

## Aplicación del ensayo miniatura de embutido para la evaluación de la tenacidad a temperaturas criogénicas de aceros inoxidable austeníticos envejecidos isotérmicamente<sup>(\*)</sup>

M.L. Saucedo-Muñoz<sup>\*\*</sup>, S.I. Komazaki<sup>\*\*\*</sup>, T. Hashida<sup>\*</sup>, T. Shoji<sup>\*</sup> y V.M. López-Hirata<sup>\*\*</sup>

<b>Resumen</b>	Dos tipos de aceros inoxidable austeníticos, JJ1 y JN1, se envejecieron isotérmicamente a temperaturas entre 873 y 1.173 K por tiempos de 10 a 1.000 min, para estudiar la evolución microestructural y su efecto sobre la tenacidad a la fractura a temperaturas criogénicas. Los métodos de ensayo de impacto Charpy y el ensayo miniatura de embutido se llevaron a cabo a 77 K para evaluar la tenacidad de las muestras tratadas térmicamente. La energía de fractura determinada por ambos métodos mostró una disminución con el tiempo de envejecido para ambos aceros. Se encontró una relación lineal entre ambos valores de energía. La precipitación intergranular de carburos y nitruros fue la responsable de la pérdida de la tenacidad en las muestras envejecidas. La fractografía indicó que la fractura intergranular se incrementa con la temperatura y el tiempo de envejecido. La presencia de una precipitación intergranular abundante dio, como resultado, una más rápida disminución de la tenacidad a la fractura con el tiempo de envejecido para el acero JN1, debido a su mayor contenido de carbono y nitrógeno, comparado con el acero JJ1.
<b>Palabras clave</b>	Ensayo miniatura de embutido. Tenacidad a la fractura. Aceros inoxidable austeníticos.

### Application of the small-punch test on the evaluation of cryogenic toughness of isothermally aged austenitic stainless steels

<b>Abstract</b>	Two types of austenitic stainless steels JJ1 and JN1 were isothermally aged at temperatures from 873 to 1173 K for 10 to 1000 min in order to study the microstructural evolution and its effect on fracture toughness at cryogenic temperatures. The Charpy V-Notch (CVN) and Small-Punch (SP) Testing methods were conducted at 77 K to evaluate the toughness of both solution treated and aged specimens. The fracture energy at 77 K determined for both methods showed a significant decrease with aging time for both steels. A linear correlation between the fracture energies of both methods was found. The intergranular precipitation of carbides and nitrides was responsible for the fracture toughness deterioration. The scanning electron microscope fractographs showed an intergranular brittle fracture and its fraction also increased with aging time and temperature. The presence of a more abundant intergranular precipitation resulted in a more rapid decrease in fracture toughness with aging time in JN1 steel due to its higher content of C and N, compared to that of JJ1 steel.
<b>Keywords</b>	Small-punch test. Fracture toughness. Austenitic stainless steels.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos mecánicos utilizando probetas miniatura para la evaluación de propiedades mecánicas se han empleado ampliamente<sup>[1-3]</sup>. Por ejemplo,

se han utilizado muestras de 3mm de diámetro y 0,25 mm de espesor para evaluar el deterioro de las propiedades tensiles de aceros debido a la irradiación en ambientes de neutrones rápidos<sup>[1]</sup>. Asimismo, se han utilizado probetas estándares,

(\*) Trabajo recibido el día 30 de julio de 2003 y aceptado en su forma final el día 25 de septiembre de 2003.

(\*) Universidad de Tohoku. Instituto de Investigaciones en Fractura. Sendai 980. Japón

(\*\*) Instituto Politécnico Nacional. Apartado Postal 118-556, Admón. GAM. Mexico, D.F. 07051

(\*\*\*) Instituto de Tecnología de Mororan, Hokkaido. 050-8585. Japón

pero con tamaños mucho menores para evaluar las diferentes propiedades mecánicas<sup>[4 y 5]</sup>.

El ensayo miniatura de embutido, conocido en inglés como *small-punch* (SP) *testing*, utiliza muestras de, aproximadamente, 10 × 10 × 0,2 mm y se ha aplicado para evaluar diferentes propiedades mecánicas en diferentes tipos de materiales. Aún más, este tipo de ensayo ha permitido evaluar las propiedades mecánicas en materiales de componentes en servicio. Por ejemplo, Kameda y Buck<sup>[6]</sup> evaluaron la transición dúctil-frágil en aceros ferríticos de baja aleación y encontraron una relación lineal entre la temperatura de transición determinada por el ensayo miniatura y aquella determinada por la ensayo convencional de impacto Charpy. Ellos encontraron la siguiente relación para la temperatura de transición dúctil-frágil, TTDF, en escala absoluta de los ensayos de impacto Charpy (EIC) y aquella del ensayo miniatura de embutido (EME):

$$TTDFPME = 0,3 TTDFEIC \quad (1)$$

Los aceros inoxidable austeníticos de la serie 300 se han utilizado durante muchos años en la construcción de componentes en las industrias química, petrolera y de generación eléctrica debido a su resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas<sup>[7]</sup>. Estos tipos de aceros también tienen propiedades criogénicas, aunque no se desarrollaron originalmente para este propósito. El Instituto de Investigación de Energía Atómica de Japón comenzó el desarrollo de nuevos aceros inoxidable estructurales criogénicos en 1982<sup>[8-11]</sup>. Estos aceros presentan un alto nivel de combinación de resistencia mecánica, límite de cedencia mayor a 1.200 MPa y valor  $J_{IC}$  mayor a 200 MPam<sup>-1/2</sup>, a temperaturas criogénicas. Sin embargo, este tipo de aceros es frecuentemente expuesto a calentamientos durante la fabricación y/o operación de los componentes. Estos ciclos térmicos causan la precipitación de carburo, nitruros y otras fases, resultando en la pérdida de su tenacidad a temperaturas criogénicas<sup>[12]</sup>.

