

TRABAJO DE ASCENSO

INFLUENCIA DE LA CORROSION A ALTA TEMPERATURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FATIGA OLIGOCICLICA DE UN ACERO ASTM A387 GRADO 22

**Trabajo de Ascenso presentado ante la
Universidad Central de Venezuela
para optar a la Categoría de Profesor Agregado
en el Escalafón Universitario
por el Profesor León S., José B.**

Caracas, 2017

TRABAJO DE ASCENSO

INFLUENCIA DE LA CORROSION A ALTA TEMPERATURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FATIGA OLIGOCICLICA DE UN ACERO ASTM A387 GRADO 22

**Trabajo de Ascenso presentado ante la
Universidad Central de Venezuela
para optar a la Categoría de Profesor Agregado
en el Escalafón Universitario
por el Profesor León S., José B.**

Caracas, 2017

León S., José B.

INFLUENCIA DE LA CORROSION A ALTA TEMPERATURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FATIGA OLIGOCICLICA DE UN ACERO ASTM A387 GRADO 22

Trabajo de ascenso, Caracas, U.C.V.. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Año 2017, 121 p.

Palabras claves: Acero ASTM A387, Fatiga Oligocíclica, Corrosión a alta temperatura, Microestructura,

Los aceros ASTM A387 grado 22 han sido ampliamente utilizados en la fabricación de componentes de centrales térmicas debido a sus buenas propiedades mecánicas y particularmente a su excelente resistencia al fenómeno de "Creep". El modo de funcionamiento de estas centrales térmicas impone ciclos frecuentes de arranque y parada lo que implica la introducción de la definición de daño por fatiga como variable a tomar en cuenta para este tipo de materiales.

Adicionalmente las temperaturas de servicio de este equipamiento superan la relación de T/T_f de 0,5 por lo que se encuentran expuestas a corrosión a alta temperatura produciéndose una degradación del material que se traduce en la disminución del tiempo en servicio de dichas centrales.

El objetivo de este trabajo de investigación es determinar el efecto de la microestructura y de la corrosión a alta temperatura sobre el comportamiento en fatiga oligocíclica a 565 °C de aceros 2,25Cr1Mo extraídos de componentes de centrales térmicas después de 160.000 horas de servicio.

Para ello se efectuaron ensayos de fatiga oligocíclica a $T=565$ °C al aire y al vacío sobre un acero ASTM A387 grado 22 con dos microestructuras diferentes, se estudió la influencia de la capa de óxido formada sobre el comportamiento en fatiga y finalmente se presenta un esquema del mecanismo de degradación de ambos aceros de acuerdo a los sistemas estudiados.

INDICE GENERAL

RESUMEN	iii
INDICE GENERAL	iv
LISTA DE TABLAS	viii
LISTA DE FIGURAS	x
INTRODUCCION	1
CAPITULO I	3
ORIGEN DEL PROBLEMA	3
CAPITULO II	7
FUNDAMENTO TEORICO	7
II.1.- DEFINICION DEL ACERO ASTM A387/A387M	7
II.2.- MICOROESTRUCTURAS DEL ACERO ASTM A387/A387M GRADO 22	8
II.2.1.- Identificación de las diferentes microestructuras del acero ASTM A387/A387M grado 22	9
II.2.2.- Descripción de la microestructura del acero ASTM A387/A387M grado 22 ferrito-bainíticos	11
II.2.3.- Influencia de la composición química en la microestructura	14
II.2.4.- Influencia del mantenimiento de la temperatura sobre la microestructura	15
II.2.5.- Comportamiento bajo solicitud uniaxial de la aleación ASTM A387/A387M grado 22	18
II.3.- DESCRIPCION DEL COMPORTAMIENTO EN FATIGA OLIGOCICLICA DEL ACERO ASTM A387/A387M GRADO 22	21
II.3.1.- Recordatorios	21
II.3.2.- Fatiga Oligocíclica del acero ASTM A387/A387M Grado 22 en caliente	24

