



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA QUIMICA
E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

DEPARTAMENTO DE INGENIERIA METALURGICA
SECCION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO E INVESTIGACION

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
DOCTOREN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD
EN METALURGIA Y MATERIALES

PRESENTA:
M EN C. JAIME FRANCISCO GARCÍA ROBLEDO.

DIRECTOR:
DR. JOSÉ MANUEL HALLEN LÓPEZ.



MEXICO, D.F., 2011



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D. F., siendo las 12:00 horas del día 13 del mes de Octubre del 2011 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESIQIE para examinar la tesis titulada:

"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"

Presentada por el alumno:

<u>GARCÍA</u>	<u>ROBLEDO</u>	<u>JAIME FRANCISCO</u>
Apellido paterno	Apellido materno	Nombre(s)

Con registro:

B	9	8	0	9	1	0
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

DOCTOR EN CIENCIAS EN METALURGIA Y MATERIALES

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

LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

 _____ DR. JOSÉ MANUEL HALLEN LÓPEZ		 _____ DR. JOSÉ FEDERICO CHÁVEZ ALCALÁ
 _____ DR. ARTURO GARCÍA BORQUEZ	ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA QUIMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN	 _____ DR. ALEJANDRO CRUZ RAMÍREZ
 _____ DR. HÉCTOR JAVIER DORANTES ROSALES	PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES	 _____ DR. JOSÉ ANTONIO ROMERO SERRANO
 _____ DR. JOSÉ JAVIER CASTRO ARELLANO		



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

INDICE.

Sección	Página
RESUMEN	5
ABSTRACT	6
CAPITULO 1	7
1.1. ESTADO DEL ARTE SOBRE LA PRUEBA DE IMPACTO.	7
1.2. EXPERIMENTACION PARA LA INSTRUMENTACION DEL PENDULO	14
1.3. CALIBRACIÓN DE LA GALGA.	36
CAPITULO 2	39
2.1. ESTADO DEL ARTE SOBRE EL TEMPLE Y REVENIDO EN EL ACERO 4140.	39
2.2. EXPERIMENTACIÓN PARA LA FRAGILIZACION POR REVENIDO DEL ACERO 4140.	41
2.3. DISCUSIÓN Y RESULTADOS DE LA TENACIDAD DEL ACERO 4140	43
2.4. CONCLUSIONES SOBRE EL REVENIDO EN EL ACERO 4140.	48
CAPITULO 3	50
3.1. ESTADO DEL ARTE EN FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO	50
3.2. EXPERIMENTACIÓN PARA LA FRAGILIZACIÓN POR HIDROGENO	51
3.4 DISCUSIÓN Y RESULTADOS DE LA PRUEBA DE IMPACTO INSTRUMENTADA PARA EL ACERO 1018 FRAGILIZADO POR HIDROGENO.	53
3.5 CONCLUSIONES SOBRE LA TENACIDAD EN EL FENOMENO DE FRAGILIZACION POR HIDROGENO	58
CAPITULO 4	59
4.1 ESTADO DEL ARTE EN DAÑO POR RADICACIÓN EN EL ACERO INOXIDABLE 316.EN EL ACERO INOXIDABLE 316.	59
4.2 IMPLANTACIÓN DE IONES PARA SIMULAR DAÑO POR IRRADIACIÓN Y CÁLCULO DE LA DOSIS.	62
4.3 SISTEMA DE IMPLANTACIÓN DE IONES.	64
4.4 EXPERIMENTACIÓN PARA EVALUAR EL DAÑO POR RADIACION.	67
4.5. RESULTADOS DEL DAÑO POR RADIACION EN EL ACERO INOXIDABLE 316.	72
4.6. DISCUSIÓN SOBRE LA TENACIDAD POR EL EFECTO DE LA RADIACION	76
4.7. CONCLUSIONES SOBRE LA TENACIDAD POR EL EFECTO DE LA RADIACION EN EL ACERO INOXIDABLE 316	77

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. El primero de los casos de estudio fue observar los cambios de tenacidad de: un acero 4140 templado y revenido. Fenómeno conocido como fragilización por revenido.

En el segundo de los casos se fragilizó por cargado catódico introduciendo hidrógeno en probetas Charpy en un acero 1018, con el fin de observando el comportamiento mecánico en una prueba de impacto instrumentada al fenómeno de fragilización por hidrógeno.

En el 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.

Para estudiar el primer caso se realizó un análisis microestructural por 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 este es un acero que frecuentemente se utiliza para la fabricación de piezas de maquinaria susceptible a temple además de 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 1hr, 1.5 hrs y 2hrs, con el fin de observar la eliminación de esfuerzos del temple. Además se empleó una temperatura de 400° C por 1hr, 1.5 hrs y 2hrs 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, pero un comportamiento diferente puede observarse a 400 °C con el tiempo de revenido mientras que la dureza disminuye la tenacidad sube y cae abruptamente.

Para el segundo caso se fragilizó por cargado catódico introduciendo hidrógeno en probetas Charpy de un acero 1018, con el fin de observando 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 nos muestra 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 cusclivaje generalizado. En cambio 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.

En el tercer caso es conocido que el daño por radiación provoca pérdida de ductilidad en aceros estructurales, el 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 y muchas veces las muestras se activan radiactivamente. Una alternativa 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 a 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 de 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 the present research is a pendulum instrument to observe changes in the tenacity of three physical phenomena that cause fragility in metallic materials. The first case study was to observe the changes of toughness: a quenched and tempered 4140 steel. Embrittlement phenomenon known as tempering.

In the second case is weakened by introducing hydrogen in cathode loaded Charpy specimens in a 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 implanter to simulate neutron damage in a 316 stainless steel with similar characteristics to that of a nuclear reactor vessel. Damage known as radiation embrittlement.

To study the first case was performed a microstructural analysis by SEM to observe the relationship with the fracture toughness in 4140 steel. The fracture toughness was quantified 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 falls 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 coalecencia of pores cusiclivaje 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

CAPITULO 1

1.1. ESTADO DEL ARTE SOBRE LA PRUEBA DE IMPACTO.

Una prueba de impacto convencional nos indica la energía necesaria para que un material sea fracturado. La prueba se realiza de acuerdo a la norma ASTM E2 (2) 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 VS 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 VS 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 deformación y 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 en el *Metals Handbook Vol. 8* ⁽⁴⁾. Lo más común para esta operación es usar strain gages (galgas de deformación) en el martillo para censar el comportamiento de carga contra tiempo del espécimen de prueba.

Los primeros indicios que se tienen de los strain gages datan de mediados de 1830 y fue dado por un efecto, del cual Charles Wheatstone hizo mención hasta 1843, en su primera publicación sobre el circuito puente de Wheatstone que el invento. Este efecto es el cambio de resistencia en un conductor eléctrico debido a efectos de esfuerzos mecánicos. William Thomson (1824-1905) y Lord Kelvin en 1892 presento un trabajo sobre strain gages publicado en 1856.

El cambio de resistencia de un alambre bajo tensión es muy pequeño. Pero para sus mediciones Thomson usó galvanómetros altamente sensibles los cuales son muy útiles en aplicaciones técnicas o para uso en la industria. Pero además solo 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. Diseñaron pistas con películas de carbón para mediciones de esfuerzos pero fueron de poco uso.

Durante 1938 en USA dos investigadores estuvieron trabajando simultáneamente pero por separado sobre la idea de usar el “Efecto de Thomson” para propósitos de medición. Esos estudios llevaron al desarrollo de los strain gages y subsecuentemente a aplicaciones diversas.

Uno de los dos investigadores. Edward E. Simmons, trabajó en California con un material entrelazado, el cual 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 estuvo trabajando en la Facultad de Sismología para el Instituto de Tecnología de Massachussets y midió los esfuerzos debido a las vibraciones de un terremoto sobre un modelo de un tanque de agua resistente a terremotos. 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 comparo 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 fue que la “resistencia eléctrica strain gage de malla” fue inventada. Este tipo de strain gages son los mismos que normalmente se utilizan hoy⁽¹⁴⁾. En la figura 1 podemos observar algunos modelos de strain gages utilizados hoy en día, estos tienen diferentes dimensiones y diseño ya que son utilizados para diferentes tipos de análisis

(14)



Figura 1. Algunos modelos de strain gages que son utilizados hoy en día.

1.1.1. Prueba de Impacto Charpy.

Los primeros registros que se tienen sobre pruebas de impacto aparecen en el año 1849, en el cual se formó una comisión británica para el uso del hierro en la industria ferroviaria, la cual empieza a usar una aproximación a la prueba de impacto. Aparentemente las fallas estructurales en campo condujeron a algunos investigadores a especular como 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 produjo una máquina de caída libre (drop-weight) 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) introduce el uso del entalle en las probetas, encontró que algunos aceros mostraban un comportamiento dúctil en una barra rectangular, mientras que mantenían con comportamiento frágil en probetas sin entalle.

En 1905 Charpy propuso el diseño de una máquina que es similar a los diseños actuales y publica 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 aparece publicado “Método tentativo para pruebas de impacto de materiales metálicos” con la designación ASTM E 23-33T ⁽¹⁾.

En la actualidad la prueba de impacto Charpy es usada para determinar la energía de fractura principalmente en aceros a una temperatura de servicio, esta 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⁽²⁾.

Como se puede ver la prueba es muy antigua NIST a mantenido un programa de calibración de péndulos a nivel mundial. En México con la ley de normalización y metrología publicada en el diario oficial en 1992 y la creación de los reglamentos del SNC en 1993 hicieron posible acreditar a un laboratorio para calibración de péndulos que actualmente viene realizando esta labor en los péndulos en el país⁽³⁾.

1.1.2. Prueba de impacto Charpy instrumentada.

Los primeros registros sobre la instrumentación de un péndulo fueron obtenidos mediante mediciones ópticas, realizaron mediciones en el cambio de la velocidad del péndulo (F. Korber y A. Storp en 1926 y 1928 R. Yamada). Watanabe (1929) usó cristales piezoeléctricos en el yunque para realizar mediciones de carga. Aproximadamente treinta años mas tarde Tanaka y Umekawa (1958) usaron cristales piezoeléctricos en el péndulo y una fotocelda para medir el desplazamiento. En el mismo año Ono utilizó “galgas”(strain gages) como celda de carga en el yunque y concluyo que el estudio de la energía de iniciación y propagación de la grieta no se separan durante una prueba Charpy. B. Augland (1962) analizó la energía absorbida durante la prueba y las relaciono con las mediciones convencionales del péndulo todo esto con galgas en el yunque.

Cottrell en el mismo año uso medidores piezoeléctricos en el péndulo inicio la cuantificación de tenacidad dinámica, usando la formula de doblés en tres puntos pero los resultados de prueba están principalmente arriba de la cedencia con apreciable deformación plástica. Tanaka y Nunomura usaron medidores semiconductores en el péndulo para registrar la carga, ellos registraron el esfuerzo de fractura por la teoría de dobles 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, de manera similar Hendricson y colaboradores obtuvo resultados parecidos sin sus cálculos elaborados de plasticidad. Grumbach

(1967) usando galgas en el péndulo compara favorablemente mediciones de energía y notó una relación uno a uno entre la caída de la carga y el porcentaje de aparición 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⁽⁵⁾.

La figura 2, ilustra esquemáticamente el comportamiento a la fractura como una función de la temperatura de un acero. Como se muestra 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 ⁽⁴⁾.

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 en el cual acontece 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:

$$\square E = E_a (1 - (E_a / 4E_o))$$

Donde :

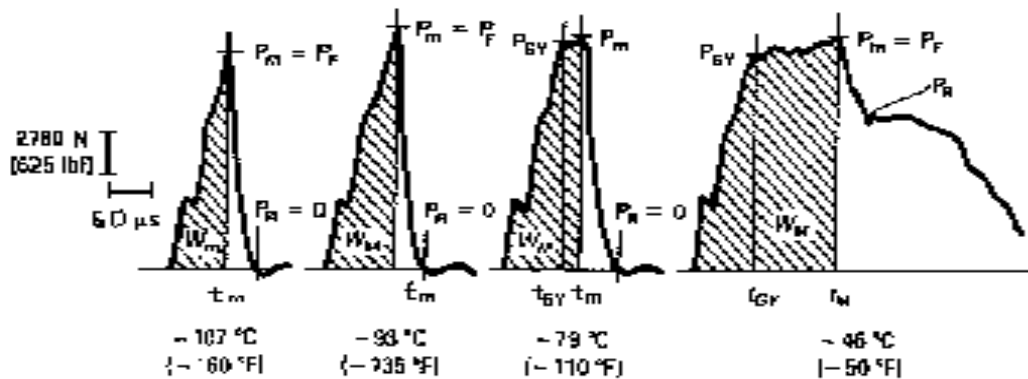
E_o es la energía cinética disponible en el péndulo

V_o es la velocidad de impacto inicial.

m es la masa efectiva del péndulo.

$$E_a = V_o \int P dt.$$

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 construidos para ilustrar varios estados del proceso de fractura indicando el modo de transición del comportamiento de fractura frágil a dúctil.



PM = Carga máxima.

PGY = Cedencia general por carga.

PF = Carga de fractura rápida (generalmente Clivaje).

PA = Carga de frenado después de la propagación de la fractura rápida.

TM = Tiempo para la carga máxima.

TGY = Tiempo para la cedencia general.

WM = 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.

En México, un grupo de investigadores empieza a trabajar en 1995 en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) en la instrumentación de un péndulo, empleando galgas de

deformación ⁽¹⁵⁾. En 1999 en el Instituto de Física de la UNAM se continúa el trabajo para instrumentar un péndulo, colocando sensores de diferente tipo. Con análisis de algunos de los resultados obtenidos se presenta este trabajo. Aquí se describe el proceso de instrumentación del péndulo, se evalúa su funcionamiento y se presentan algunos resultados obtenidos en aleaciones metálicas.