Este estudio tiene el propósito de mostrar la aplicación del ensayo miniatura de embutido, así como su relación con el ensayo convencional de impacto Charpy para la evaluación de la tenacidad a temperaturas criogénicas de aceros inoxidable austeníticos con nitrógeno, envejecidos isotérmicamente.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material empleado en esta parte del trabajo fue una placa de 200 mm de espesor y su composición química se muestra en la tabla I. La tabla II muestra las propiedades mecánicas, límite de cedencia  $\sigma_0$ , esfuerzo máximo,  $\sigma_{max}$  y la tenacidad a la fractura,  $J_{IC}$ , a 4 K, de este tipo de aceros en su condición de solubilizado. Los aceros JN1 y JJ1 se solubilizaron a 1.348 y 1.323 K, respectivamente, y un posterior temple en agua con hielo. Estos aceros se envejecieron a 873, 973, 1.073 y 1.173 K por tiempos desde 10 a 1.000 min. Las muestras, tratadas térmicamente, se prepararon metalográficamente y se observaron en el MEB, equipado con microanálisis, a 15 kV, después de su ataque químico con Villela. Para el análisis de difracción de rayos X de los precipitados, se empleó el método de disolución electrolítica, utilizando una solución de alcohol etílico con 10 % de HCl y 4 V. Los precipitados extraídos son decantados y secados para su posterior análisis en un difractómetro utilizando radiación ( $K_{\alpha}$ ) de cobre.

Se prepararon probetas de ensayo impacto Charpy de las muestras tratadas térmicamente. El ensayo sólo se hizo a 77 K (nitrógeno líquido). Las probetas de 10 × 10 × 0,5 mm para el ensayo miniatura de embutido se extrajeron por electroerosión de las probetas del ensayo Charpy fracturadas (Fig. 1a)). La superficie de las probetas se desbastó con papel abrasivo hasta grado 1.500. El ensayo miniatura de embutido se llevó a cabo utilizando el dispositivo mostrado en la figura 1b). Todas las pruebas se realizaron en una máquina Instron a una velocidad de 0,1 mm/min. El indentador es un balín de 2,4 mm de diámetro de acero con una

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

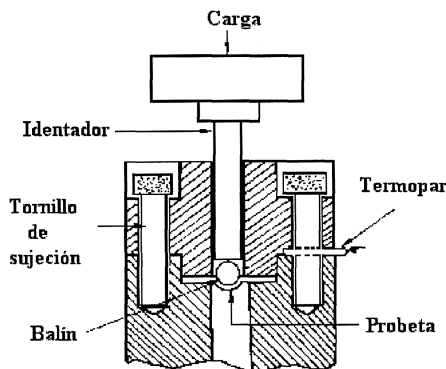
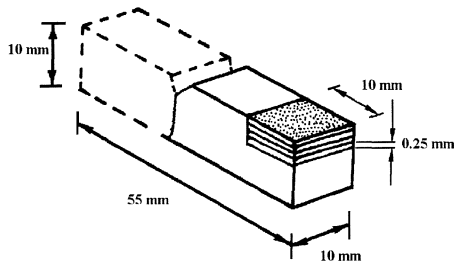
Table I.

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	N	Mo
JN1	0,040	0,97	3,88	0,022	0,001	15,07	24,32	0,023	0,32	-
JJ1	0,025	0,48	10,13	0,021	0,002	11,79	12,01	-	0,236	4,94

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

Table II.

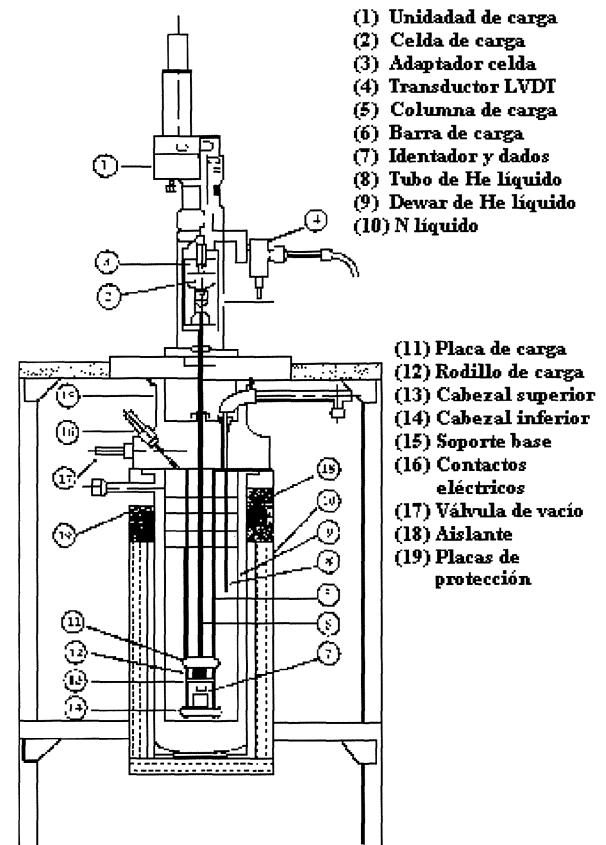
Material	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_{max}$ (MPa)	Alargamiento (%)	$J_{IC}$ kJm <sup>-2</sup>
JN1	1363	1752	31	346
JJ1	1169	1591	39	383