II.4.- CORROSION A LTA TEMPERATURA	27
II.4.1.- Mecanismo básico de formación de óxido	31
II.4.2.- Cinética de corrosión a alta temperatura	32
II.4.3.- Control de la atmósfera para la protección de metales	36
II.4.4.- Prevención o control de la formación de capas de óxido	37
II.4.5.- Suministro de atmósferas protectoras en el laboratorio	40
II.4.6.- Decarburación	42
II.5.- INFLUENCIA DEL MEDIO OXIDANTE SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE MATERIALES METALICOS	44
II.5.1.- Generalidades	44
II.5.2.- Influencia de la presión parcial de oxígeno sobre la fatiga-propagación y sobre la fatiga oligocíclica	48
II.5.3.- Comportamiento de los materiales metálicos y aleaciones bajo fatiga oligocíclica al vacío	50
II.5.4.- Efecto del vacío sobre el comportamiento de las dislocaciones	53
CAPITULO III	55
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	55
III.1.- CARACTERIZACION DEL ACERO	55
III.1.1.- Antecedentes del material	55
III.1.2.- Características y composición química de grados del acero estudiado	56
III.1.3.- Microestructuras	56
III.2.- ENSAYOS DE FATIGA OLIGOCICLICA A ALTA TEMPERATURA	58
III.2.1.- Máquina de fatiga	58
III.2.2.- Probeta de fatiga	61

III.2.3.- Parámetros estándar de los ensayos y magnitudes medidas	61
III.2.4.- Influencia de los parámetros de los ensayos	63
III.3.- ENSAYOS DE FATIGA A ALTA TEMPERATURA Y AL VACIO	64
III.3.1.- Máquina y probetas de fatiga	64
III.3.2.- Parámetros estándar de los ensayos y magnitudes medidas	67
III.4.- CARACTERIZACION DE LA CAPA DE OXIDO	68
CAPITULO IV	69
RESULTADOS Y DISCUSION	69
IV.1.- INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA OLIGOCICLICA EN CALIENTE DEL ACERO ASTM A387 GRADO 22	69
IV.1.1.- Metodología	69
IV.1.2.- Identificación del comportamiento de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura mayoritariamente ferrítica.	70
IV.1.3.- Identificación del comportamiento de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura ferrito – bainítica	74
IV.1.4.- Influencia de la velocidad de deformación	78
IV.1.5.- Influencia de la relajación	79
IV.2.- INFLUENCIA DE LA CORROSION A ALTA TEMPERATURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA OLIGOCÍCLICA A ALTA TEMPERATURA DEL ACERO ASTM A387 GRADO 22	81
IV.2.1.- Metodología	81
IV.2.2.- Comportamiento bajo vacío de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura mayoritariamente ferrítico.	82
IV.2.3.- Comportamiento bajo vacío de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura ferrito-bainítica.	88
IV.2.4.- Elementos para una discusión.	93

IV.3.- CARACTERIZACIÓN DE LAS CAPAS DE ÓXIDO FORMADAS EN CURSO DE REDUCCIÓN DE CICLOS	98
IV.4.- INFLUENCIA DE LA CAPA DE ÓXIDO SOBRE LA FATIGA OLIGOCÍCLICA BAJO VACÍO DE ACEROS ASTM A 387 GRADO 22	103
IV.4.1.- Comportamiento del acero V85F preoxidado	104
IV.4.2.- Comportamiento del acero V35F preoxidado	107
CONCLUSIONES	112
RECOMENDACIONES	116
BIBLIOGRAFIA	117

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.	Especificaciones de la aleación ASTM A387 de acuerdo a la Sociedad Americana de Ensayos y Materiales (ASTM)	7
Tabla 2.	Composición química (% en masa) según la norma francesa 10 CD 9.10 (Fe balance).	9
Tabla 3.	Tipos de precipitados presentes en la aleación ASTM A387/A387M grado 22	14
Tabla 4.	Relación de Pilling-Bedworth para algunos óxidos de metales de interés industrial.	35
Tabla 5.	Presiones Parciales del oxígeno aproximadas en el equilibrio (atm).	40
Tabla 6.	Composición química (% máxicos) de diferentes grados del acero ASTM A387 grado 22 estudiado (Fe balance)	56
Tabla 7.	Nomenclatura, fracción volumétrica ferrita-bainita, tamaño de grano y microdureza de diferentes tipos del acero estudiado.	58
Tabla 8.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C del acero tipo V85F	70
Tabla 9.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C del acero tipo V35F	74
Tabla 10.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica (T= 565 °C) del material V35F para $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3}$ y $4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.	78
Tabla 11.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica (T= 565 °C) del material V35F con y sin tiempo de mantenimiento.	80
Tabla 12.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T= 565 °C al vacío del acero ASTM A387 tipo V85F	82
Tabla 13.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T= 565 °C al vacío del acero A387 tipo V35F	88
Tabla 14.	Espesores de las capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V85F. Fatiga al aire (a) $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, (b) $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	101
Tabla 15.	Espesores de las capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V35F. Fatiga al aire (a) $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, (b) $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	101