1.2. EXPERIMENTACION PARA LA INSTRUMENTACION DEL PENDULO.

1.2.1. Instrumentación del péndulo marca SATEC modelo SI-1D3.

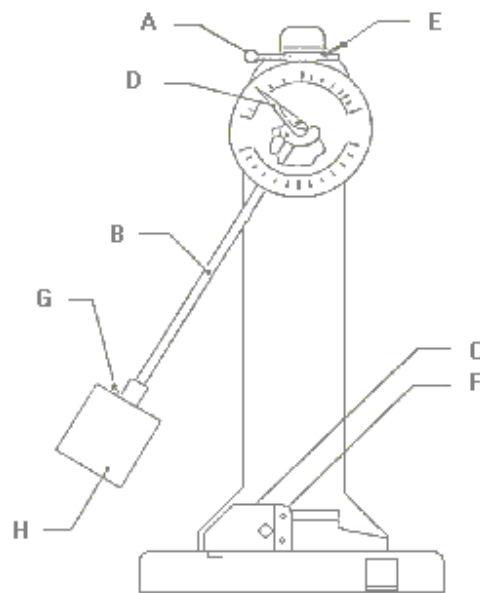


Figura 3. Diagrama de máquina pruebas de impacto SATEC modelo SI-1D3.

- 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.

La señal es generada por una galga. La galga empleada es 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 esta pegada en la parte inferior del golpeador (ver la figura 4). Además se colocaron otras dos galgas adicionales en los soportes de las probetas (ver figura 5).

La señal generada se registra en una tarjeta osciloscopio marca Keithley, 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 mas detalle.

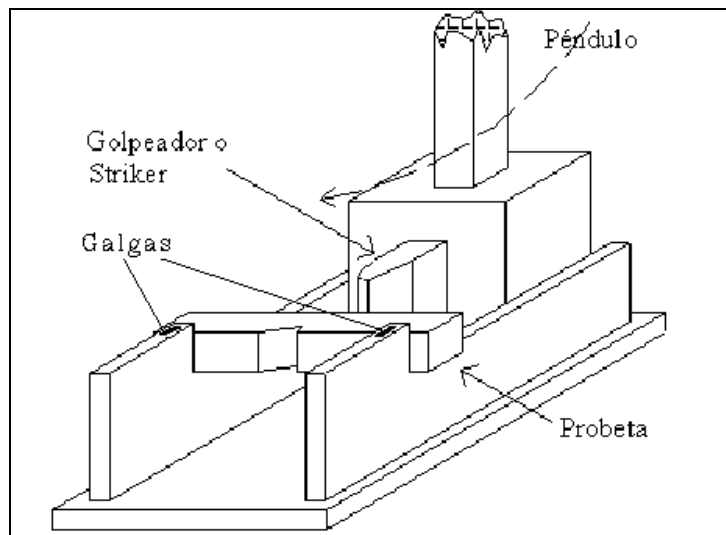


Figura 4. Diagrama del sistema de impacto

La figura 5. nos muestra las fases durante el rompimiento de la probeta en una prueba de impacto, la figura 6. Muestra como 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, descritos en la durante la figura 5.

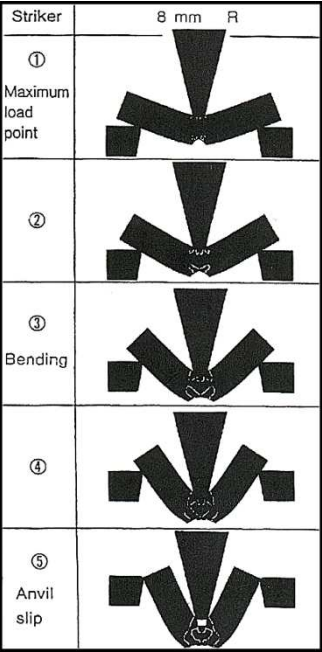


Figura 5. Eventos durante el impacto en la probeta.

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

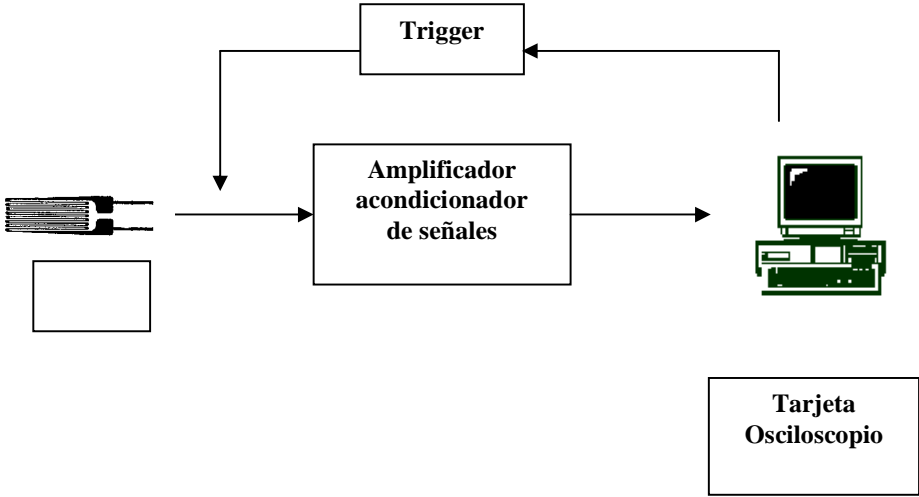


Figura 6. Esquema del sistema de impacto instrumentado.

1.2.3. Galga o strain gages.

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

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 es debido a la deformación del conductor y al cambio en la resistividad “Q” del material conductor como resultado de cambios microestructurales. Estos procesos esta descrito por la siguiente relación:

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

donde:

R= resistencia eléctrica

ε =deformación

ν = razón de Poisson.

Q= resistividad.

De dicha ecuación se entiende que el cambio de resistencia de la galga tiene dos términos, el primer termino esta asociado a la parte geométrica y el segundo a la parte microestructural. Dentro de la parte geométrica encontramos a ε (deformación), donde se define como el cociente de un cambio de longitud entre una longitud de referencia:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l}$$

El factor de sensibilidad de deformación de la galga esta expresado por el cociente del cambio relativo entre la resistencia y la deformación y se representa por el símbolo κ donde:

$$\kappa = \frac{\Delta R / R_0}{\Delta l / l_0} = \frac{\Delta R / R_0}{\varepsilon}$$

El factor κ es un parámetro de proporcionalidad para completar la deformación de la galga el cual esta influenciado por la configuración de la rejilla de medición y la condición de transferencia de la deformación dentro de la rejilla de medición, esta κ usualmente es pequeña. El factor de deformación κ es determinado por el fabricante usando una prueba de muestreo del lote de producción de acuerdo a reglas estadísticas⁽¹⁴⁾.

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

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

Tabla 1. Algunos valores de “k” para diferentes materiales y su composición.

Por otra parte para las galgas de deformación con una con malla de medición de Constantan tienen características no lineales debido a que se encuentran en la región de grandes deformaciones, superiores a 150, 000 μ m/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 strain gages suponen que el esfuerzo sobre el objeto bajo investigación es transferido sin pérdidas al strain gage. Esto requiere de una fuerte unión entre el strain gage 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 o strain gage consta de varias partes, esto lo podemos observar en la figura 7. Además se puede observar las diferentes dimensiones de una galga son importantes, puesto que no todas las galgas son usadas para los mismos análisis.

El largo de la galga es una importante consideración para la selección de un strain gage 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 de la de la figura 8. Se seleccionó este modelo basándose en los resultados de la experiencia adquirida en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares ⁽¹⁵⁾.

Este modelo es de la marca Measurements Group, Inc. (MM), estas son para propósitos generales, pero comúnmente son usados en análisis de esfuerzos. Este strain gage consta de dos elementos ya que vienen dos galgas colocadas a 90 ° cada una, sus secciones tienen una conexión eléctrica común y tienen una resistencia de 350 Ω El material de la malla de medición es Constantan (57 Cu, 43 Ni). Este strain gage 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 strain gages suponen que el esfuerzo sobre el objeto bajo investigación es transferido sin pérdidas al strain gage. Esto requiere de una fuerte unión entre el strain gage 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 o strain gage consta de varias partes, esto lo podemos observar en la figura 8. Además se puede observar las diferentes dimensiones de una galga puesto que no todas las galgas son usadas para los mismos análisis.

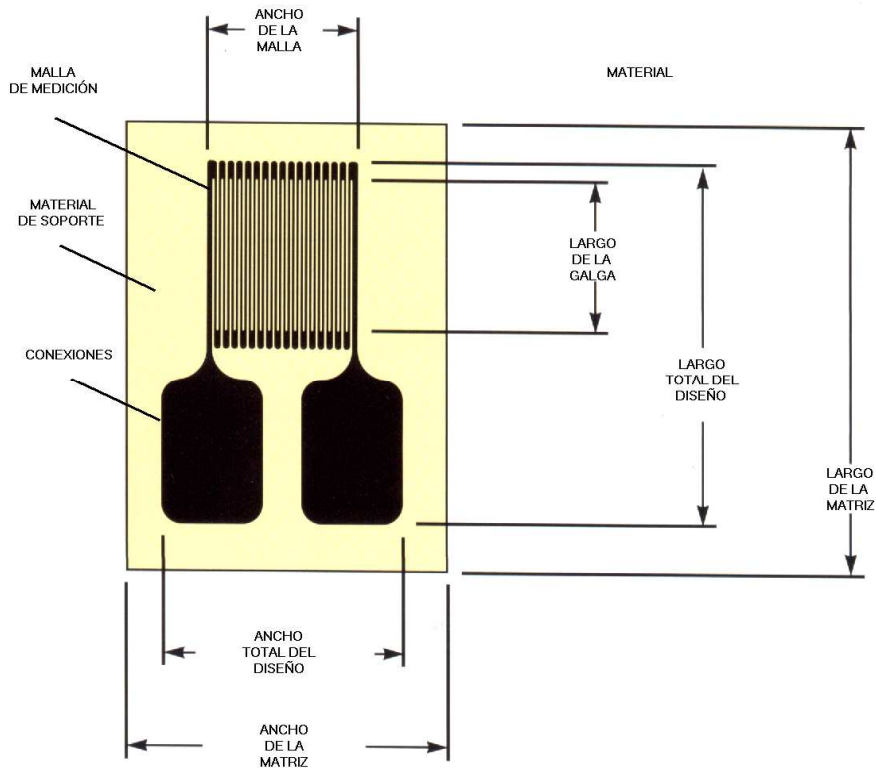


Figura 7. Esquema de una galga.

El largo de la galga es una importante consideración para la selección de un strain gage 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 de la de la figura 8. Se seleccionó este modelo basándose en los resultados de la experiencia adquirida en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares⁽¹⁵⁾.

Este modelo es de la marca Measurements Group, Inc. (MM), estas son para propósitos generales, pero comúnmente son usados en análisis de esfuerzos. Este strain gage consta de dos elementos ya que vienen dos galgas colocadas a 90 ° cada una, sus secciones tienen una conexión eléctrica común y tienen una resistencia de 350 Ω El material de la malla de medición es Constantan (57 Cu, 43 Ni). Este strain gage 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.

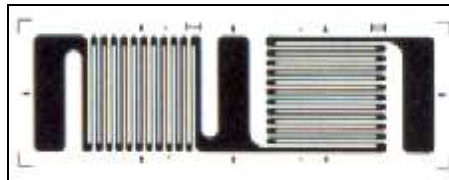


Figura 8 Galga modelo EA-06-125TG-350.

Los strain gages están colocados uno en la parte inferior del golpeador (ver figura 9) y los otros dos en los soportes de las probetas (ver figura 4).

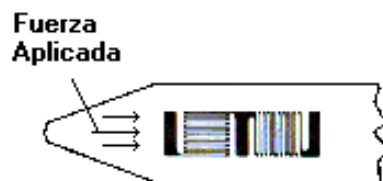


Figura 9 Ilustración de la parte inferior del golpeador donde está pegada una de las galgas.

Por último la parte de los strain gage que utilizamos para medir la fuerza aplicada es la que tiene la malla horizontal (vea la figura 9), por otro lado, la galga con la malla en forma vertical se utilizó para verificar su alineación₍₁₅₎.

1.2.4. Instalación de las galgas.

Para la instalación se utilizó el kit de aplicación para strain gages GAK-2-200 de la marca Micro Measurements (MM). Este incluye todos los suplementos y herramientas especiales para la instalación de galgas el cual 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 cm² de hule grueso.

Además se utilizó el kit de adhesivos para strain gages M-BOND 610 de marca Micro Measurements (MM). Este consta de dos componentes el solvente y el epóxico fenólico, crea un adhesivo para aplicaciones de alta calidad incluyendo 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.

Los pasos básicos para el pegado de las galgas:



Figura 10. Limpieza de galga.

1. Desengrasar completamente el área donde se va a colocar el strain gage con algún tipo de solvente (ver figura 10).

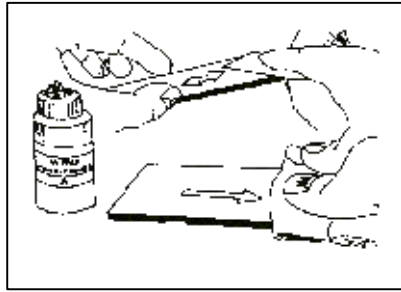


Figura 11. Lijado y desengrasado.

2. El área de trabajo se limpia con la lija del 220 ó 320 según el estado de oxidación, y para terminar se lija la superficie con la de 320 ó 400 según haya sido el caso. La limpieza con la lija se debe de hacer en la misma dirección de donde ira colocado el strain gage. Una vez terminada la limpieza se aplica el acondicionador con una tela de algodón (ver figura 12).

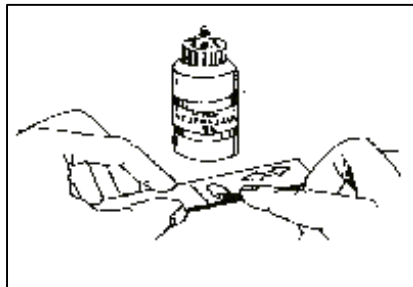


Figura 12. Limpieza de la zona de pegado.

3. Ahora se aplica el neutralizador 5ª en la superficie de trabajo y después se talla la superficie con un cotonete, una vez hecho esto se espera hasta que seque (vea figura 1.3).