**Figura 1.** a) Tamaño y forma de las probetas y b) dispositivo para el ensayo miniatura de embutido.

Figure 1. a) Size and way of extracting SP test specimens and b) device for the SP test.

dureza de 62-67 HRc. Los dados superior e inferior se fijaron mediante cuatro tornillos con un par de 0,5 N-m. La temperatura del ensayo fue también 77 K y se monitorizó con un termopar cromel-alumel colocado entre los dados y se estabilizó por 10 min, antes del ensayo. El portamuestras de la figura 1b) se colocó en el equipo criogénico mostrado en la figura 2, el cual se controló mediante un *software*, en una computadora personal. El ensayo se inició presionando el indentador sobre la superficie de la muestra. La deflexión de la muestra se midió con un transductor del tipo LVDT, lo cual permitió obtener las curvas carga-deflexión. Las probetas y superficie de fractura se observaron en el MEB a 15 kV.



**Figura 2.** Aparato para el ensayo miniatura de embutido criogénico.

Figure 2. Apparatus for the cryogenic SP test.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Ensayo miniatura de embutido, vs. ensayo Charpy

Las figuras 3a) y b) presentan las curvas carga-deflexión del ensayo miniatura de embutido a 77 K para los aceros JJ1 y JN1, respectivamente, solubilizados y envejecidos. La carga se incrementa como una función de la deflexión hasta alcanzar un máximo, mostrado por una flecha para cada curva. Después de este máximo, la carga cae rápidamente o hay un cambio abrupto en la pendiente de la curva. Este comportamiento se observó para todos los aceros. La carga máxima y su correspondiente deflexión disminuyen con la temperatura de envejecido para estos aceros. Se observó que la propagación de la grieta ocurrió en el valor máximo de carga del ensayo a esta temperatura.

La energía de fractura del ensayo miniatura de embutido se determinó a partir del área bajo la curva de carga-deflexión, considerando el área hasta el máximo de la carga. La variación de esta

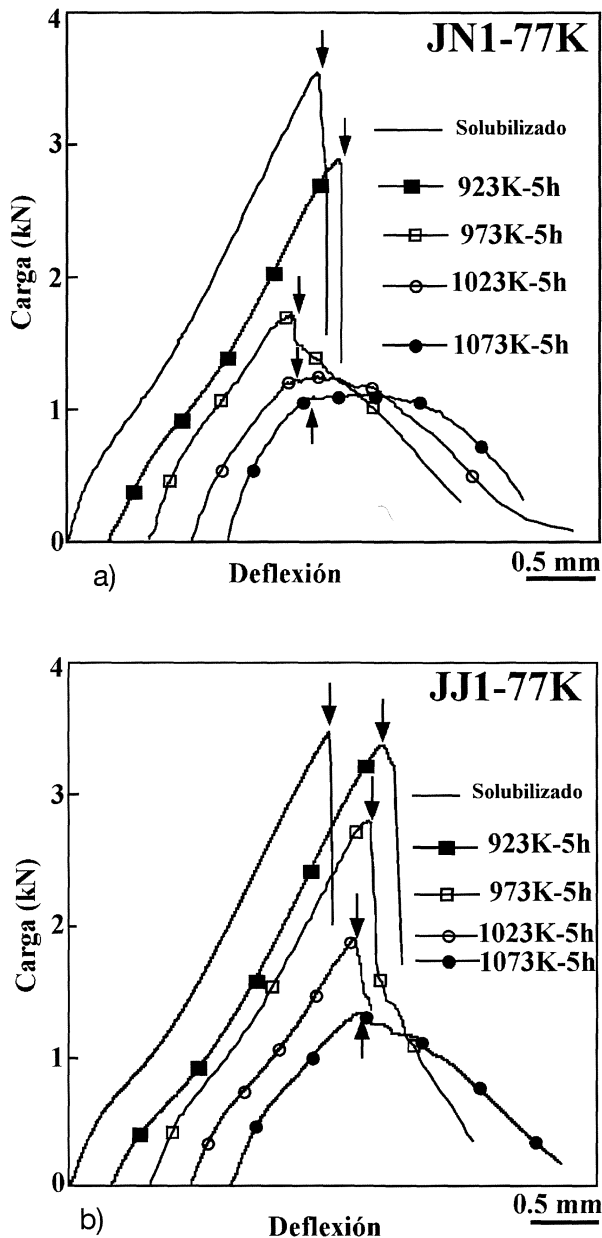


Figura 3. Curvas carga-deflexión del EME a 77 K para el (a) acero JN1 y (b) acero JJ1.