Tabla 16.	Tiempo de oxidación y espesores de capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V85F	103
Tabla 17.	Tiempo de oxidación y espesores de capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V35F	104
Tabla 18.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T= 565 °C al vacío del acero ASTM A387 tipo V85F preoxidado.	104
Tabla 19.	Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T= 565 °C al vacío del acero ASTM A387 tipo V35F preoxidado.	107

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Cronología de puesta en servicio de una central térmica clásica desde el inicio de operación.	4
Figura 2.	Esquema de funcionamiento de una central térmica "tradicional".	5
Figura 3.	Esquema general de un colector (SHT y RHT).	6
Figura 4.	10 CD 9.10: Diagramas de transformaciones anisotérmicos (TRC) (a), e isotérmicos (TTT) (b).	10
Figura 5.	Esquema de la microestructura de la bainita en un acero 10 CD 9.10 envejecido.	17
Figura 6.	Características mecánicas en tracción en función de la temperatura del acero ASTM A387/A387M en el estado ferrítico y bainítico.	19
Figura 7.	Influencia de la microestructura sobre el comportamiento de fluencia: estructura ferrítica y estructura bainítica.	21
Figura 8.	Ejemplos de endurecimiento y ablandamiento cíclico.	23
Figura 9.	Esquema y nomenclatura de una bucle de histéresis registrada en el curso de un ensayo de fatiga oligocíclica.	24
Figura 10.	Evolución de la desorientación de células de dilataciones en la bainita de un acero 10 CD 9.10.	27
Figura 11.	Diagrama de equilibrio hierro-oxígeno mostrando las variedades de óxido de hierro.	30
Figura 12.	Esquema de las diferentes etapas que constituyen el mecanismo de la corrosión a alta temperatura.	31
Figura 13.	Trazado general representativo de las leyes cinéticas habituales a las que se ajustan los procesos de corrosión a alta temperatura.	34
Figura 14.	Presión parcial del equilibrio del oxígeno para diferentes sistemas metal-oxido.	39
Figura 15.	Condiciones de oxido reducción en atmósferas CO/CO ₂	42

Figura 16.	Modelo de interacción entre el oxígeno y una banda de deslizamiento en la iniciación de una grieta por fatiga.	47
Figura 17.	Modelo de formación de las cavidades que evolucionarán en una grieta.	47
Figura 18.	Efecto de la presión de oxígeno sobre la velocidad de propagación de una grieta en un acero inoxidable AISI 316L (Z2CND18-12) a 500 °C.	48
Figura 19.	Variación de la vida a fatiga en función de la presión de aire para el aluminio (a) y para el plomo (b).	50
Figura 20.	Resistencia a la fatiga al aire y al vacío a temperatura ambiente de una aleación Ti-6Al-4V (a) y de un acero 316L (b).	51
Figura 21.	Resistencia a la fatiga de diversas aleaciones al aire y al vacío. Las zonas delimitadas al aire y al vacío agrupan 19 aleaciones.	52
Figura 22.	Esquema de conjunto de un colector de tipo RHT.	55
Figura 23.	Fotomicrografías ópticas de los dos tipos de acero ASTM A387 grado 22 estudiados (a) acero 1, (b) acero 2, F: ferrita B:bainita.	57
Figura 24.	Esquema de montaje en caliente y en el aire.	60
Figura 25.	Montaje en caliente.	60
Figura 26.	Probeta de fatiga oligocíclica.	61
Figura 27.	Forma de la señal de mando para un ensayo de $\Delta\epsilon_t = 1.2\%$ en fatiga oligocíclica.	62
Figura 28.	Forma de la señal de pilotaje para analizar el efecto de un tiempo de mantenimiento de 10 min.	64
Figura 29.	Esquema del montaje en caliente bajo vacío.	65
Figura 30.	Montaje al alta temperatura al vacío.	66
Figura 31.	Comprobación de la calibración entre los ensayos efectuados con el extensómetro sobre la probeta (interno) como de manera indirecta (externo).	67
Figura 32.	Acero ASTM A387 tipo V85F (a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos (b) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga (c) Curvas de endurecimiento por deformación uniaxial y cíclica	71