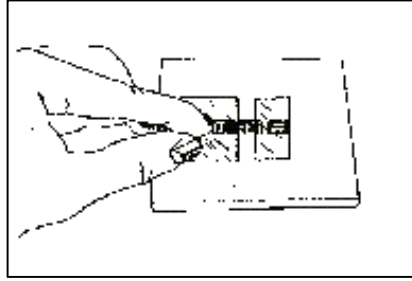


Figura 13 Aplicado de pegamento.

4. Se remueve la galga de su envoltura, debe tener cuidado que la parte inferior de la galga no se esponga a aceite o sudor de las manos por eso se pide que sea tratada con mucho cuidado. Se coloca la galga y las terminales en cinta adhesiva como se observa en la figura 14.

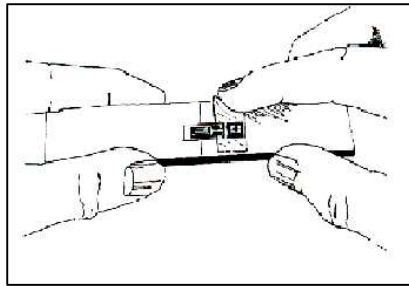


Figura 14. Colocación de la galga.

5. En la superficie donde se va a pegar la galga se pone una marca, para que al momento de pegar se tenga la seguridad que la galga al fijarla va estar bien alineada y de acuerdo a la posición que se tenga en mente (ver figura 15).

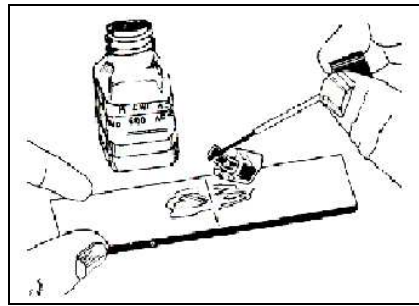


Figura 15. Alineación de la galga.

6. Con mucho cuidado, después de hacer la mezcla para el pegamento de acuerdo al manual de adhesivos para strain gages M-BOND 610₍₁₆₎ se procede a aplicar el pegamento al strain gage, las terminales y la superficie donde se instalarán con las brochitas que contiene el kit para adhesivos antes mencionado (vea la figura 16). Una vez que se ha hecho esto se procede a pegar la galga en la superficie a instalar ayudándose la cinta adhesiva del paso 4.

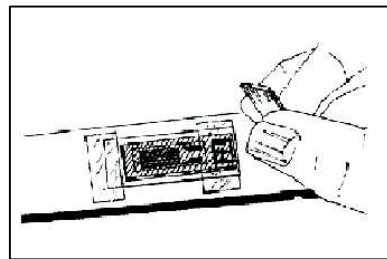


Figura 16. Instalación de la galga.

7. Una vez pegado el strain gage 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 del strain gage con la superficie. Una vez hecho esto se deja 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 del strain gage solamente y se deja secar por 24 horas para después comenzar a soldar las terminales a las conexiones necesarias.

1.2.2. Disparador o trigger.

Existe un disparador (trigger) para obtener la señal dentro de nuestra ventana de exploración, el disparador consta de un circuito serie de una resistencia y una fotorresistencia que están excitadas con una fuente de voltaje de DC.

La fotorresistencia es un componente cuya magnitud ohmica depende de la luz, o sea que presenta una menor oposición al paso de la corriente eléctrica al incidir una mayor luminosidad sobre la sustancia resistiva⁽¹³⁾.

Tenemos un láser, que al hacer incidir su haz en la fotorresistencia hace variar su resistencia y por lo tanto nuestro voltaje en la resistencia que esta conectada en serie, este voltaje es censado con la salida del trigger donde a cierto nivel de voltaje nuestro disparador es accionado y al mismo tiempo la salida de nuestra tarjeta Visual-Scope. Un diagrama del circuito disparador se observa en la figura 17.

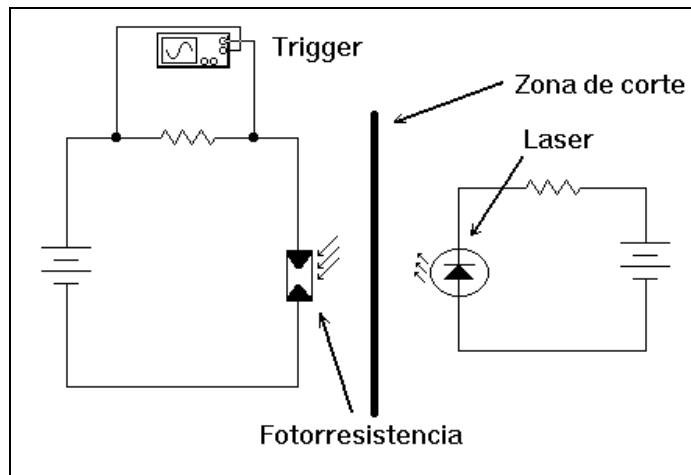


Figura 17.Circuito del disparador

1.2.5. Tarjeta Osciloscopio.

También llamada Visual-Scope es un instrumento de aplicación virtual fácil de usar programado para Microsoft Windows 3.1 o versiones superiores. Combinado con un hardware llamado Pci-Scope, Visual-Scope transforma nuestra PC a un 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 toma mucha ventaja de sus experiencias con otros instrumentos anteriores y minimiza el tiempo requerido de aprendizaje para que nosotros y nuestro equipo utilicemos instrumentos de un osciloscopio basados sobre una PC.

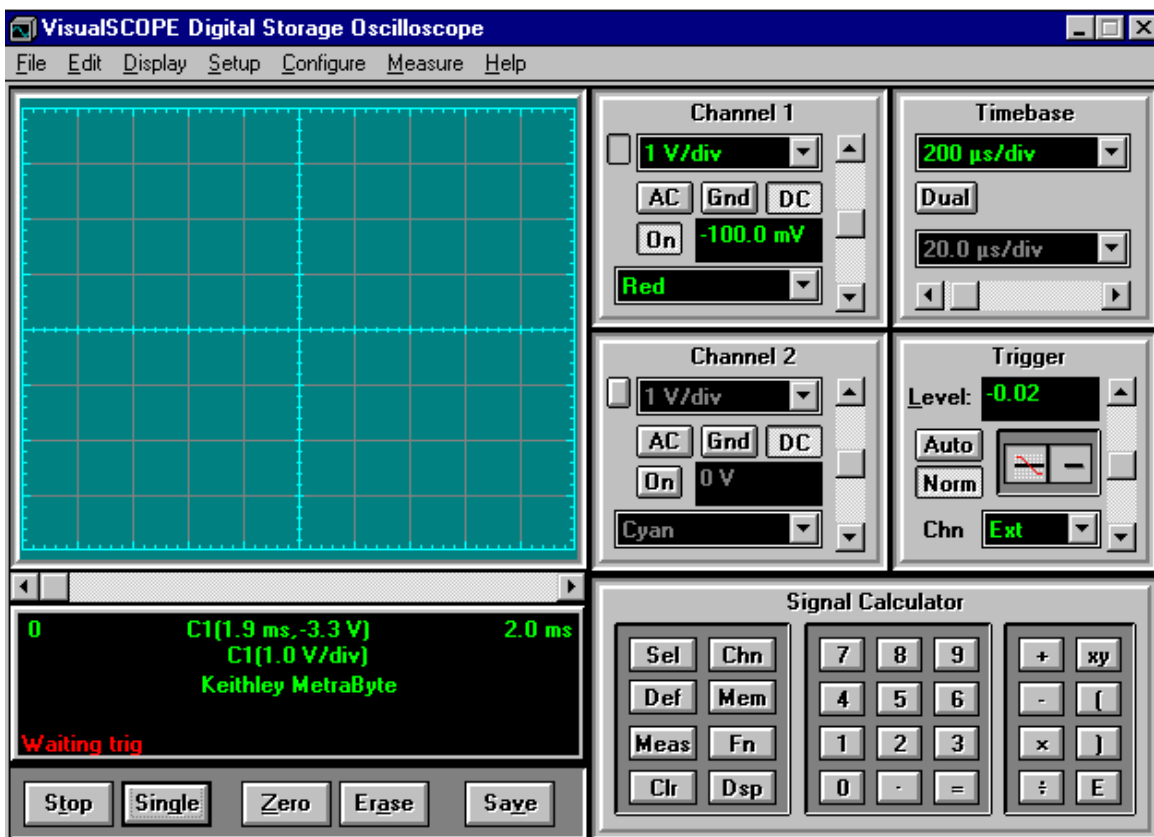


Figura 18. Ventana de Visual- Scope.

Visual-Scope soporta dos canales de entrada analógicos, cuatro canales para desplegar señal y un display alfanumérico. Puedes variar medidas de tiempo, amplitud y frecuencia sobre las señales,

utilizando cursor en manual o automático con el calculador de señal puedes 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 escoger. Puedes adquirir datos de formas de onda en disco, copiarlo a Windows Clipboard, o transferirlos a otras aplicaciones utilizando Dynamic Data Exchange (DDE). Una ventana de Visual Scope la podemos observar en la figura. 18.

Características del Osciloscopio:

- 2 Canales de entrada análogos.
- 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.

1.2.6. Amplificador acondicionador de señales.

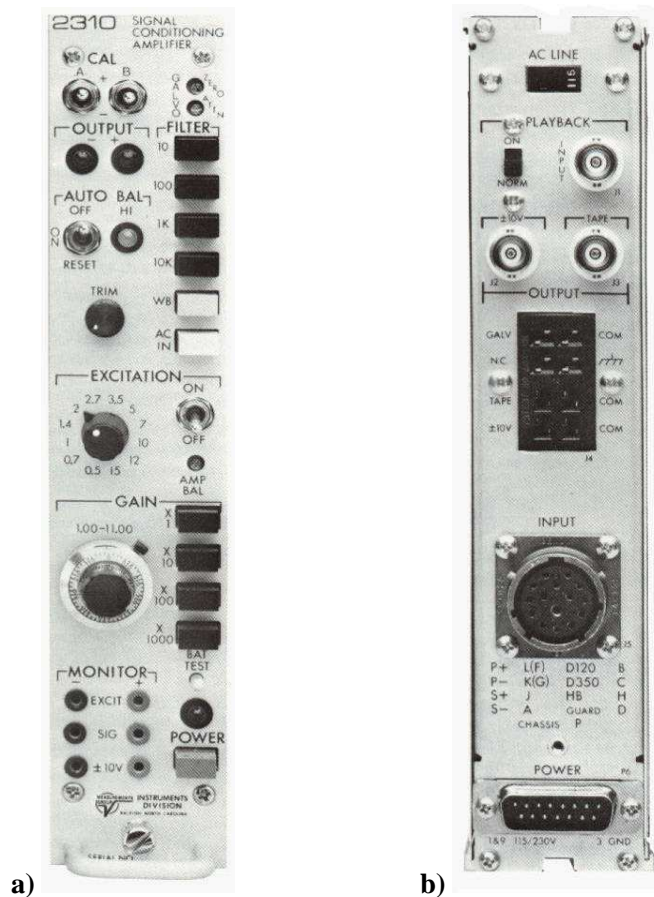


Figura 19. Las ilustraciones a) y b) nos muestran el panel frontal y trasero del acondicionador amplificador de señales marca VISHAY, modelo 2310.

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 utiliza 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.

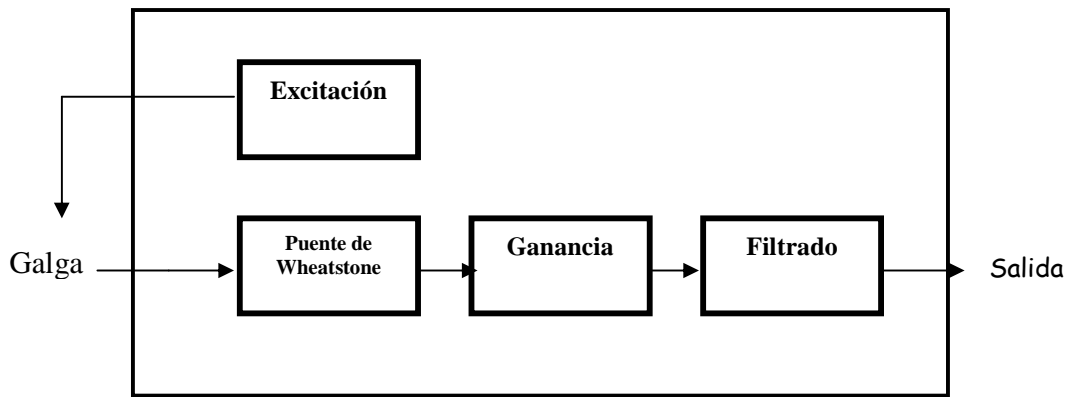


Figura 20. Diagrama de bloques del acondicionador amplificador de señales.

1.2.7. Excitación.

Para seleccionar la excitación del puente existe un switch de selección donde uno puede elegir el nivel de excitación deseado. En análisis de esfuerzo siempre es recomendable una alta excitación ya que la galga puede tolerar esta excitación bajo las condiciones de prueba (galgas de 350Ω o mayores). Pero 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.

1.2.8. 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 donde las que podemos mencionar el $\frac{1}{2}$ puente, $\frac{1}{4}$ de puente y puente completo, pero para nuestro estudio utilizamos el $\frac{1}{4}$ de puente. A continuación haremos un análisis de este, ya que nos ayudara a comprender mejor el funcionamiento de nuestro sistema.

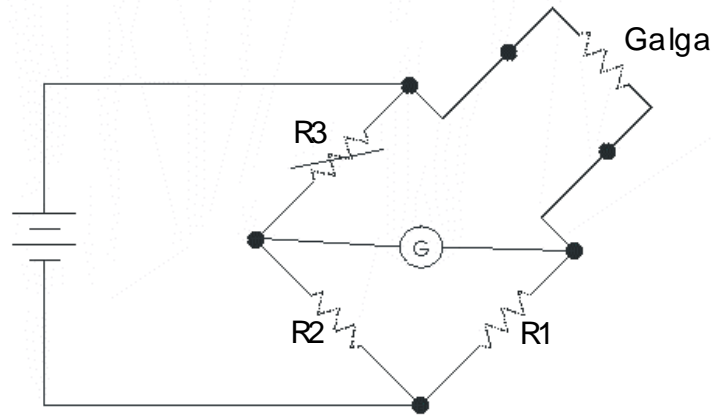


Figura 21. Circuito del puente de Wheatstone (configuración $\frac{1}{4}$ de puente).