Figure 3. Load-deflection curves of SP test at 77 K for (a) JN1 and (b) JJ1 steels.

energía a 77 K con el tiempo para cada temperatura de envejecido de los aceros JN1 y JJ1 se ilustra en las figuras 4a) y b), respectivamente. Se observa una disminución de la energía con el aumento del tiempo y la temperatura de envejecido. Para todas las temperaturas de envejecido, la energía de fractura disminuyó más rápidamente en el acero JN1 que en el acero JJ1. El cambio de la energía de fractura del ensayo Charpy con el tiempo, para cada temperatura de envejecido de los aceros JN1 y JJ1, se ilustra en las figuras 5a) y b), respectiva-

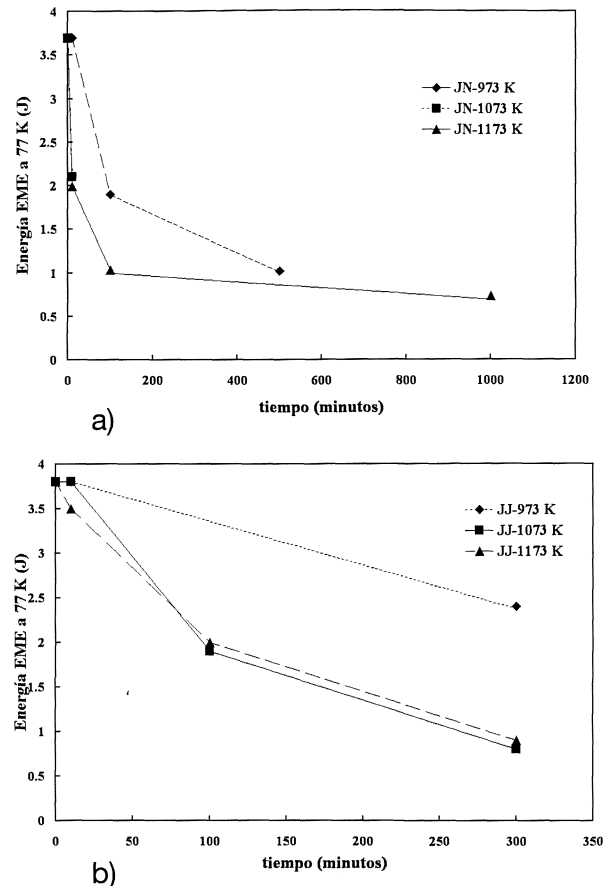


Figura 4. Gráficas de energía de fractura del EME vs. tiempo de envejecido para el (a) acero JN1 y (b) acero JJ1.

Figure 4. Plots of SP test fracture energy vs. aging time for (a) JN1 and (b) JJ1 steels.

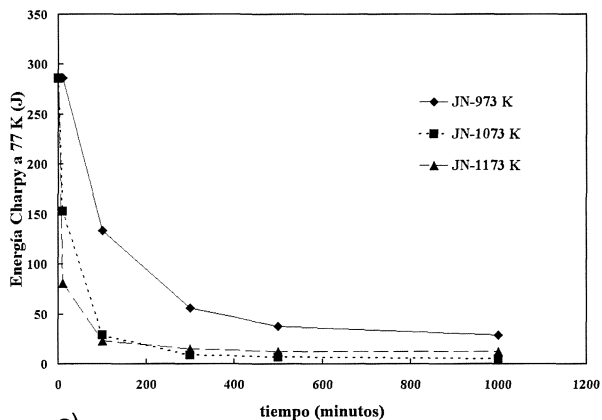
mente. Aquí, también se observa un comportamiento similar al anteriormente descrito para el ensayo miniatura. Las figuras 6a) y b) ilustran la relación entre las energías de fractura de ambos ensayos para los aceros JN1 y JJ1, respectivamente. Se observa que existe una correspondencia lineal entre ambas energías y las correspondientes ecuaciones de la regresión lineal se presentan a continuación, para el acero JN1,

$$E. \text{ Charpy} = 94,637 E. \text{ EME} - 64,41 \quad (2)$$

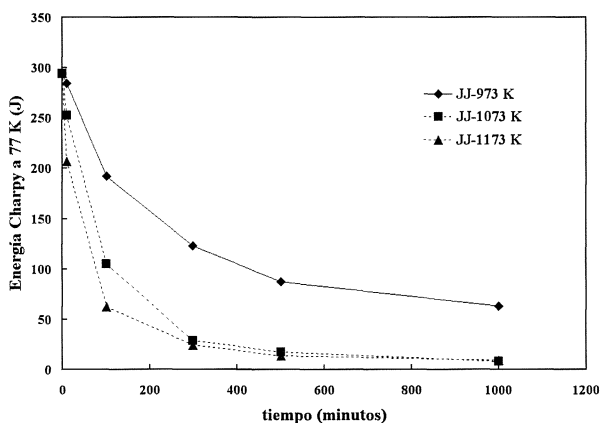
y para el acero JJ1

$$E. \text{ Charpy} = 89,882 E. \text{ EME} - 70,82 \quad (3)$$

Si se determinara la temperatura de transición dúctil-frágil, en escala de temperatura absoluta para el acero inoxidable austenítico fragilizado, la temperatura de transición determinada por el ensayo miniatura sería menor que la del ensayo de



a)