Figura 33.	Fotomicrografías MET del acero ASTM A387 caso V85F a) Ferrita antes fatiga, b), c) ferrita después de 500 ciclos de fatiga $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ y d) ferrita tras fatiga $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$	73
Figura 34.	Acero ASTM A387 tipo V35F (a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos (b) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga (c) Curvas de endurecimiento por deformación uniaxial y cíclica	75
Figura 35.	Fotomicrografías MET en los granos de Ferrita y bainita del acero ASTM A387 tipo V35F (a),(b) Antes fatiga; (c), (d) después de la rotura por fatiga $\Delta\epsilon_t = 0,2\%$; (e),(f) después de la rotura por fatiga $\Delta\epsilon_t = 2\%$	77
Figura 36.	Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del número de ciclos para el material V35F. (Variación de la velocidad del ensayo).	79
Figura 37.	Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del número de ciclos para el material V35F. (Introducción de tiempo de mantenimiento).	80
Figura 38.	Acero ASTM A387 tipo V85F (a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos. (b) Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga.	83
Figura 39.	Curva de resistencia a la fatiga para el acero V85F.	84
Figura 40.	Acero ASTM A387 tipo V85F Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos al vacío y al aire.	85
Figura 41.	Acero ASTM A387 tipo V85F (a),(b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al aire $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ (c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al aire $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	86
Figura 42.	Acero ASTM A387 tipo V85F (a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ (c),(d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$.	87

Figura 43.	Acero ASTM A387 tipo V85F (a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos. (b) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga.	89
Figura 44.	Curva de resistencia a la fatiga para el acero V35F.	90
Figura 45.	Acero ASTM A387 tipo V35F Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos al vacío y al aire	91
Figura 46.	Acero ASTM A387 tipo V35F (a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al aire $\Delta\epsilon_t=0,4\%$ (c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al aire $\Delta\epsilon_t=1,2\%$	92
Figura 47.	Acero ASTM A387 tipo V35F (a) Fotomicrografía óptica después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t=0,4\%$ (b), (c) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t=1,2\%$	93
Figura 48.	Fotomicrografías MEB del acero ASTM A387 tipo V85F (a) Superficie después de fatiga al aire $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, (b) Sección longitudinal después de fatiga a vacío $\Delta\epsilon_t=0,4\%$ (c) y (d) Superficie después de 15865 ciclos de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t=0,4\%$	96
Figura 49.	Curva de resistencia a la fatiga del acero ASTM A387 tipos V35F y V85F bajo vacío y al aire.	97
Figura 50.	Espectro de difracción de rayos-X de los óxidos formados en caliente en el acero ASTM A387.	98
Figura 51.	Fotomicrografías MEB en modo de electrones secundarios y espectros EDX del acero ASTM A387 tipo V35F después de la ruptura por fatiga al aire (a) capa adherente entre la aleación y la capa de óxido, (b) capa de óxido (c) capa de óxido en el fondo de la grieta (d) inclusión.	100
Figura 52.	Fotomicrografías MEB de una microgrieta formada en el acero ASTM A 387 tipo V35F (a) después de 650 ciclos de fatiga al aire $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, (b) después de 1800 ciclos de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t=1,2\%$	102
Figura 53.	Evolución del esfuerzo en función del número de ciclos N al aire y al vacío del acero ASTM A387 tipo V85F preoxidado o no.	105

Figura 54.	Acero ASTM A387 tipo V85F preoxidada (a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ (c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	106
Figura 55.	Evolución del esfuerzo en función del número de ciclos N al aire y al vacío del acero ASTM A387 tipo V35F preoxidado o no.	107
Figura 56.	Acero ASTM A387 tipo V35F preoxidado (a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ (c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	109
Figura 57.	Esquema del proceso de inicio y de propagación de las grietas para el acero ASTM A387 grado 22 tipo V85F	114
Figura 58.	Esquema del proceso de inicio y de propagación de las grietas para el acero ASTM A387 grado 22 tipo V35F	115

INTRODUCCION

Los aceros ASTM A 387 grado 22 han sido utilizados ampliamente después de los años 50 para la construcción de centrales térmicas de producción de electricidad. La selección de esta aleación se debió a sus excelentes propiedades mecánicas a alta temperatura y su bajo costo de fabricación.