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 y es esencialmente un instrumento cuyo mecanismo se desvía a consecuencia de la corriente que pasa sobre él. Este tipo de instrumento esta proyectado de modo que su posición de corriente nula esta en el centro y una corriente en cualquier sentido producirá una desviación en el mismo sentido₍₁₂₎. 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 esta 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

$$\frac{R_1}{R_3} = \frac{R_2}{R_G}$$

Por lo que:

$$R_G = \left(\frac{R_2}{R_1} \right) R_3$$

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 por qué la no-linealidad.

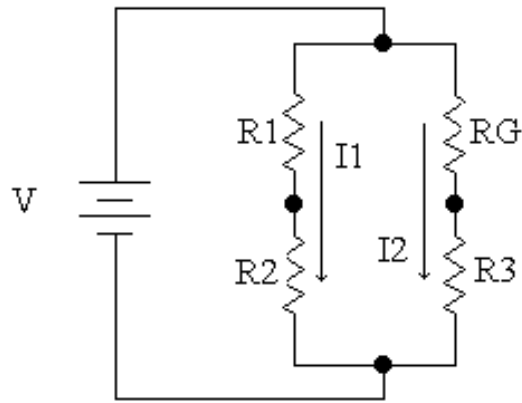


Figura 22. Circuito Puente de Wheatstone.

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 podemos observar, 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 esta R_G .

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

$$I_2 = \frac{v}{R_G + R_3} \dots\dots\dots(1)$$

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

$$V_G = I_2 R_G \dots\dots\dots(2)$$

Si sustituimos (1) en (2) obtenemos.

$$V_G = \frac{v}{R_G + R_3} (R_G) \dots \dots \dots (3)$$

Si dividimos (3) entre R_3 obtenemos:

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

Si hacemos un cambio de variable:

$$V_G = \left(\frac{x}{x+1} \right) v$$

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.

1.2.9. Filtrado.

El acondicionador viene 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. 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).

1.2.10. Ganancia.

Los controles de ganancia están en una perilla donde uno puede ajustarla de entre 1.000 y 11.000, estos valores son multiplicados cuando uno aprieta los botones de X1, X10, etc.

El usuario debe estar consiente 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 minimizara la amplificación de pequeños ruidos que están siempre presentes.

1.3. CALIBRACIÓN DE LA GALGA.

Se calibró la deformación de la galga, colocando la celda de carga en una máquina de tensión - compresión marca Shimatzu. Se aplicó carga en incrementos de 0.1kN hasta 2.5kN y otra de 2.5 kN a 20kN obteniendo una señal de salida en un voltímetro (Keithley, 196 System de 8 dígitos) donde obtuvimos dos series de datos que al graficarlos nos dio por resultado una curva como la que se muestra en la figura 4.3.1. Como mejor a aproximación a la señal se propone un ajuste con una ecuación polinomial de grado 5 (Figura 25). La figura 24 nos 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 (ver figura 23).

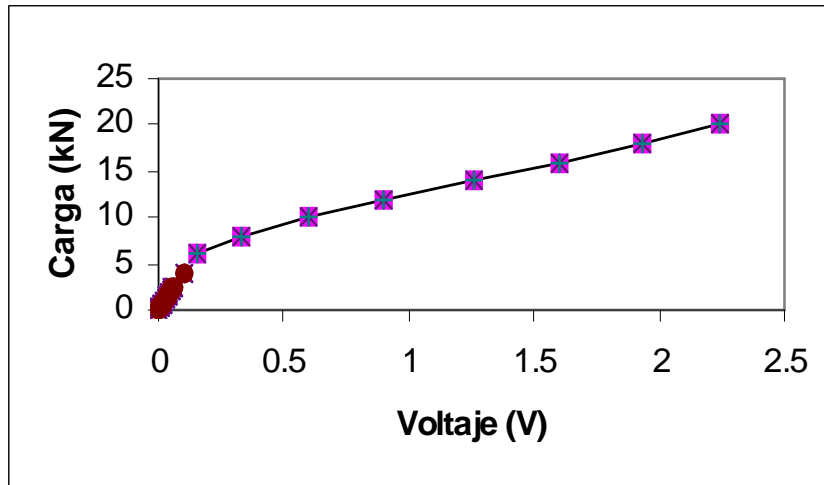


Figura 23. Gráfica obtenida de calibración de la galga.

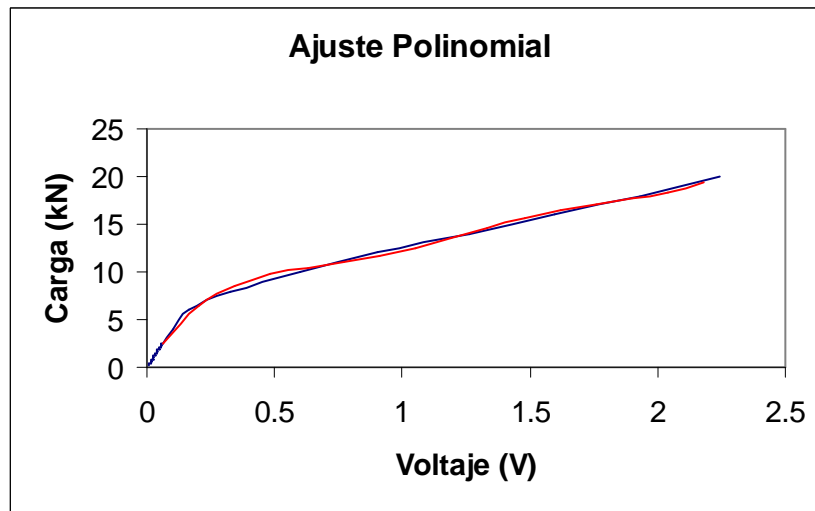


Figura 24. Gráfica de ajuste polinomial de calibración de la galga.

Regresión polinomial.

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

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

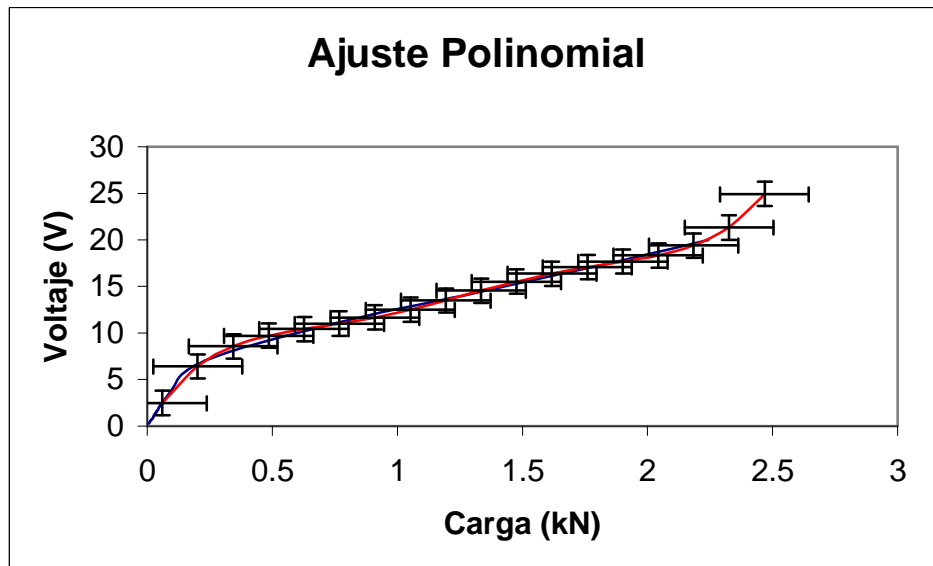


Figura 25. Gráfica de Error en el ajuste polinomial.

Bibliografía.

1. Pendulum impact testing: A century of progress, STP 1380, pp. 3-16.
T.A. Siewert and M. P. Manahan, C.N.McCowan
2. Norma ASTM E23. Método para pruebas de impacto en probetas con entalle en materiales metálicos.
3. De la Metrología Vol. 4 No. 3 1997, pp. 2-15.

4. ASTM, Metals Handbook Vol. 8 pp. Mechanical Testing. Tenth Edition, 1990
ASM International.
 5. Measurement of fracture toughness by instrumented impact test. ASTM special technical publication 466. C.E. Turner, 1970, pp. 93-114
 6. An evaluation of the Charpy impact test. ASTM special technical publication 466.
 7. O. Harsem and H. Application of the instrumented Charpy impact test. ASTM special technical publication 466.
R. A. Hartbower
 8. Application of the instrumented Charpy impact test. ASTM special technical publication 466.R.
A. Hartbower.
 9. Specimen loading determined by displacement measurement in instrumented Charpy Impact test. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 65, No 4 (2000).
Lorriot, T.
 10. Pendulum Impact Machines. ASTM Publication Code Number (PCN). Thomas A. Siewert and
A. Karl Schmieder.
 11. Catalogo A-110-8 para instalación de galgas (strain gages) y accesorios.
 12. Electrónica para científicos e ingenieros, pp. 542-558.
R. Ralph Benedict.
 13. Compendio de electrónica analógica, pp. 50, Ediciones Universidad y Cultura.
 14. An Introduction to Measurements using Strain Gages, pp. 1-6, 145-152
Kart Hoffmann.
- E. Orozco y A.Vela. Reporte ININ. (1995) No pu

CAPITULO 2

2.1. ESTADO DEL ARTE SOBRE 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 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 de tiempo y luego enfriándolo generalmente al aire y otras veces en aceite o agua, según la composición ^(1,2).

La martensita es una solución sólida intersticial en la que los átomos de carbono de C se encuentran en el centro de las aristas del cubo de hierro. Al ser templado un acero, 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.

La martensita es una solución sólida supersaturada con una alta densidad de defectos. Si la martensita es recocida a diferentes temperaturas los átomos y los defectos llegan a ser movidos a un gran número de formas de microestructura intermedias por los siguientes procesos.

- Reducción de esfuerzos elásticos internos que no han sido reducidos por la transformación de corte de la red.
- Reacomodo de las redes de dislocaciones y aniquilación de dislocaciones.
- Crecimiento de grano.
- Precipitación de fases estables o metaestables en la red de martensita o en los defectos.
- Descomposición o transformación de la austenita residual.

Entre 20 y 250 °C se produce segregación de carbono hacia las dislocaciones y precipitación de carburo epsilon hacia las dislocaciones y posiblemente la coherencia del carburo alfa' en la red.

Además la tetragonalidad de la martensita decrece o desaparece y la estructura llega a ser similar a una bainita baja. Las dislocaciones son estorbadas para envejecer por las partículas.

Entre 200 y 300 °C se descompone la austenita retenida a bainita.

Entre 250 y 400 °C se forma cementita y austenita en la frontera de grano por la transformación de algunas partículas de carburo epsilon, existe envejecido de las dislocaciones y desaparición de los carburos (3).

La prueba mecánica utilizada comúnmente para evaluar el tratamiento térmico es el ensayo de dureza, en este trabajo se presenta como la dureza no es una prueba definitiva y para un análisis estructural de integridad una mejor prueba podría ser la de calcular la tenacidad a la fractura a través de una prueba de impacto instrumentada donde se mantiene el bajo costo de la prueba y la rapidez del ensayo.

2.2. EXPERIMENTACIÓN PARA LA FRAGILIZACIÓN POR REVENIDO DEL ACERO 4140.

El material empleado fue un acero UNS G41400 en forma de placa 12.7 mm de espesor sin tratamiento térmico con la siguiente composición química y las siguientes propiedades mecánicas, mostradas en las Tablas II y III, respectivamente:

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

Tabla II. Composición química.

Resistencia a la tracción	Esfuerzo de fluencia
792 MPa	620 MPa

Tabla III. Propiedades mecánicas.

Este material se clasifica como acero al cromo - molibdeno, y posee buenas 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, etc.⁽⁴⁾.

Se maquinaron probetas de impacto tipo Charpy las cuales se sometieron a un ciclo de tratamiento térmico de temple y revenido para producir diferentes grados de tenacidad.

El tratamiento de temple consistió de una austenización a 850°C por espacio de 30 minutos seguido de un rápido enfriamiento en aceite como medio de temple. Inmediatamente después, las probetas se introdujeron en el horno de revenido para evitar agrietamiento, las condiciones de revenido se muestran en la Tabla IV:

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

Tabla IV. Condiciones de revenido.

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

Pruebas por triplicado fueron realizadas en una maquina de impacto instrumentada, marca SATEC modelo SI - 1D3 con capacidad máxima de 162 J. Además se tomaron mediciones de dureza en un durómetro marca Buehler, empleando la escala Rockwell C.

Una caracterización por rayos X, fue llevada a cabo en un difractómetro SIEMES D 5000, así como una caracterización microestructural después del revenido se realizó con un microscopio electrónico de barrido Jeol modelo JSM 5200, revelada utilizando un ataque químico de Nital al 2% durante 15 s.

2.3. DISCUSIÓN Y RESULTADOS DE LA TENACIDAD DEL ACERO 4140.

A continuación se presenta una tabla de las pruebas mecánicas realizadas al material bajo estudio.

Condición	Tenacidad (J)	Dureza(Rc)
100°C 1 h de revenido	3	60
100°C 1.5 h de revenido	4.5	60
100°C 2 h de revenido	7	59
400°C 1 h de revenido	12	51
400°C 1.5 h de revenido	27	44
400°C 2 h de revenido	16	43

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

Análisis por rayos X.

Los rayos x muestran que no existe variación en la estructura cristalina del material con los diferentes tratamientos térmicos, esto es la martensita mantiene sus características cristalográficas, solo cambia de apariencia microestructural como se vera mas adelante. En la figura 26, se presentan dos difractograma a 2hr de revenido, a 100 y a 400°C.