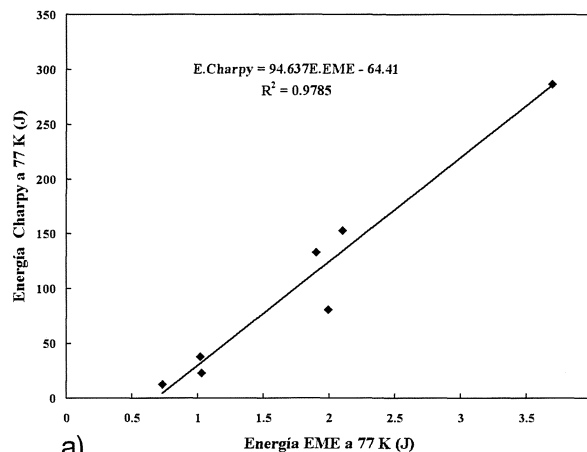


b)

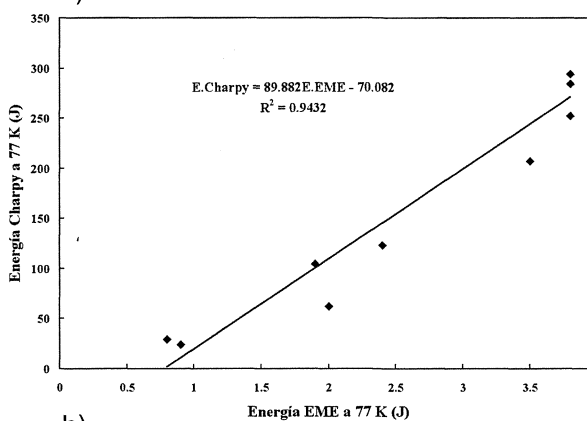
**Figura 5.** Gráficas de energía de fractura del ensayo Charpy vs. tiempo de envejecido para: a) acero JN1 y b) acero JJ1.

Figure 5. Plots of CVN test fracture energy vs. aging time for: a) JN1 and b) JJ1 steels.

impacto Charpy. Esto, se atribuye a que se requiere bajar, más, la temperatura en el ensayo miniatura para lograr la fractura frágil debido a su estado de esfuerzos biaxial, que para el ensayo de impacto Charpy con un estado de esfuerzos triaxial. Kameda y Buck<sup>[6]</sup> encontraron una relación lineal entre las temperaturas de transición de aceros ferríticos para estos ensayos (Ec. (1)). Para el caso de la energía de fractura a 77 K, se observa también una relación lineal entre estos ensayos para ambos materiales. La energía de fractura es menor para el ensayo miniatura debido al tamaño de la muestra que la de impacto Charpy. Sin embargo, lo importante es que la energía del ensayo de impacto Charpy a 77 K, podría estimarse fácilmente a partir de la energía del ensayo miniatura de embutido. Esto, permitiría evaluar el grado de fragilización en zonas tan pequeñas como soldaduras y zona afectada por el calor.



a)



b)

**Figura 6.** Gráfica de energía de fractura del EME vs. energía de fractura del ensayo Charpy para: a) acero JN1 y b) acero JJ1.

Figure 6. Plot of SP test fracture energy vs. CVN test fracture energy for: a) JN1 and b) JJ1 steel.

### 3.2. Comparación fractográfica de las probetas de los ensayos

La morfología de las probetas del ensayo miniatura de embutido se presentan, por ejemplo, para las muestras de acero JN1, en la condición de solubilizado (Fig. 7a)). Aquí, se observa una propagación de grietas circunferencial y una pequeña copa. La mayor deformación plástica se presentó para el material solubilizado (figuras 3a) y b)). Por lo tanto, las paredes de la probeta se adelgazan durante el ensayo miniatura provocando la propagación de la grieta en forma circunferencial alrededor de la copa. Por otro lado, la figura 7c) ilustra la probeta del mismo acero envejecida a 1.173 K por 1.000 min. En este caso, la propagación de la grieta es radial y prácticamente sin la formación de copa. No hay casi deformación plástica para los materiales envejecidos, figuras 3a) y b)). Por tanto, prácticamente no se forma copa alguna y la

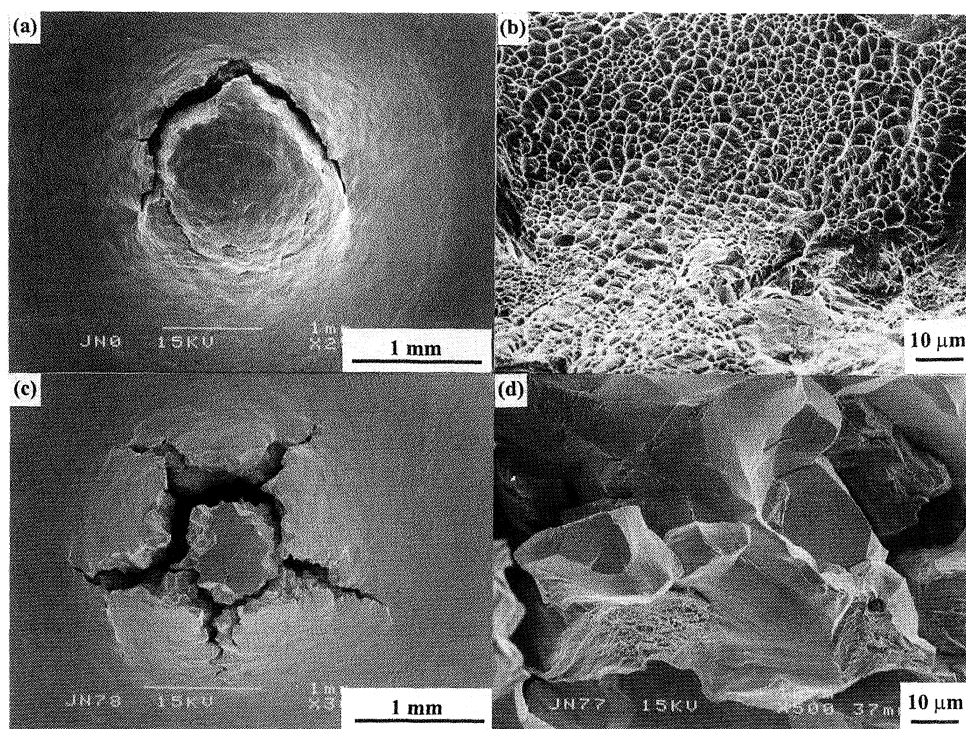
propagación de grietas ocurre en forma radial, a partir del centro de la probeta donde se aplica la carga. Las fractografías correspondientes a las muestras solubilizadas y envejecidas se presentan en las figuras 7b) y d), respectivamente. Para la muestra solubilizada se observa una fractura totalmente dúctil. Por el contrario, la fractura es frágil del tipo intergranular para la muestra envejecida. La figuras 8a) y b) ilustran la fractura encontrada en el acero JN1 solubilizado y envejecido a 1.173 K por 1.000 min, respectivamente, después del ensayo de impacto Charpy. La fractura es de tipo dúctil en las muestra solubilizada e intergranular frágil en el caso de la muestra envejecida. Este comportamiento de fractura es similar al descrito primeramente para el ensayo miniatura de embutido. Este cambio de modo de fractura sugiere que la formación de fases precipitadas durante envejecimiento causa la fragilización.