Las condiciones de servicio de una planta de generación de electricidad viene acompañada por un complejo estado de sollicitaciones mecánicas, en los cuales la repetición, frecuencia, etc. de estas cargas sobre los elementos estructurales producen daños sobre los materiales que la conforman. Las cargas impuestas pueden ser estáticas (fijas) o dinámicas (varían). Adicionalmente al entorno del uso del material, pueden contribuir fenómenos como la corrosión, la vibración, o temperaturas altas y presiones más bajo de lo normal, lo que implica que el material puede estar sujeto al modo “de abuso” que produce una falla mecánica que se caracteriza por la superación de un valor crítico que causa la deformación o fractura.

La corrosión a alta temperatura se define como la degradación de un material que opera a temperaturas elevadas por encima de la relación (T/T_f) de 0,5 y la cual se manifiesta en la superficie por la presencia de una película oxidada rica por los elementos aleantes que conforman la aleación. Su característica principal es la ausencia de un electrolito y por lo tanto la reacción principal de corrosión viene dada por la interacción del metal puro con el oxígeno.

La fatiga es uno de los mecanismos de degradación que frecuentemente se observa en la industria, ya que produce una fractura o una deformación permanente reconocida o un cambio

de forma y/o posición, lo cual puede generar un cese de actividades de la instalación pudiendo ocasionar grandes pérdidas económicas.

En este trabajo de investigación se propone estimar el comportamiento a fatiga a alta temperatura de un acero ASTM A387 grado 22. Para ello se diseñó y construyó un montaje para realizar los ensayos al aire y al vacío. Luego se planteó la necesidad de una matriz de ensayos al aire y bajo vacío para poner en evidencia el papel de la corrosión a alta temperatura y su influencia en el comportamiento cíclico del material. Se pensó en una caracterización de la película de óxido con la ayuda de un difractómetro de Rayos-X y por espectrometría EDX.

El análisis de los diferentes resultados fue visualizado en función de la influencia de la atmósfera oxidante y un medio bajo vacío con respecto a la microestructura y el inicio y la propagación de las grietas por fatiga del material. Finalmente se propuso un mecanismo de degradación para cada situación estudiada.

La importancia de este trabajo es la de presentar una metodología alternativa al análisis de componentes estructurales que se encuentran sometidos a fatiga en condiciones extremas, con la finalidad de alargar el tiempo en servicio de las instalaciones existentes, lo cual se traducirá en el incremento de la seguridad de los equipamientos y la disminución de los costos económicos asociados a la actividad.

CAPITULO I

ORIGEN DEL PROBLEMA

La corrosión a alta temperatura es uno de los mecanismos de degradación de materiales más frecuentes de elementos o partes estructurales a que están sometidos y actualmente en servicio. Un ejemplo frecuente de esta problemática se manifiesta en las centrales térmicas clásicas diseñadas alrededor de los años 70 a nivel mundial que hoy en día, de acuerdo al consumo eléctrico de cada región, hacen que su modo de operación haya variado en relación a sus condiciones iniciales de diseño.

Un ejemplo de esta variación se manifiesta en los países desarrollados (ejemplo Francia) en donde la aparición de la generación de electricidad por centrales nucleares y por ser menos costosas y menos dependientes en términos de combustible empleado, tuvo como consecuencia lógica que la producción de electricidad de origen nuclear represente actualmente más del 80% de la producción total, dejando así una pequeña parte a la generación de las centrales eléctricas convencionales.

