Thompson, I.M. Bernstein (Eds.), Effect of Hydrogen on Behaviors of Materials, TSM-AIME, New York, 1976.
- 31.-C. Zapffe & C. Sims, Trans. AIME, Vol. 145, 1941, p. 225.
- 32.-N.J. Petch & P. Stables, Nature, Vol. 169, 1952, p 842.
- 33.-C. Beachem, in: Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys, NACE, Houston, TX, 1977, p 376.
- 34.-G.E. Kerns & R.W. Staehle, Scripta Met., Vol. 6, 1972, p 631.
- 35.-H.K. Birnbaum, University of Illinois, Urbana, 1980.
- 36.-I.M. Bernstein, Met. Trans., Vol. 1, 1970, p. 3143.
- 37.-F. Nakasoto & I.M. Bernstein, Met. Trans., Vol. 9A, 1978, p 1371.
- 38.-S. Moriya, H. Matsui & H. Kimura, Mater. Sci. Eng., 1979, Vol. 40, p 217.
- 39.-E. Snape, Corrosion, Vol. 24, 1968, p 261.
- 40.-A.R. Troiano, Trans. ASM, Vol. 52, 1960, p 54.
- 41.-T.D. Lee, T. Goldenberg & J.P. Hirth. Met. Trans. Vol. 10A, 1979, p 439.
- 42.-T.D. Lee, T. Goldenberg & J.P. Hirth. Met. Trans. Vol. 10A, 1979, p 199.
- 43.-H. Cialone & R.J. Asaro. Met. Trans. Vol. 10A, 1979, p. 367.
- 44.-R.I. Garber, I.M. Bernstein & A.W. Thompson. Met. Trans. Vol. 12A, 1981, p. 225.

- 45.-A.W. Thompson, in Effect of Hydrogen on Behavior of Materials, ed. by A.W. Thompson & I.M. Bernstein, TMS-AIME, New York, 1976, p. 496.
- 46.- B.A. Gurovich., E.A. Kuleshova., Yu. A Nikolaev., Ya. I Shtrombakh. Assesment of relative contribucion from different mechanisms to radiation embrittlement of reactor pressure vessel steels. Journal of Nuclear Materials 246 (1997) p 91-120.
- 47.- J. Alcalá, A.E. Giannakopoulos, and S. Surech. Continous measurements of load-penetration curves whit spherical microindenters and the estimation of mechanical properties. J. Maters. Res., Vol 13, No. 5 (1998).
- 48.- Poate J.M., Foti G., Jacobson D.C. Modification and Alloying by Laser, Ion and Electron Beams. Plenum Press. New York and London, (1991), p 291-296.
- 49.- Michael Nastasi, James W. Mayer and James k. Hirvonen. Ion-Solid interaction fundamentals and applications. Ed. Cambridge University Press.
- 50.-García Borguez A. “Estudio por TEM de la Evolución Microestructural en Acero Austenítico Irradiado con Iones”. Tesis Doctoral, 1994 ESFM-IPN.
- 51.- Nghi Q. Lam and Gary K. Leaf. Mechanisms and kinetics of ion implatation. J. Maters. Res., Vol 1, No. 2 (1986).
- 52.- L.E. Rehn Production of freely-migrating defects. Journal of Nuclear Materials 174 (1990) p 144-150.
- 53.-An Introduction to Measurements using Strain Gages, p 1-6, 145-152  
Kart Hoffmann.
- 54.- Catálogo A-110-8 para instalación de galgas (strain gages) y accesorios.
- 55.- Electrónica para científicos e ingenieros, p 542-558. R. Ralph Benedict.

56.-Compendio de Electrónica Analógica, p 50, Ediciones Universidad y Cultura.

57.-Nazaré Dos Santos, C- Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro2008.