### 3.3. Fragilización por envejecido isotérmico

Las figuras 9a)-b) y 9c)-d) muestran la precipitación observada en los aceros JN1 y JJ1, respectivamente, después de envejecidos a 973 K por 100 min y 1.173 K por 1.000 min. Se observa que la

precipitación ocurre en forma intergranular a tiempos cortos y se vuelve transgranular, conforme el tiempo se incrementa. El volumen de precipitados transgranulares e intergranulares se incrementa con el aumento del tiempo y temperatura de envejecido. En el caso del acero JN1, también se observó la precipitación celular con una morfología similar a la perlita de los aceros al carbono. La fracción volumétrica de precipitaciones transgranular e intergranular fue mayor en el acero JJ1, como se explicará posteriormente; sin embargo, la precipitación intergranular fue más uniforme y abundante, en el acero JN1. En contraste, la cinética de precipitación fue más rápida en el acero JN1, debido a su mayor contenido de solutos intersticiales, C y N.

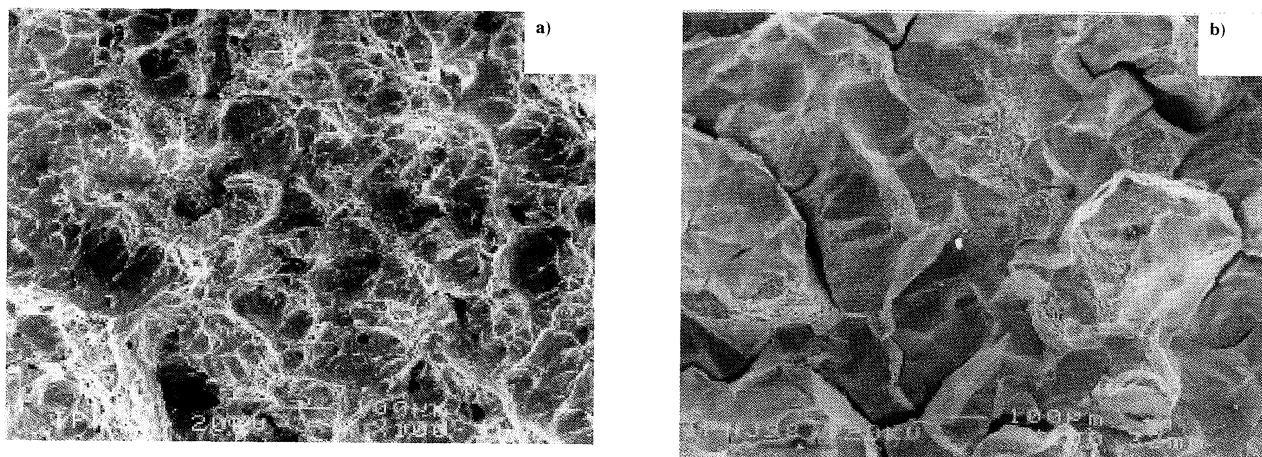
Los patrones de difracción de rayos X de los aceros JN1 y JJ1, envejecidos a 1.173 K por 50 y 1.000 min se muestran en las figuras 10 y 11, respectivamente. Aquí, se detectó, claramente, que las fases precipitadas  $M_2N$  y  $M_{23}C_6$  estaban presentes en el caso del acero JN1 envejecido, siendo M, principalmente, cromo, de acuerdo al microanálisis de los precipitados en el MEB, lo cual concuerda con otros trabajos<sup>[13]</sup>. Esto, confirma que la precipitación celular observada en este acero



**Figura 7.** Morfología y fractografía de la probeta miniatura ensayada del acero JN1: a) y b) solubilizado, y c) y d) envejecido a 1.173 K por 1.000 min.