Inicialmente, una central térmica clásica estaba prevista para funcionar en forma continua aparte de las paradas programadas para las visitas de mantenimiento y reparación. Bajo este principio, los componentes de las centrales debían sufrir principalmente daños por deformación permanente. De este hecho, los materiales seleccionados y los cálculos de diseño de componentes se basó en esta hipótesis. En el contexto actual, estas centrales son utilizadas como

apoyo en el caso de una solicitud adicional de electricidad, lo que da lugar a los ciclos frecuentes de arranque - parada no previstos en el momento de su puesta en marcha (Figura 1).

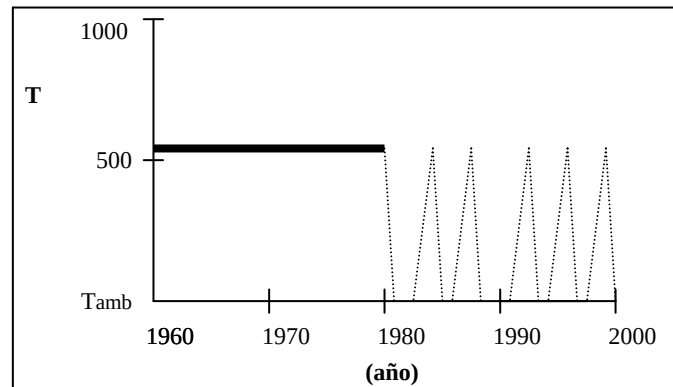


Figura 1. Cronología de puesta en servicio de una central térmica clásica desde el inicio de operación

Para identificar los componentes que podrían estar sometidos a una "perturbación", volvamos a examinar el funcionamiento de una central térmica "tradicional" (Figura 2). En este caso, el combustible en forma de carbón, se inyecta bajo forma pulverizada en la caldera. La combustión de éste permite calentar un balón de agua situado en la parte superior del quemador. El vapor de agua ($T= 343^{\circ}\text{C}$) va a circular en una galería de tubos (recalentadores) hasta llegar a una temperatura de 565°C y una presión de 138 bar y atraviesa una primera turbina de generación de electricidad, llamada de alta presión. El vapor final de turbina transita de nuevo por otro recalentador ($T= 565^{\circ}\text{C}$ y $p=30$ bar) y entra en una segunda turbina (baja presión) a fin de mejorar el rendimiento del conjunto. Después de pasar por estos dos componentes, el vapor va a ser condensado con la ayuda de otro serpentín de tubos refrigerados y es devuelto al contenedor de agua de partida con la ayuda de bombas mecánicas de extracción.