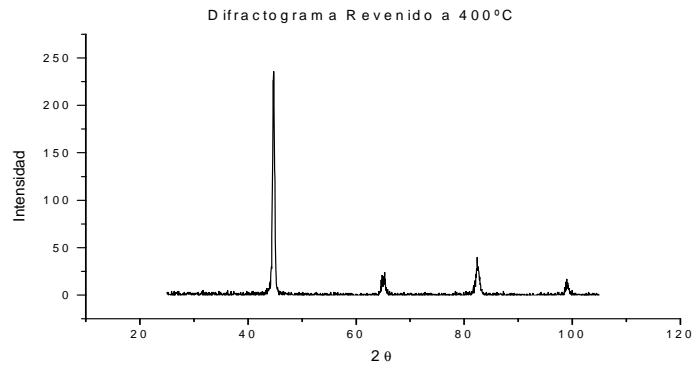
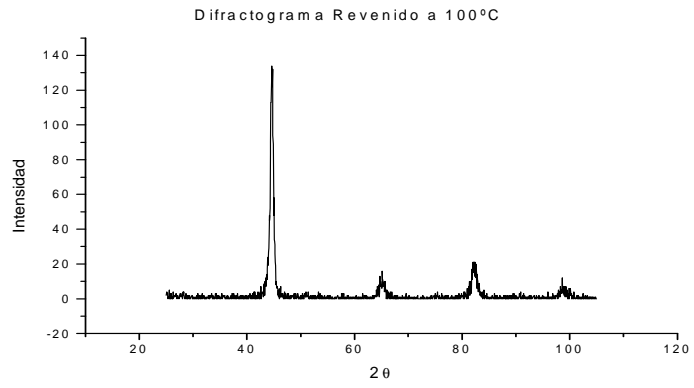


Figura 26. Difractogramas de la evolución de la martensita.

Revenido a 100°C.

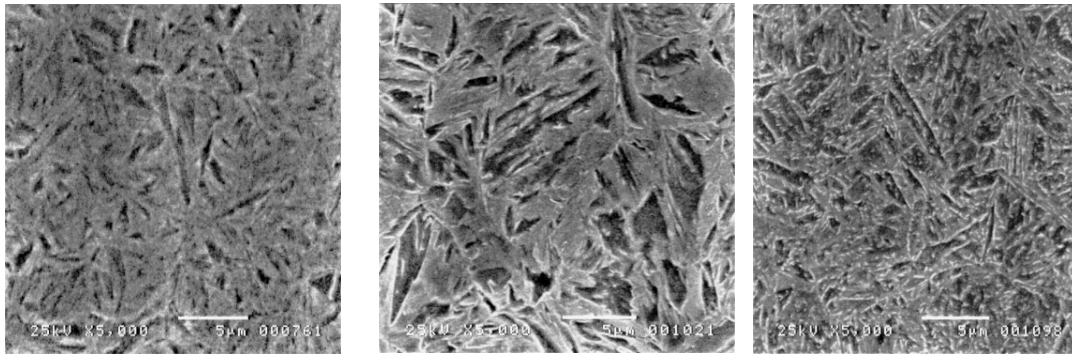


Figura 27. Microestructuras de las martensitas revenidas a 100°C por 1 Hr, 1.5 Hrs, 2 Hrs.

Como puede observarse a esta temperatura de revenido la dureza prácticamente se mantiene alrededor de los 60 HRC. A 1 hr la microestructura es principalmente de agujas de martensita con altos esfuerzos retenidos.

En el caso de 1.5 h, se observa claramente, la presencia de precipitación de carburo epsilon es lo que mantiene la dureza más o menos estable, aunque ya existe un cambio microestructural con el tratamiento, las agujas pierden su forma y los carburos son atacados rápidamente por el nital.

En el caso de 2 h se observa que la microestructura pierde su forma acicular y existen menos carburos ya que estos posiblemente transformaron a cementita la cual ya es un constituyente estable y además esta se presenta de una manera más homogénea envolviendo las agujas de martensita.

Revenido a 400°C.

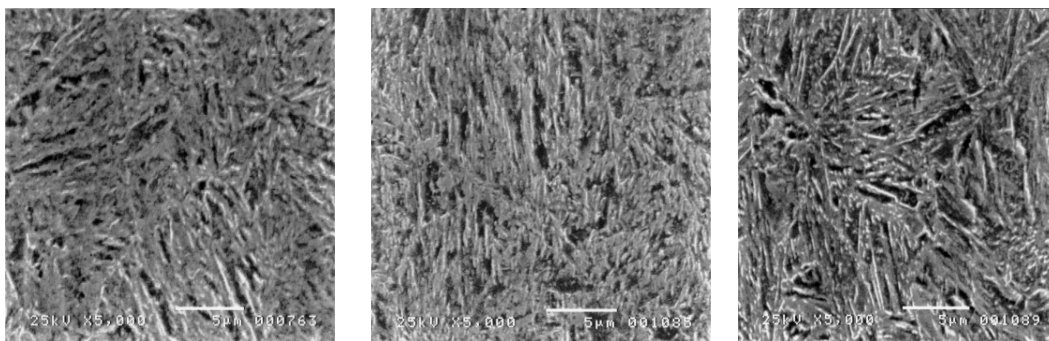


Figura 28. Microestructuras de las martensitas revenidas a 400°C por 1 Hr, 1.5 Hrs, 2 Hrs.

En esta etapa la precipitación de cementita y austenita controlan las propiedades mecánicas como la dureza, con el aumento del tiempo de recocido las agujas de martensita pierden su forma la dureza se disminuye de 60 a 40 HRc. A una hora de tratamiento, encontramos agujas muy crecidas y rodeadas de cementita.

A 1.5 horas, encontramos que las agujas perdieron completamente su forma y la dureza ya disminuyó alrededor de 43 HRc

A dos horas de tratamiento, se vuelven a presentar agujas pero la cementita casi rodea todas las agujas de martensita formando una red intermitente, además de precipitar dentro de las agujas de martensita, La dureza disminuye hasta 40 RHc.

Curvas de impacto revenido a 100°C.

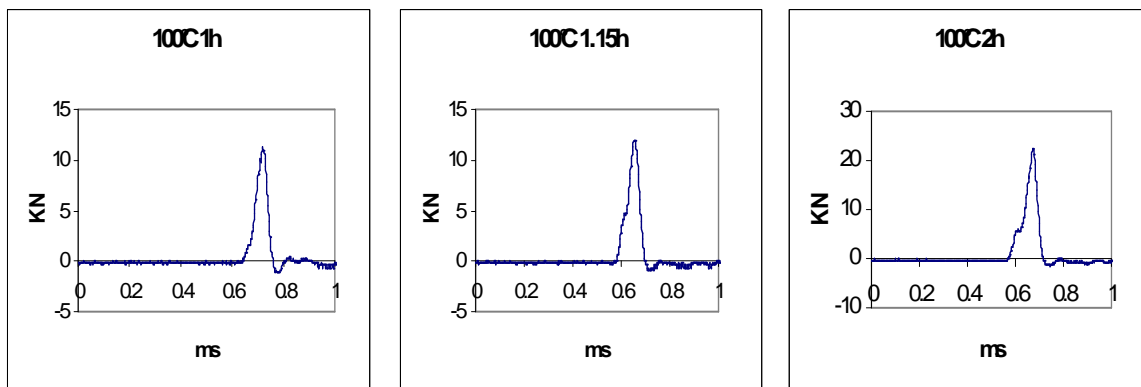


Figura 29. Curvas de impacto de las martensitas revenidas a 400°C por 1 Hr, 1.5 Hrs, 2 Hrs.

Aparte de todo el cambio microestructural sucedido anteriormente, el envejecimiento de las dislocaciones controlan la tenacidad del material en la figura 29(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 (5). 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, en a 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 maquinas de impacto al obtener una señal digitalizada.

Curvas de impacto revenido a 400°C.

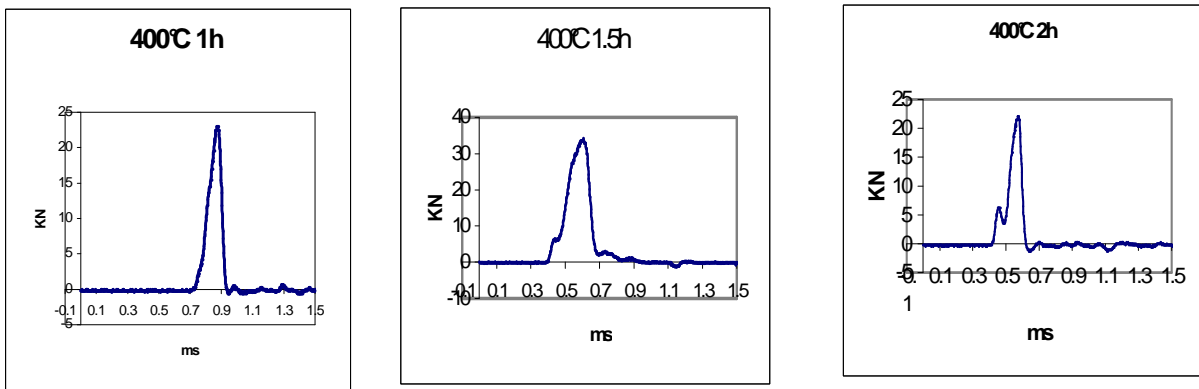


Figura 30. Curvas de impacto de las martensitas revenidas a 100°C por 1 Hr, 1.5 Hrs, 2 Hrs.

La tenacidad alcanzada en la figura 30(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 solo existe relevado de esfuerzos pero la tenacidad no sigue un comportamiento ascendente con el tiempo de recosido sino que esta alcanza un máximo a 1.5h y luego disminuye hasta obtener casi el mismo valor que a 1h. 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 porque se da la fragilización por revenido en este tipo de aceros. Un resumen de las curvas

presentadas anteriormente es posible según Blanchet ^(6,7), el cual identifico con caída de potencial, el momento en que se iniciaba la grieta la cual coincide con la carga máxima, con lo cual se presenta la energía de iniciación y propagación de la grieta (figura 31).

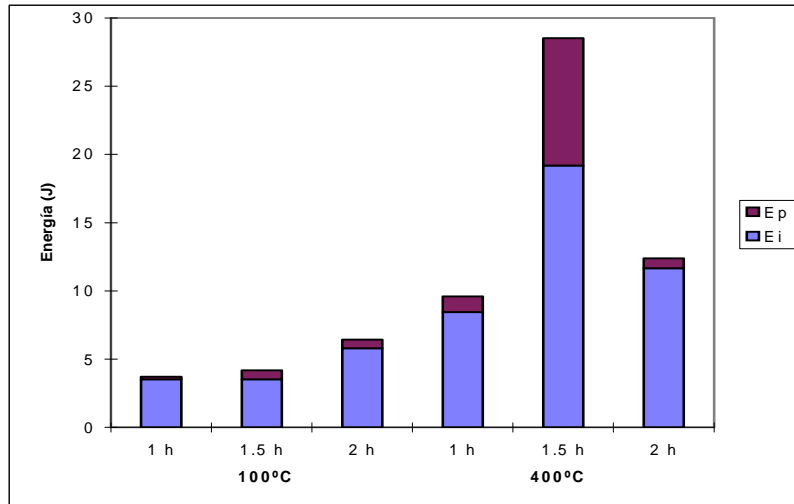


Figura 31. Grafico mostrando la energía de iniciación y propagación de las grietas durante la prueba de impacto.

2.4. CONCLUSIONES SOBRE EL REVENIDO EN EL ACERO 4140.

Las diferentes microestructuras obtenidas de un acero 4140 templado y revenido, no presentan cambio cristalográfico por lo que se trata de martensitas revenidas con diferentes formas.

Estas martensitas nos producen diferentes grados de tenacidad del material lo cual produce un acero que se emplea en diferentes aplicaciones.

Referencias

- [1] R. E. Reed-Hill and R. Abbaschian, Principles of Physical Metallurgy, PWS-Kent Pub. Co., 1992.
- [2] Temple del acero. Ellen Weyer, Ed. Aguilar, 1972.
- [3] Cahn, Haasen editors. Physical Metallurgy, Third edition part II.

- [4] ASTM Metals Handbook Vol. 1., Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys. Tenth Edition, 1990. ASM International.
- [5] R. A. Wullaert. Applications of the Instrumented Charpy Impact Test. Impact Testing Of Metals, ASTM Special Technical Publication.
- [6] Blanchette, Y., These De Maitrise, Ecole Polytechnique De Montreal, 1980.
- [7] ASTM Metals Handbook Vol. 8., Mechanical Testing. Tenth Edition, 1990. ASM International

CAPITULO 3

3.1. ESTADO DEL ARTE EN FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO..

Un problema que se ha venido presentando principalmente en la industria química y petrolera, es la fragilización y el agrietamiento de algunos aceros por efecto del hidrógeno; este fenómeno se manifiesta en una pérdida de las propiedades mecánicas, reduciendo la vida en servicio de las tuberías.

Este tipo de daño es una forma de falla asistida por el ambiente resultante de la acción combinada del hidrógeno y esfuerzos residuales o aplicados. En las aleaciones, la fragilización por hidrógeno se manifiesta de diferentes formas, como el agrietamiento, la formación de ampollas y variaciones en la ductilidad.

Entre los factores físico - químicos de mayor consideración en el daño por hidrógeno se encuentran el pH, la difusividad del hidrógeno en el acero, la concentración de hidrógeno en el sistema, la temperatura y la presencia de elementos veneno en el fluido (generalmente los fluidos transportados por las tuberías de la industria petrolera contienen pequeñas cantidades disueltas de H₂S, CO y algunos otros compuestos sulfurosos, generando un ambiente amargo, agresivo para el acero), entre otros.

El hidrógeno penetra en el acero en forma atómica, difundiéndose fácilmente hacia regiones de altos esfuerzos triaxiales, formándose en estos sitios hidrógeno molecular ; como consecuencia puede nuclearse o propagarse una grieta, y es posible que dicha propagación propicie la fractura del componente.