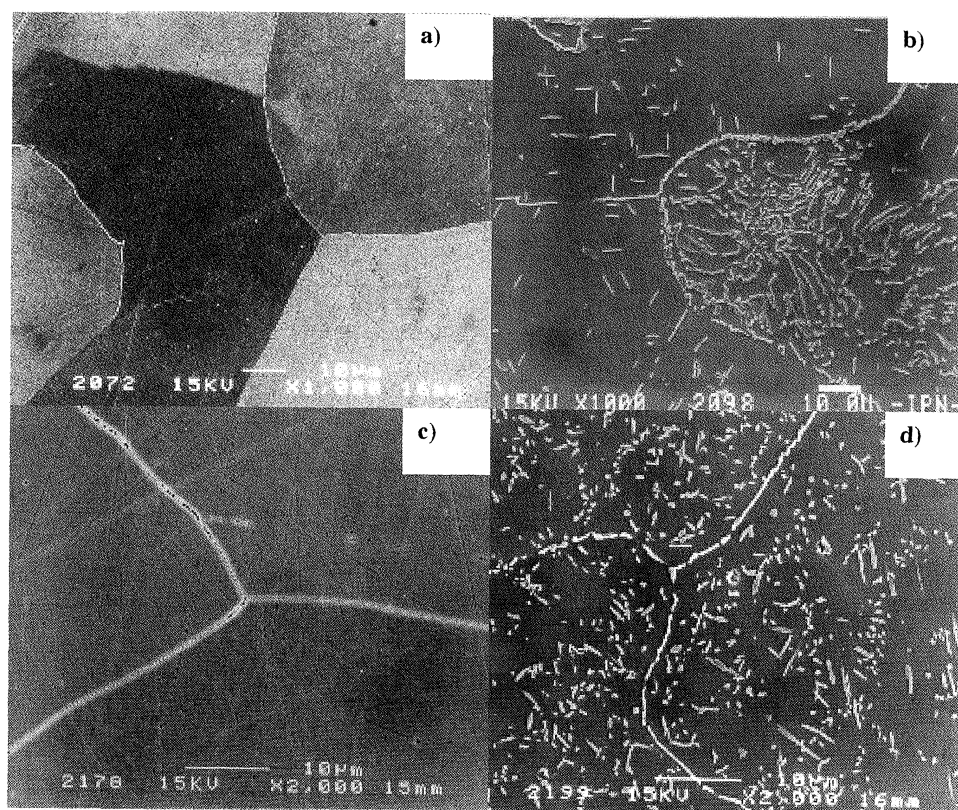
*Figure 7. Morphology and fractography of SP tested specimens of JN1 steel: a) and b) solution treated, and c) and d) aged at 1173 K for 1000 min.*





**Figura 8.** Fractografías de la probetas del ensayo Charpy del acero JN1: a) solubilizado y b) envejecido a 1.173 K por 1.000 min.

Figure 8. Fractography of CVN tested specimens of JN1 steel: a) solution treated and b) aged at 1173 K for 1000 min.

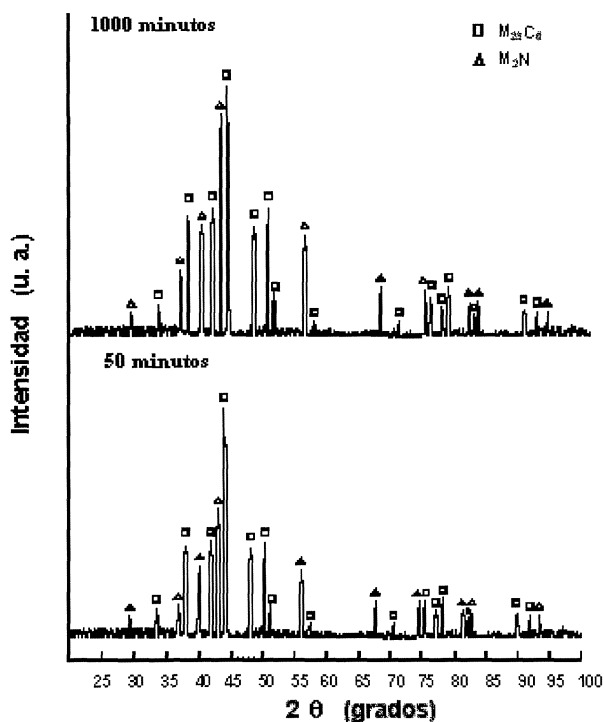


**Figura 9.** Micrografías de los aceros JN1: a) y b) y JJ1: c) y d), envejecidos a 973 K por 100 min y 1.173 K por 1.000 min, respectivamente.

Figure 9. Micrographs of JN1 steel: a) and b) and JJ1 steel: c) and d), aged at 973 K for 100 minutes and at 1173 K for 1000 min, respectively.