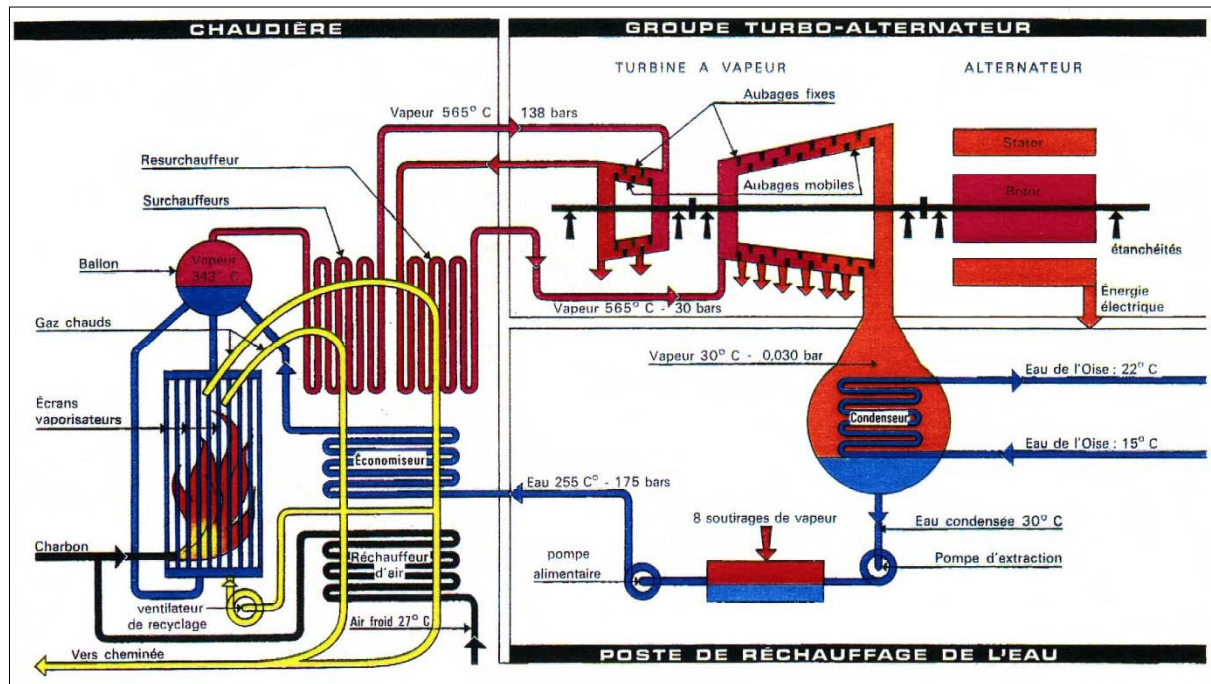


Figura 2. Esquema de funcionamiento de una central térmica "tradicional"
(Argillier, 1998)

Así, las condiciones de utilización de la central imponen a los materiales empleados resistir temperaturas y presiones de vapor elevadas. Para ello, los diseñadores han elegido, en la época de la fabricación, materiales resistentes a la fluencia a un costo razonable. Así el acero ASTM A387 grado 22 ha sido muy a menudo utilizado para la construcción de la mayoría de los cuerpos con espesores importantes.

Hoy los controles y mantenimientos efectuados sobre estas centrales han mostrado una degradación importante por corrosión a alta temperatura y fatiga térmica de los elementos más expuestos como los colectores de vapor (Figura 3). La existencia de esta degradación se traduce en una cantidad importante de grietas a nivel de la llegada de tubos de vapor en el colector y en la zona llamada «Té» acompañada de una importante película de óxido del material. Esto puede explicarse en primer lugar por los cambios de temperatura de vapor de agua que generan

importantes gradientes de temperatura entre el exterior y el interior del tubo. En segundo lugar, en un enfriamiento brusco de vapor de agua, un concentrador de esfuerzos entre la parte superior e inferior al nivel del «Té» se produce a causa del sistema de fijación y de la geometría del colector.

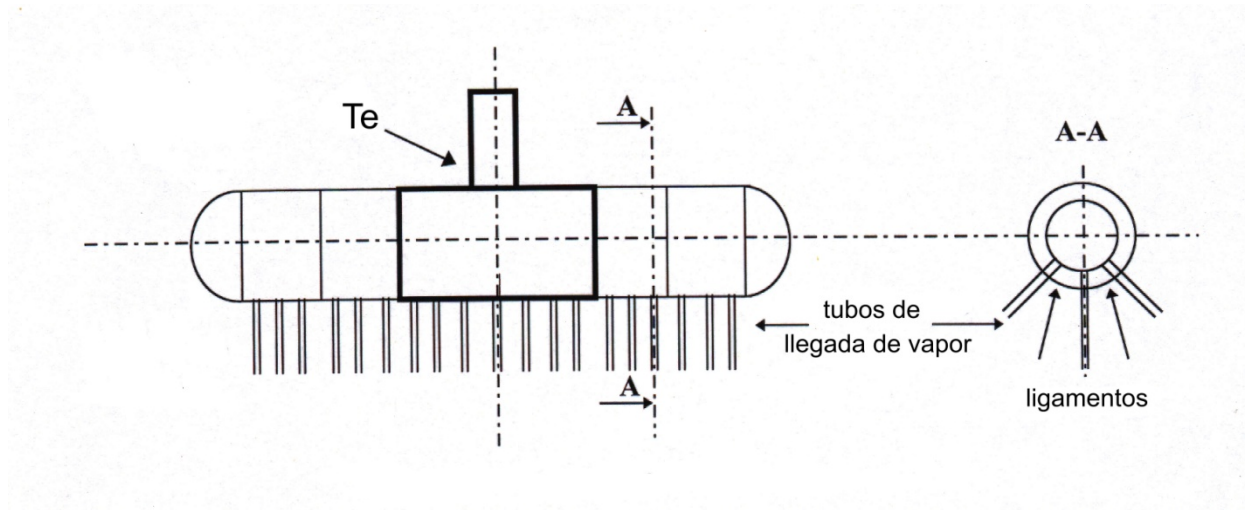


Figura 3. Esquema general de un colector (SHT y RHT)