## ANEXO 1

### ÍNDICE DE FIGURAS

	Descripción	Página
Figura 1.	Algunos modelos de galgas o strain gages que son utilizados en la actualidad.	7
Figura 2.	Forma de las diferentes curvas de impacto instrumentado y su variación con la temperatura de las muestras.	10
Figura 3.	Probetas de patrones de impacto NIST.	11
Figura 4.	Tipos de curvas obtenidas con un péndulo instrumentado de probetas Charpy con diferentes grados de tenacidad.	12
Figura 5.	Valores de energía absorbida del acero 4140 a diferentes temperaturas de revenido.	21
Figura 6.	Dureza del acero UNS G41400 templado en aceite y revenido a una hora.	22
Figura 7.	Se observa como el hidrógeno acumulado ejerce presión hasta formar una ampolla.	24
Figura 8.	Adsorción del hidrogeno por superficies libres y propagación de grietas.	24
Figura 9.	Se presenta la evidencia de cómo el hidrogeno favorece el movimiento de las dislocaciones	25
Figura 10.	Diagrama de máquina pruebas de impacto SATEC modelo SI-1D3.	31
Figura 11.	Sistema de posicionamiento de la probeta.	32
Figura 12.	Gráfica de la prueba de impacto y sus eventos en la probeta.	33
Figura 13.	Esquema del sistema de impacto instrumentado.	33
Figura 14.	Componentes de una galga.	37
Figura 15.	Galga modelo EA-06-125TG-350	37
Figura 16.	Ilustración de la parte inferior del golpeador donde está pegada una de las galgas.	38
Figura 17.	Circuito del disparador del inicio del evento en la prueba de impacto.	42
Figura 18.	Ventana de Visual-Scope.	43
Figura 19.	Las ilustraciones a) y b) nos muestran el panel frontal y trasero del acondicionador amplificador de señales marca VISHAY modelo 2310.	45
Figura 20.	Diagrama de bloques del acondicionador amplificador de señales.	46
Figura 21.	Circuito del puente de Wheatstone (configuración $\frac{1}{4}$ de puente).	47
Figura 22.	Circuito Puente de Wheatstone.	49
Figura 23.	Carga contra voltaje de la galga.	51
Figura 24.	Diagrama TTT del acero UNS G41400.	52
Figura 25.	Metalografía del acero UNS G41400. x 150, ataque químico con Nital.	53
Figura 26.	Orientación del plano del entalle.	54
Figura 27.	Micrografía del acero 1018 a 100X en la dirección de laminación donde se revela bandeamiento.	55
Figura 28.	Metalografía de MEB del acero 1018 atacada químicamente con Nital.	56
Figura 29.	Celda de cargado electrolítico.	56
Figura 30.	Se observa la forma de extracción de las probetas subdimensionadas.	59
Figura 31.	Magnitudes de las probetas subdimensionadas.	60
Figura 32.	Ajuste polinomial de calibración de la galga.	62
Figura 33.	Barras de error en el ajuste polinomial.	63
Figura 34.	Difractograma de la martensita revenida a 100°C por 2h.	65
Figura 35.	Difractograma de la martensita revenida a 400°C por 2h.	65

Figura 36.	Microestructuras de las martensitas revenidas a 100°C por 1 hora, 1.5 horas y 2 horas.	66
Figura 37.	Microestructuras de las martensitas revenidas a 400 ° C por 1 hora, 1.5 horas, 2 horas.	67
Figura 38.	Curvas de impacto de las martensitas revenidas a 100 ° C por 1h(a), 1.5h (b) y 2 h (c).	68
Figura 39.	Curvas de impacto de las martensitas revenidas a 100 ° C por 1h(a), 1.5 h(b) y 2 h (c).	69
Figura 40.	Gráfica de barras de la Energía de iniciación y propagación de las grietas durante la prueba de impacto.	70
Figura 41.	Micrografías de las probetas Charpy revenidas a 100 ° C.	71
Figura 42.	Micrografías de las probetas Charpy revenidas a 400 ° C.	72
Figura 43.	Pruebas de impacto en material testigo y fragilizado.	73
Figura 44.	Fractografía de la zona de iniciación de la grieta de las probetas bajo carga dinámica	74
Figura 45.	Microfractografía de la zona de iniciación de la grieta de las probetas bajo carga dinámica.	75
Figura 46.	Fractografía de las probetas bajo carga dinámica. Región de propagación de la grieta. (a) Testigo (b) con hidrógeno X1000.	75
Figura 47.	Curva de esfuerzo contra deformación de ANSI 1018, fragilizado por hidrógeno.	76
Figura 48.	Fractografía de las probetas bajo tensión, (a) testigo (b) con hidrógeno. X2000.	77
Figura 49.	Metalografía del acero inoxidable 316 en la dirección transversal	78
Figura 50.	Metalografía del acero inoxidable 316 en la dirección longitudinal.	78
Figura 51.	Caracterización por tres puntos del acero 316 en la dirección longitudinal y transversal.	79
Figura 52.	Comparación entre las curvas de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy para la dirección transversal en acero 316.	82
Figura 53.	Comparación entre las curvas de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy para la dirección longitudinal en acero 316.	82
Figura 54.	Curvas de impacto instrumentado para acero 316 irradiado y testigo en la dirección transversal.	84
Figura 55.	Curvas de impacto instrumentado para acero 316 irradiado y testigo en la dirección transversal	85
Figura 56.	Comportamiento del entalle en probetas sin irradiar, izquierda (transversal) y derecha (longitudinal).	85
Figura 57.	Comportamiento del entalle en probetas sin irradiar, izquierda (transversal) y derecha (longitudinal).	86