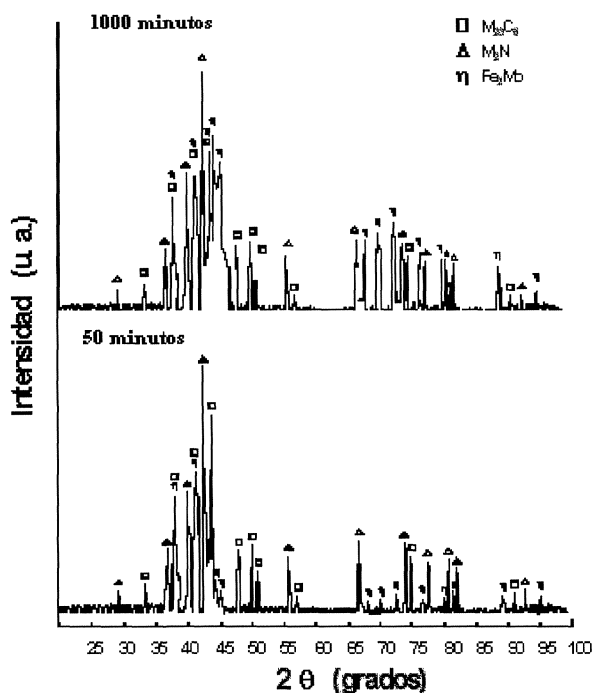
ocurre de acuerdo a la siguiente reacción:  $\gamma \rightarrow \gamma + Cr_2N$  y concuerda con lo descrito por otros autores<sup>[13]</sup>. Por otro lado, en el caso del envejecido para el acero JJ1, se encontró que, adicionalmente, a las fases  $M_2N$  y  $M_{23}C_6$  también preci-

pitó la fase  $\eta$  ( $Fe_2Mo$ ). La precipitación de esta última fue en forma de agujas formadas dentro del grano y es la causante de la mayor fracción volumétrica de precipitación, en este acero.



**Figura 10.** Patrones de difracción de rayos X de los residuos extraídos del acero JN1 envejecido a 1.173 K por 50 y 1.000 min.

Figure 10. XRD patterns of extracted residues for JN1 steel aged at 1173 K for 50 and 1000 min.



**Figura 11.** Patrones de difracción de rayos X de los residuos extraídos del acero JJ1 envejecido a 1.173 K por 50 y 1.000 min.

Figure 11. XRD patterns of extracted residues for JJ1 steel aged at 1173 K for 50 and 1000 min.

La mayor caída de la tenacidad a la fractura se observó cuando se presentó la mayor precipitación intergranular en las muestras envejecidas. Esto, sugiere que la precipitación intergranular de carburos y nitruros es la responsable de la pérdida de cohesión de los granos austeníticos, lo que facilita la fractura intergranular.

Una forma de evitar este tipo de fragilización para los aceros inoxidables austeníticos es pasar, rápidamente, el rango de temperaturas, 800-900 °C, para la precipitación intergranular. Por ejemplo, se recomienda enfriar rápidamente los cordones de soldadura con un paño húmedo para evitar la fragilización, de la zona afectada por el calor, por la formación de precipitados intergranulares durante el proceso de soldadura de estos aceros.

#### 4. CONCLUSIONES

El envejecido isotérmico causó una reducción drástica de la tenacidad a la fractura en ambos aceros, debido a la precipitación intergranular de carburos y nitruros. La pérdida de la tenacidad fue mayor en el envejecido del acero JN1 debido a su mayor contenido de carbono y nitrógeno, los cuales provocaron una precipitación más intergranular y uniforme que la del acero JJ1. Las probetas de ambos ensayos mostraron un aumento de fractura intergranular con el tiempo de envejecido. Se encontró una correlación lineal entre las energías de fractura a 77 K de los ensayos miniatura de embutido y de impacto Charpy.

#### REFERENCIAS

- [1] M.P. MANAHAN, *Nucl. Technol.* 63 (1983) 295-315.
- [2] F.H. HUANG, M.L. HAMILTON y G.L. WIRE, *Nucl. Technol.* 57 (1982) 234-252.
- [3] G.E. LUCAS, J.W. SCHECKERD, G.R. ODETTE y S. PANCHANADEESWARANT, *J. Nucl. Mater.* 122-123 (1984) 429-434.
- [4] R.J. PUIG y B.A. CHIN, *ASTM Special Technical Publication* 888 (1983) 17-49.
- [5] F.H. HUANG, *ASTM Special Technical Publication* 888 (1983) 201-218.
- [6] J. KAMEDA y O. BUCK, *J. Mater. Sci.* 83 (1986) 29-38.
- [7] P. MARSHAL, *Austenitic Stainless Steels*, Ed. Elsevier, Londres, 1984, pp. 1-50.
- [8] H. NAKAJIMA, K. YOSHIDA y S. SHIMAMOTO, *ISIJ Int.* 30 (1990) 567-578.



- [9] K. SUEMUNE, T. SAKAMOTO, T. OGAWA, T. OZAKI, y S. MAHEHARA, *Adv. Cryog. Eng.* 34A (1998) 123-129.
- [10] H. NAKAJIMA, Y. NUNOYA, M. NOZAWA, O. IVANO, T. TACAÑO y S. OHKITA, *Adv. Cryog. Eng.* 34A (1998) 323-330.
- [11] K. NOHARA, T. KATO, T. SAKAI, S. SUZUKI y Y. ONO, *Adv. Cryog. Eng. Mater.* 28 (1982) 117-122.
- [12] J.W. SIMMOMS, B.S. COVINO, J.A. HAWK y J.S. DUNNING, *ISIJ Int.* 36 (1996) 846-854.
- [13] J. BOTELLA, J. ALMAGRO, E. OTERO, P. HIERRO y C. MERINO, *Rev. Metal. Madrid* 35 (1999) 22-32.
- [14] M. KIKUCHI, M. KAJIHARA y S. CHOI, *Mater. Sci. Eng.* 146A (1991) 131-150.