El tipo de fractura que presentan los materiales afectados por el hidrógeno, dependerá principalmente de la trayectoria de éste desde la fuente que lo produce hasta los sitios colectores. Microscópicamente la apariencia de la superficie de fractura es alterada por el hidrógeno.

La fragilización por hidrógeno en aleaciones ferrosas y no ferrosas ha promovido diversos estudios, con el fin de entender y controlar este fenómeno.

El método de cargado electrolítico simula condiciones y comportamiento similar a los cuales los materiales en servicio están expuestas, controlando de esta forma la introducción del hidrógeno en el acero. Una prueba de impacto instrumentada nos proporciona información de la nucleación y propagación de una grieta y seguir la evolución de las mismas en la curva carga contra tiempo.

3.2. EXPERIMENTACIÓN PARA LA FRAGILIZACIÓN POR HIDROGENO.

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 del acero se presenta en la Tabla I.

%C	%Mn	%Si	%P _{máx}	%S _{máx}
0.18	0.75	0.15	0.05	0.05

Tabla VI Composición del acero

Cargado electrolítico del hidrogeno. 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. Un alambre de platino, que funcionó como un ánodo y se conectó al polo positivo de la fuente.

El electrolito fue una solución acidulada, la cual se preparó con ácido sulfúrico (H₂SO₄) al 0.5 M, en agua bidestilada con un pH de 1; esta solución es la fuente de hidrógeno. A ese electrolito se le adicionó bisulfuro de carbono (CS₂). El bisulfuro de carbono funciona como una solución veneno,

el cual 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 CS₂ en H₂SO₄ al 0.5M

La densidad de corriente utilizada fue de 50 mA/cm² durante un periodo 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 II, disueltos en agua bidestilada.

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

Tabla VII Solución para el recubrimiento con cadmio

Para preparar un litro de solución, primero se agregaron 112 gramos de NaCN agitando hasta que se disolvieran, 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/cm². 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. Además para verificar que

efecto de fragilización del hidrogeno se realizaron pruebas de tensión a una baja velocidad de deformación y se realizo un estudio fractografico tanto en la superficie de fractura de las probetas de tensión como en las probetas Charpy.

3.4 DISCUSIÓN Y RESULTADOS DE LA PRUEBA DE IMPACTO INSTRUMENTADA PARA EL ACERO 1018 FRAGILIZADO POR HIDROGENO.

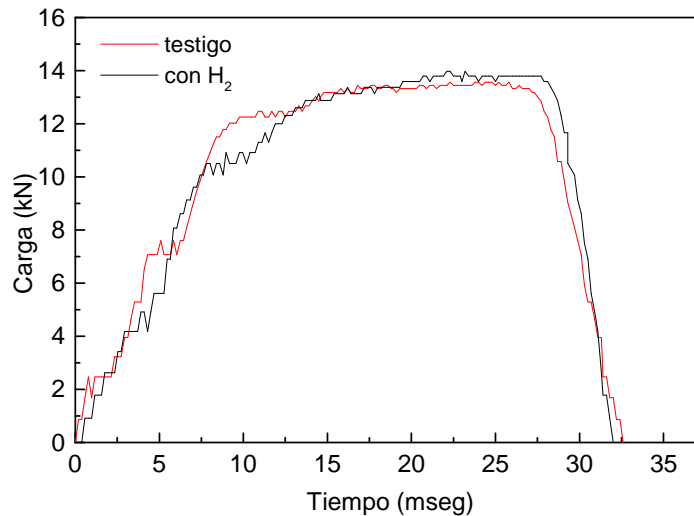


Figura 32. Pruebas de impacto en material testigo y fragilizado.

La Fig. 32 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 μm 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 μm 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 3, 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 rasgos característico clivaje lo que indica que la grieta después de nucleada se propaga inestablemente, como se presenta en la Fig. 33, donde se comprueba observando las curvas carga contra tiempo en la cual ambas curvas presentan una caída abrupta Fig. 32.

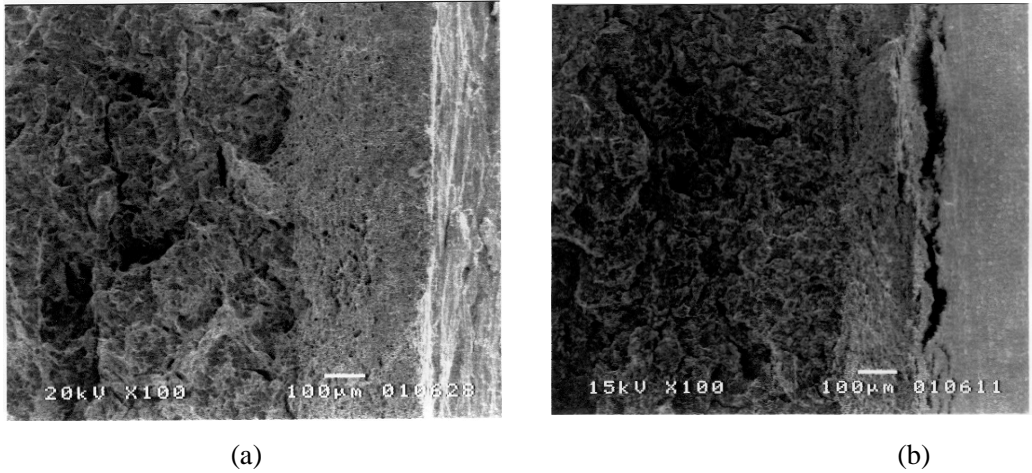


Figura 33. Fractografía de la zona de iniciación de la grieta de las probetas bajo carga dinámica. (a) testigo, (b) con hidrógeno. X100

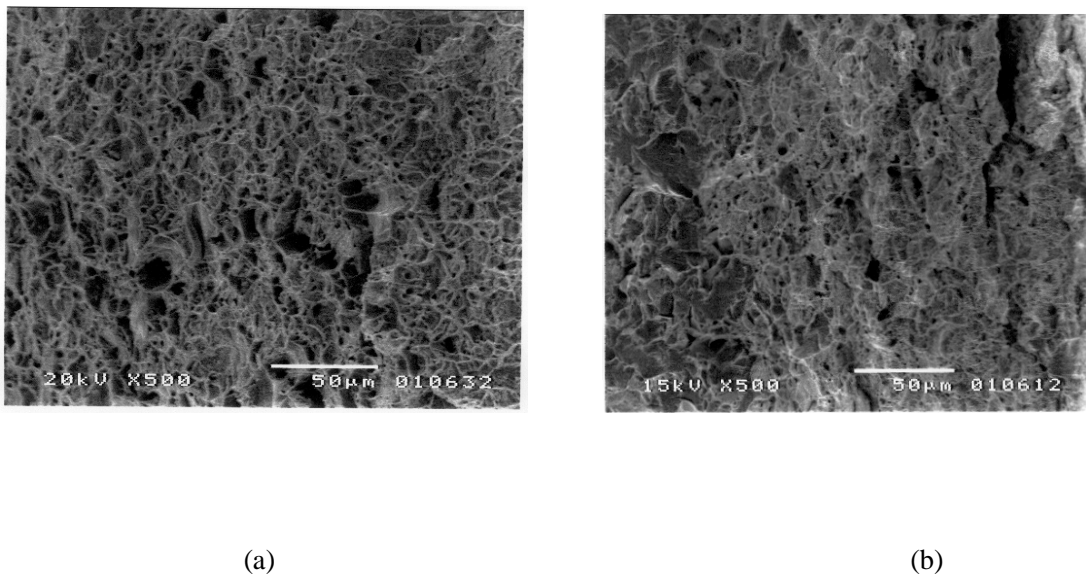


Figura 34. microfractografía de la zona de iniciación de la grieta de las probetas bajo carga dinámica. (a) testigo, (b) con hidrógeno. X100

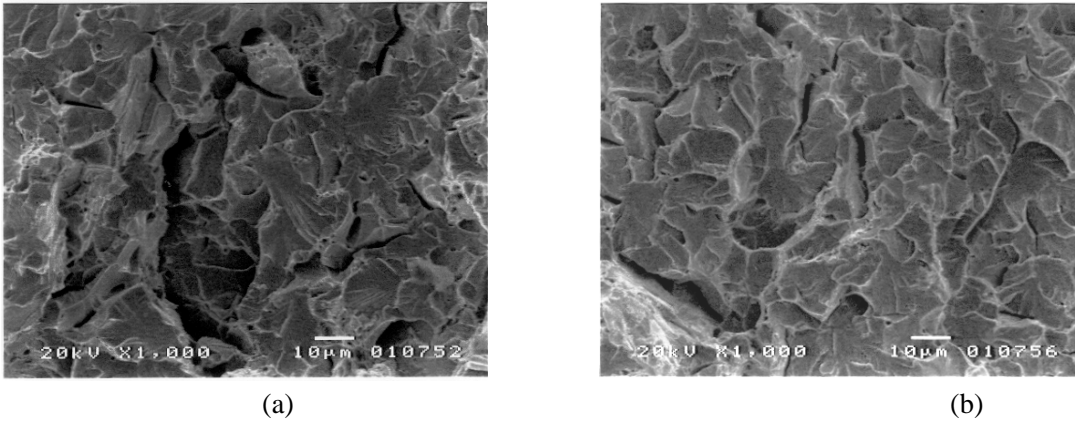


Figura 35. Fractografía de las probetas bajo carga dinámica.

Región de propagación de la grieta (a) testigo, (b) con hidrógeno. X1000

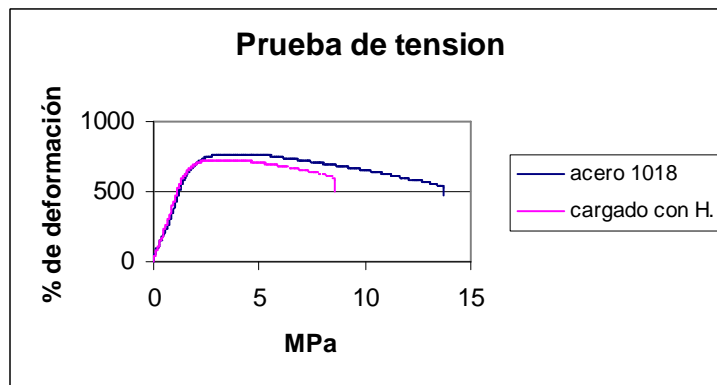


Figura 36. Curva de impacto tiempo contra carga para acero ANSI 1018, fragilizado por hidrógeno.

En la Fig. 6 se presenta un aspecto microscópico de la superficie de fractura de la probeta bajo carga estática. En (a) se observan poros redondos y profundos, los cuales son una manifestación de una gran ductilidad del acero. Predomina un tamaño de poro menor a 10 µm 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.

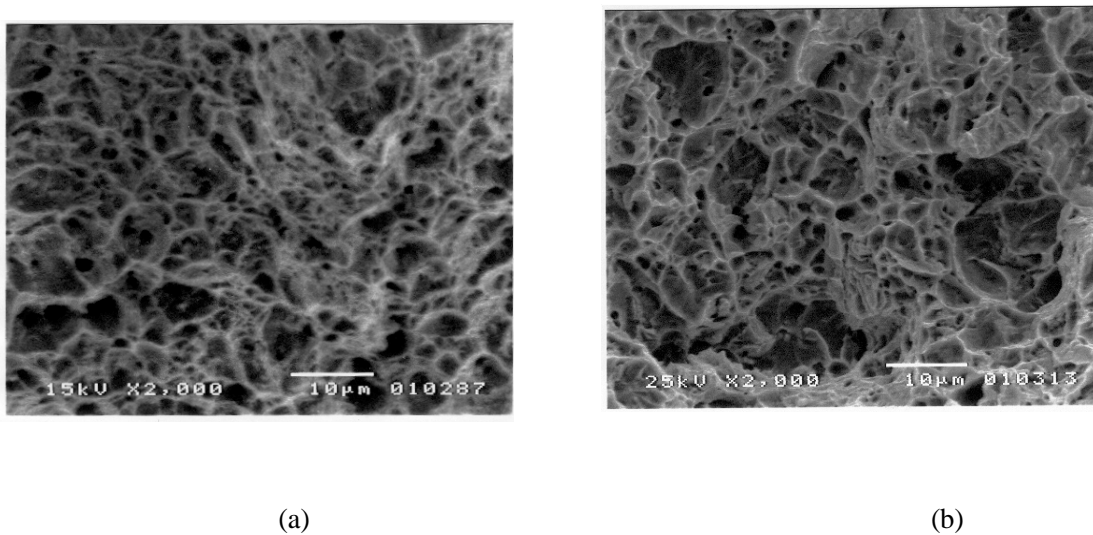


Figura 37 Fractografía de las probetas bajo tensión.

(a) testigo, (b) con hidrógeno. X2000

3.5 CONCLUSIONES SOBRE LA TENACIDAD EN EL FENOMENO DE FRAGILIZACION POR HIDROGENO

Las conclusiones que se obtienen de este estudio son:

- 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.
- 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.
- Bajo carga estática, la presencia del hidrógeno en el acero es el de cambiar el aspecto de la superficie de fractura, pasando de la coalescencia de poros al modo de cuasiclivaje

Referencias.

- [1]. E. Lunarska, en Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys, R.A. Oriani, J.P. Hirth & M. Smialowsky, Ed. NOYES Publications (1985), pp 712-735.
- [2]. I.M. Berstein & A.W. Thompson, Int. Metals Rev., (1976), pp 269-287.
- [3]. A.W. Thompson, en Environment-Sensitive Fracture of Engineering Materials, Edit. By Z.A. Forolis, Conference Proceedings The Metallurgical Society of AIME (1979), pp 379-410.
- [4]. Bockris, J. O.M., Modern Electrochemistry, Vol.2, Plenum Press, New York (1970), pp 1321-1347.
- [5]. G.M. Pressouyre & I.M. Berstein, Met. Trans. A, Vol. 12A (1981), pp. 835-844
- [6]. C.D. Kim, Metals Handbook Vol. 11: Failure Analysis and Prevention, 9th Edit, ASM (1987), pp. 245-251
- [7]. H.K. Birnbaum, Met. Trans. A, Vol. 20A (1989), pp. 1475-1482

[8]. J. Kameda & C.J. McMahon, Met. Trans. A, Vol. 14A (1983), pp. 903-911

[9]., Annual Book of ASTM Standards, Sectio 3. Metals Test Methods and Analytical Procedures.
Volume 03.01 Standard ASTM E23

[10]. M. Smialwoski, en Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys, R.A. Oriani, J.P. Hirth & M.
Smialowsky, Ed. NOYES Publications (1985), pp 561-577.

CAPITULO 4

4.1 ESTADO DEL ARTE EN DAÑO POR RADICACIÓN EN EL ACERO INOXIDABLE

316.

Es conocido que el daño por radiación provoca pérdida de ductilidad en aceros estructurales(1), el 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 y muchas veces las muestras se activan radiactivamente. Una alternativa 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. 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 simple 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(2). 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 de 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).

4.1.2 Fragilización por irradiación en componentes metálicos de reactores nucleares.

Los aceros inoxidables 316 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(3), el correspondiente cambio en propiedades mecánicas puede ser grande, el endurecimiento y la fragilización son la principal causa. La fragilización comúnmente se manifiesta en un incremento

de la temperatura de transición dúctil - frágil comparados con aceros no irradiados y la forma de observar el cambio de la temperatura de transición es a través de una prueba de impacto Charpy tradicional. 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(4).

Los materiales estructurales que componen el sistema de enfriamiento de agua del reactor poseen un tipo diferente de acero con respecto de la vasija, generalmente aceros inoxidable. Estos deben poseer excelente resistencia a la corrosión inducida por esfuerzos(5).

4.2 IMPLANTACIÓN DE IONES PARA SIMULAR DAÑO POR IRRADIACIÓN Y CÁLCULO DE LA DOSIS.

El daño por irradiación es aquella alteración ya sea local o de largo alcance que sufre el material en su estructura o composición durante la irradiación, estas pueden ser:

- a) Colisión nuclear primaria con el átomo del blanco. En esta etapa inicial, el ion 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 éstos 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 etc(6).

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 del RIS tenemos como la irradiación en un acero inoxidable austenítico aumenta la concentración de Cr hacia la frontera de grano causando la formación de precipitado rico 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 (7).

En la actualidad el uso de aceleradores de partículas permiten realizar estudios de daño sin tener que recurrir a experimentos en el mismo reactor. La dosis provocada por las partículas, puede ser evaluada independiente del proyectil utilizado, muchos autores acostumbran a dar tan 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 y 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 este es el tiempo integrado de la carga o la corriente Q/cm^2 . El haz de partículas comúnmente se acostumbra a reportar la dosis como dpa o la el cociente de la dosis como dpa/s usando uno de varios modelos para determinar los dpa.

El factor de calculo equivalente para cuantificar la irradiación en materiales es el desplazamiento por átomo (dpa), que es una convención para designar por daño al número de desplazamientos desde las posiciones normales de los átomos dividido entre el número total de átomos en el material. Sus unidades se designan en la literatura como dpa (desplazamiento por átomo). De esta manera, el dpa describe cuántas veces, estadísticamente hablando, cada átomo de la red ha sido desplazado (arrancado) desde su posición de equilibrio(8).

4.3 SISTEMA DE IMPLANTACIÓN DE IONES.

Estas pruebas se realizaron con un acelerador de iones tipo Pelletrón, (instalado en el Instituto de Física de la UNAM). Cuyo funcionamiento se explicara a continuación. Este acelerador esta basado en los mismos principios que el acelerador Tandem, pero las bandas de carga se sustituyeron por cadenas formadas por pequeños cilindros metálicos (pellets) unidos por espaciadores aislantes, debido a esto recibe el nombre de acelerador Pelletrón.

Un equipo de implantación iónica consta de una serie de elementos característicos que son:

- I.** Fuente de iones.
- II.** Sistema de aceleración.
- III.** Imán separador de masas.
- IV.** Cámara de tratamiento.

4.3.1 Fuente de Iones.

Una fuente de iones (capaz de producir cantidades suficientes de determinados tipos de iones). La forma de conseguir los iones es mediante el bombardeo de un sólido o un gas con algún

tipo de partículas (electrones, otros iones) o mediante excitación electromagnética. Un dispositivo común consiste en un filamento de tungsteno que, calentado al rojo por una corriente eléctrica, emite electrones por efecto termoiónico. Estos electrones que son acelerados por un campo eléctrico, ionizan a los átomos y moléculas del gas residual circundante (el proceso debe realizarse al vacío), produciendo un plasma del que es posible extraer una corriente de iones positivos. La corriente iónica así producida contendrá una cantidad predominante del ion que nos interesa, pero contendrá también otros iones.

4.3.2. Sistema de Aceleración.

Dependiendo de la velocidad con la que se quiera implantar, serán las etapas requeridas de aceleración. Todo el proceso de generación, aceleración e implantación se realiza en alto vacío, del orden de 10^{-5} a 10^{-6} mbar. Si no fuera así, las trayectorias de los iones serían excesivamente cortas. Al nivel de vacío citado, las trayectorias medias superan varios metros.

4.3.3. Imán Separador de Masas.

La manera estándar de purificar el haz generado consiste en hacerlo pasar a través de un campo magnético variable para separar las distintas especies iónicas por masas atómicas dependiendo de la relación carga/masa.

4.3.4. Cámara de Tratamiento.

La cámara de tratamiento es donde se colocan las piezas en cuya superficie se hará la implantación de iones, la cual debe de ser de alto vacío.

Dependiendo de la energía con la que estos átomos llegan a una superficie se pueden dar tres procesos diferentes. Si la energía es muy baja (del orden de 10 eV de aceleración) los átomos se depositan en la superficie, creando un recubrimiento. Si la aceleración es mayor (500 eV) predomina un proceso de pulverización de la superficie conocido como “Sputtering”, el cual puede

ser útil para limpieza superficial o para evaporar materiales para recubrimientos. Finalmente, a energías mucho mayores (del orden de 100 KeV) y corrientes bajas que abarcan un rango de valores desde μA hasta mA. Los átomos penetran dentro de la superficie incrustándose a una cierta profundidad dependiendo de la energía de implantación(9).

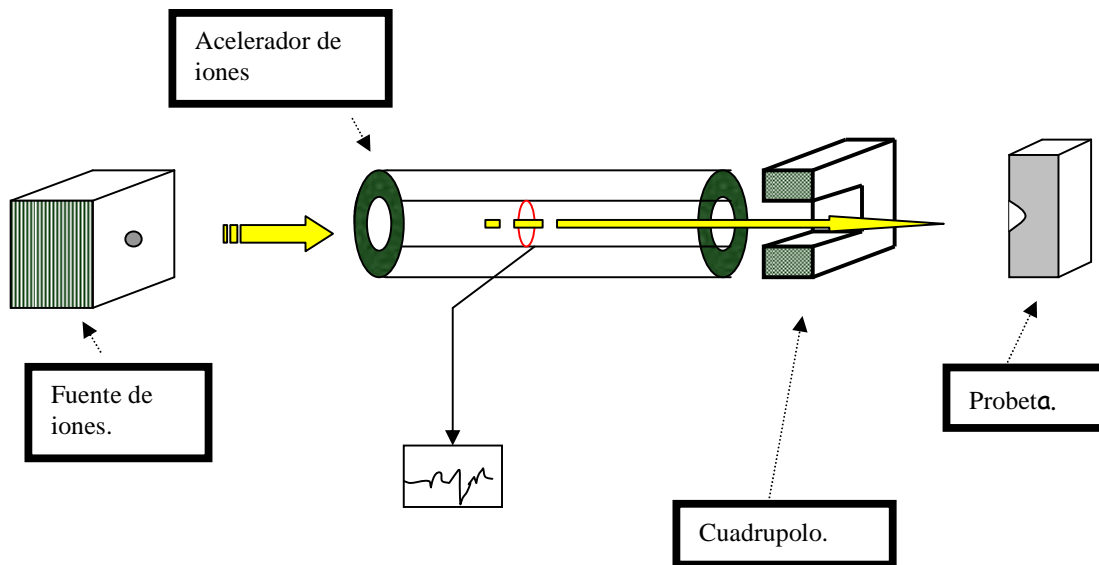


Figura 38. Diagrama del sistema de irradiación.

4.4 EXPERIMENTACIÓN PARA EVALUAR EL DAÑO POR RADIACION.

4.4.1 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 extrusión de la placa

La microestructura del acero se reveló con el reactivo químico glicería, el cual contiene 5 ml de HNO₃ 15 ml de HCl y 15 ml de glicerol, en probetas preparadas metalográficamente. El tiempo de ataque es de 10 a 15 minutos.

4.4.2. Pruebas de microdureza.

Es conocido que la implantación de iones provoca un endurecimiento superficial del material blanco, el grado de endurecimiento de la superficie solo puede ser medido por nanodureza pero 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 implanta e implantado a 1 DPA, en las direcciones longitudinal y transversal.

4.4.3 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 Ni⁺⁺ (I) a una dosis de 10 DPA (5 longitudinales (L) y 5 transversales (T)).

Se selecciono 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 maquina SHIMADZU Modelo AG-G con capacidad de 100 kN, la máquina cuenta con un transductor lineal de voltaje diferencial (LVDT-10S), el cual por medio de diferencias de voltajes cuantifica con una alta precisión la deflexión de las probetas bajo la acción de la carga, el LVDT manda las señales a una computadora en la cual se almacena 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. Estas probetas 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 como se esquematiza en la Fig. 5. 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.

4.4.4. 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 puede 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 (16).

Pruebas de impacto Charpy instrumentado en probetas de acero 316 implantadas con iones de níquel a 1 DPA.

Probetas subdimensionalizadas tipo Charpy fueron empleadas para obtener las curvas de carga contra tiempo 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. Estas probetas 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.

4.5. RESULTADOS DEL DAÑO POR RADIACION EN EL ACERO INOXIDABLE 316.

Caracterización Microestructural.

La microestructura del acero se reveló con el reactivo químico glicería, el cual contiene 5 ml de HNO3 15 ml de HCl y 15 ml de glicerol, en probetas preparadas metalográficamente. El tiempo de ataque es de 10 a 15 minutos y las microestructura se muestran en las figuras 2 y 3.

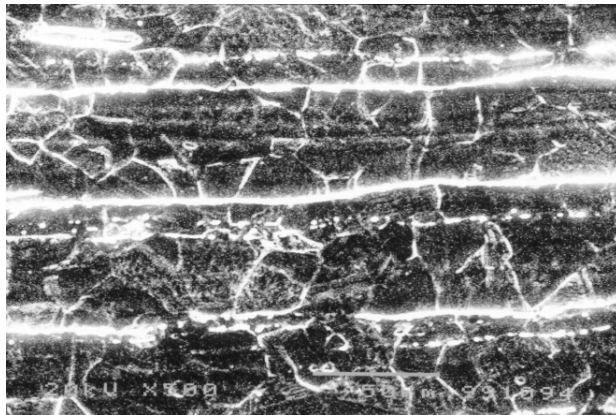


Figura 39. Metalografía del acero inoxidable 316 en la dirección longitudinal.

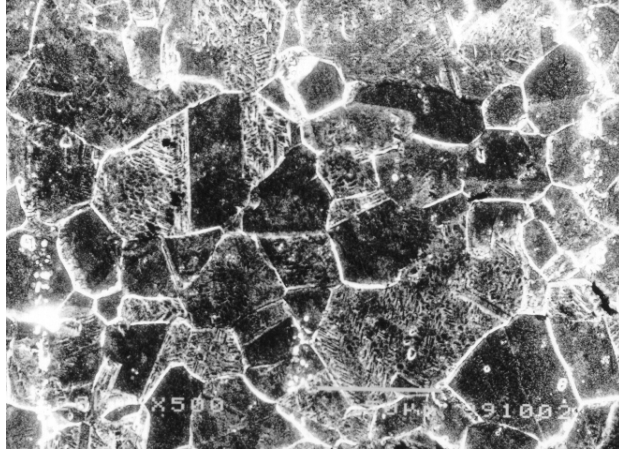


Figura 40. Metalografía del acero inoxidable 316 en la dirección transversal.

Caracterización del acero 361 por pruebas de dobles en tres puntos.

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

En la Fig. 4 se muestra el comportamiento mecánico de las probetas testigo para acero inoxidable 316 por dobles 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 extruída 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 (T = testigo).

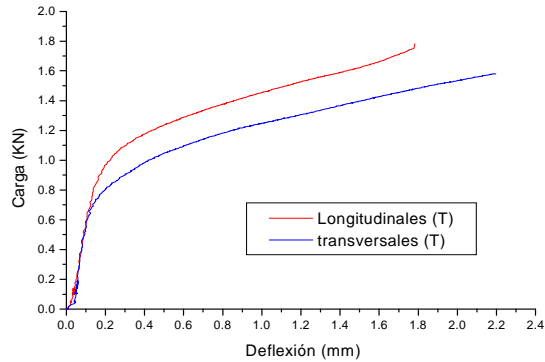


Figura 41. Caracterización por tres puntos del acero 316 en la dirección longitudinal y transversal.

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 (figura 2) 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 bandeó de alguna segregación de los aleantes y en la dirección transversal los granos están distribuidos mas 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 3) y por lo tanto no se requiere tanto esfuerzo para iniciar la deformación plástica.

Una explicación de por que las probetas transversales presentan un menor esfuerzo para deformarse plásticamente esta basado en el movimiento de los defectos puntuales, una vez que el limite 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 mas 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 inhomogeneo 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 extricción en la probetas cilíndricas del ensayo de tensión.

Pruebas de microdureza.

	Transversal	Longitudinal
Testigo	193 Vickers	195 Vickers
Irradiadas(1 DPA)Hidrogeno)	894	539
Irradiada (1 DPA)Niquel	330 Vickers	263 Vickers

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

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 3.21 y 3.22.

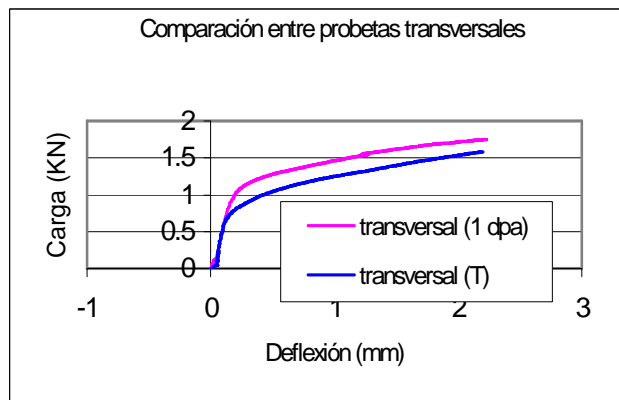


Figura 42. Comparación entre las curvas de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy para la dirección transversal en acero 316.

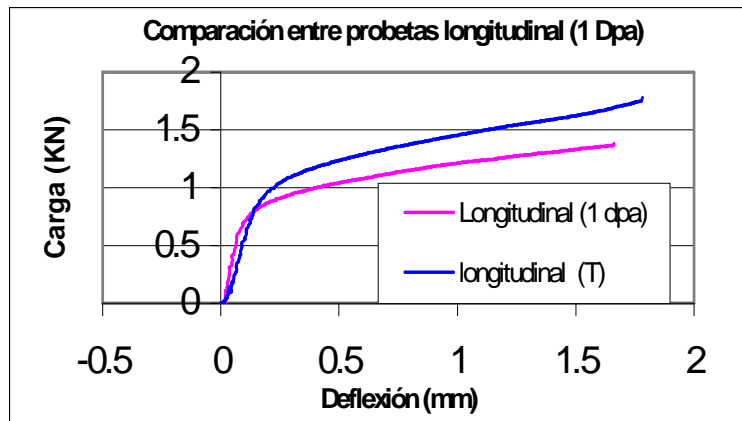


Figura 43. Comparación entre las curvas de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy para la dirección longitudinal en acero 316.

Una comparación entre probetas testigo y probetas implantadas (I = irradiadas) Fig. 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 5), 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 6 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(21).

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.

Pruebas de impacto Charpy instrumentado en probetas de acero 316 implantadas con iones de níquel a 1 DPA.

Probetas subdimensionalizadas 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 , se puede observar tanto el caso para probetas longitudinales. Como para probetas transversales. En ambos casos las probetas irradiadas presentan una menor energía para la generación y propagación de una grieta. Representada esta energía como el área de bajo 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 mas señal en forma de ondas que no aparece en las probetas sin irradiar.

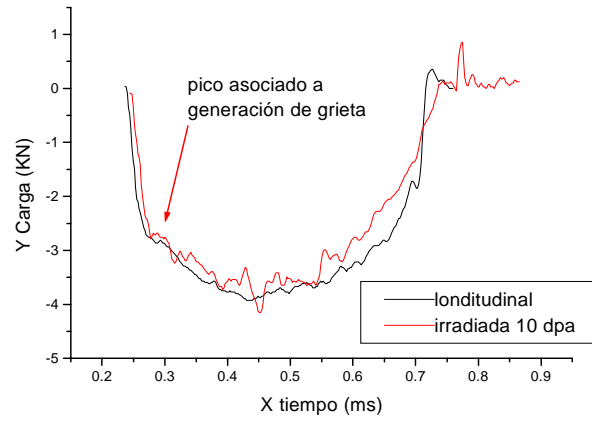


Figura 44. Curvas de impacto instrumentado para acero 316 irradiado y testigo en la dirección Longitudinal.

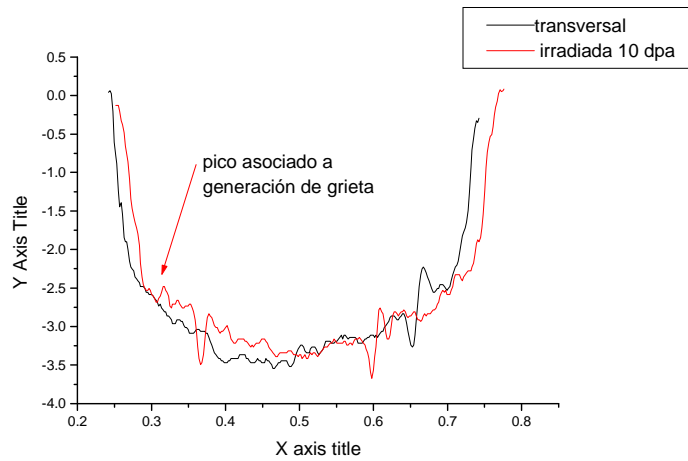


Figura 45. Curvas de impacto instrumentado para acero 316 irradiado y testigo en la dirección transversal.

Microscopia electronica de barrido de la punta del entalle de las pruebas de dobles e impacto.

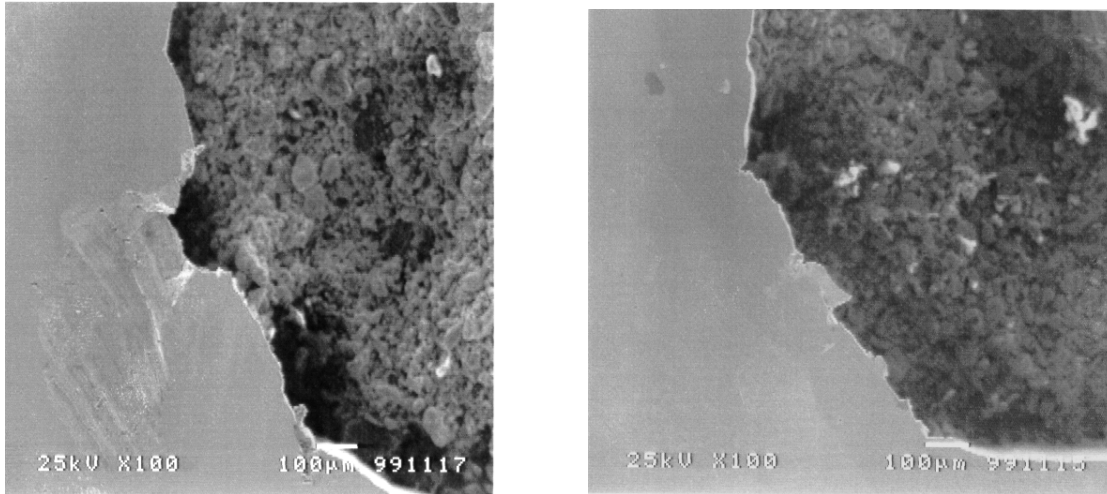


Figura. 46. Comportamiento del entalle en probetas sin irradiar, izquierda (transversal) y derecha (longitudinal).

Las observaciones del entalle de las probetas muestran que como 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 gráfica 1, mientras que en la figura de la derecha existe mas 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.

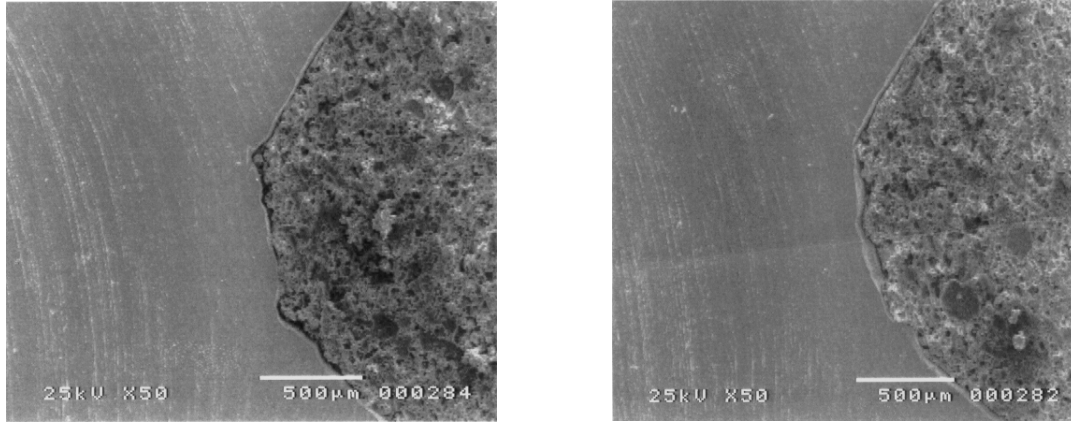


Figura. 47. Comportamiento del entalle en probetas sin irradiar, izquierda (transversal) y derecha (longitudinal).

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

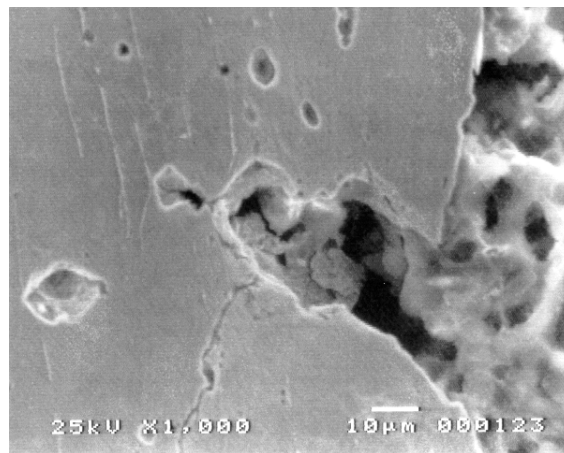


Figura. 48. Microgrietas generadas por irradiación.

4.6. DISCUSIÓN SOBRE LA TENACIDAD POR EL EFECTO DE LA RADIACION EN EL ACERO INOXIDABLE 316.

Un análisis de los resultados nos proporcionan una visión de lo que sucede en una tubería de acero inoxidable 316 sujeta a irradiación en una planta nucleoelectrica, este acero sufre perdida de sus propiedades mecánicas como producto del fenómeno de irradiación con neutrones. Esta perdida de propiedades mecánicas puede ser simulada con el daño por irradiación con átomos de níquel, de nuestros resultados encontramos que el endurecimiento de la superficie producto de la irradiación con iones cambia el comportamiento elástico y plástico del acero 316.

La dirección transversal es la mas afectada ya que la dirección longitudinal el comportamiento mecánico se ve afectado muy ligeramente. El fenómeno encontrado indica que la generación de una grieta en una zona fragilidad muy superficialmente provoca una alteración en el comportamiento volumétrico. Con nuestros experimentos se inicio y propago una grieta a través de la zona irradiada y se pretende observar la iniciación y propagación de la grieta en la zona irradiada y su respectivo arresto plástico tanto en un estado semiestático como en un estado dinámico. Las observaciones microscopicas de la punta de la grieta proporcionara la información suficiente para explicar el fenómeno de iniciación y propagación de la grieta en la zona y radiada y su comportamiento dentro de la zona de arresto.

4.7. CONCLUSIONES SOBRE LA TENACIDAD POR EL EFECTO DE LA RADIACION EN EL ACERO INOXIDABLE 316.

El empleo de un péndulo instrumentado así como el de probetas subdimensionalizadas 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.

Referencias.

- 1 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) pp 91-120.
2. J. Alcalá, A.E. Giannakopoulos, and S. Surech. Continous measurements of load-penetration curves whit spherical micoindenters and the estimation of mecanichanical properties. J. Maters. Res., Vol 13, No. 5 (1998).
- 3.- 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.p.291-296.
- 4.-Michael Nastasi, James W. Mayer and James k. Hirvonen. Ion-Solid interaction fundamentals and aplicationsEd. Cambridge Univesity Press.
- 5.-García Borguez A. “Estudio por TEM de la Evolución Microestructural en Acero Austenitico Irradiado con Iones”. Tesis Doctoral, 1994 ESFM-IPN.
- 6.- Nghi Q. Lam and Gary K. Leaf. Mechanisms and kinetics of ion implatation. J. Maters. Res., Vol 1, No. 2 (1986).
- 7.-W. Kesternich and A. García-Borguez Inversion of the radiation-induced segregation behaviour at grain boundaries in austenitic steel. Scripta Materialia, Vol. 36, No. 10 (1997).
- 8.-L.E. Rehn Production of freely-migrating defects. Journal of Nuclear Materials 174 (1990) pp 144-150.
- 9.- L. Liu, T Mitamura M. Niibe, H. Tsubakino, M, Terasawa. AFM study of the surface deformation of austenitic stainlss steel irradiated by He+ ions. . Journal of Nuclear Materials 278 (2000) pp 30-36.
- 10.-M.K. Miller, P. Pareige and M.G. Burke. Understanding pressure vessel steels: an atom probe perspevice. Materials characterization 44:235-254 (2000).

- 11.- Y. Katoh, H. Tanigawa, T Muroga, T. Iwai, A. Kohyama. The influence of helium co-implantacion on ion-induced hardening of low activation ferritic steel evaluated by micro-indentation technique. *Journal of Nuclear Materials* 271 y 272 (1999) pp 115-119.
- 12.-G. Straffelini, V. Fontanari, A. Molinari. Comparation of impact and slow bend behavior of PM Ferrous alloys. *Materials Science and engineering A248* (1998) pp 153-160.
- 13.-A method to study deformation mechanisms for irradiates steels using a disk-bend test. *Journal of Nuclear Materials* 281 (2000) pp 65-70.
- 14.-Maziasz P.J. "Overview of microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steels". *Journal of Nuclear Materials* 205 (1993) pp 118-145.
- 15.-Mansur L.K. Farrell. K. "Mechanisms of radiation - induced degradaion of reactor vessel materials". *Journal of Nuclear Materials* 244 (1997) pp 212-218.
- 16.- Lorriot, T., Specimen loading determined by displacement measurement in instrumented Charpy impact test, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 65, No. 4 (2000), pp. 703-713
- 17.- Sahraoui, S. & Lataillade, J.L., Analysis of load oscillations in instrumented impact testing, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 60, No. 4 (1998), pp. 437-446
- 18.-Zhuang, Z. & Guo, Y., Analysis of dynamic fracture mechanisms in gas pipelines, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 64, No. 3 (1999), pp. 271-289
- 19.-Xi, W., A mathematical treatment for impact test, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 52, No. 2 (1995), pp. 199-204
- 20.- Memorias del XXII congreso internacional de metallurgia y materiales. Saltillo Coahuila. Nov. 2000.