Siendo rigurosos, sería conveniente efectuar en el laboratorio ensayos de fatiga térmica para acercarse a las condiciones de funcionamiento de la central. Sin embargo, este estudio busca más bien comprender los mecanismos del daño por fatiga asistida por corrosión a alta temperatura en la elaboración de leyes de comportamiento. Para ello hemos optado entonces por los ensayos de fatiga isotérmicos, sugeridos por Argillier (1998) que han mostrado que existe una equivalencia en términos de la formación de estructuras de dislocaciones entre la fatiga isotérmica y la fatiga anisotérmica. Los ensayos de fatiga oligocíclica isotérmicos parecen ser los más apropiados, mientras que las condiciones de funcionamiento de los componentes de la central no siempre están claramente definidos. En las anteriores premisas se basa nuestro estudio.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTO TEORICO

II.1.- DEFINICION DEL ACERO ASTM A387/A387M

De acuerdo a la especificación de la Sociedad Americana de Ensayos y Materiales (ASTM) el acero ASTM con denominación A387/A387M se define como una solución sólida base hierro aleada con cromo y molibdeno, utilizada ampliamente en la fabricación de calderas y recipientes a presión para uso a temperaturas elevadas (ASTM, 1999).

Diferentes tipos de aleaciones pueden ser fabricadas según su composición química, y su presentación comercial más común. Son laminas de diferentes grados las cuales se diferencian de acuerdo a la siguiente tabla:

Tabla 1. Especificaciones de la aleación ASTM A387 de acuerdo a la Sociedad Americana de Ensayos y Materiales (ASTM)

Grado	Contenido de Cromo (%)	Contenido de molibdeno (%)
2	0,50	0,50
12	1,00	0,50
11	1,25	0,50
22, 22L	2,25	1,00
21, 21L	3,00	1,00
5	5,00	0,50
9	9,00	1,00
91	9,00	1,00
911	9,00	1,00

En el caso de este trabajo de investigación la aleación estudiada será la especificada como grado 22 (2,25% Cr, 1% Mo) utilizada en calderas de generación de electricidad.

II.2.- MICROESTRUCTURA DEL ACERO ASTM A387/A387M GRADO 22

La introducción de elementos de aleación en los aceros tradicionales al carbono hacia los años 30 "aparición de la acería eléctrica" (Giauque, 1994) ha permitido desarrollar una nueva gama de aceros que ha mejorado considerablemente muchas propiedades tales como la ductilidad, la tenacidad, las propiedades de corrosión, las propiedades magnéticas y la capacidad de soldadura.

La aleación de norma ASTM A387/A387M grado 22 es un acero de bajo contenido en carbono (0,1% C) aliado principalmente al cromo (2,25%) y al molibdeno (1%). Sus principales características son de presentar una muy buena condición a altas temperaturas y una excelente resistencia a la fluencia a bajo costo de fabricación. Es por ello que desde los años 50, los aceros ASTM A387/A387M han sido ampliamente empleados en la construcción de las centrales térmicas para la producción de electricidad, donde las temperaturas y presiones a soportar eran respectivamente 540°C y 35 MPa (Vandershaeghe y Gabrel, 1999). Hoy, las composiciones químicas del acero estudiado han sido modificadas (introducción de wolframio, niobio y vanadio) lo que da lugar a nuevas aleaciones más resistentes a la fluencia tolerando así presiones y temperaturas de vapor más elevadas.

Nuestro estudio concierne al acero ASTM A387/A387M grado 22 fabricado en los años 70 cuyo carácter distintivo es haber sufrido un envejecimiento en servicio de larga duración.

II.2.1.- Identificación de las diferentes microestructuras del acero ASTM A387/A387M grado 22

El acero **ASTM A387/A387M grado 22** es elaborado al oxígeno puro, al horno eléctrico o al horno Martin (Afnor, 1980). Según la norma AFNOR NF 36-602 (Afnor, 1980), la composición química del acero **10 CD 9.10** debe respetar los valores definidos en el cuadro siguiente:

Tabla 2. Composición química (% en masa) según la norma francesa 10 CD 9.10 (Fe balance)

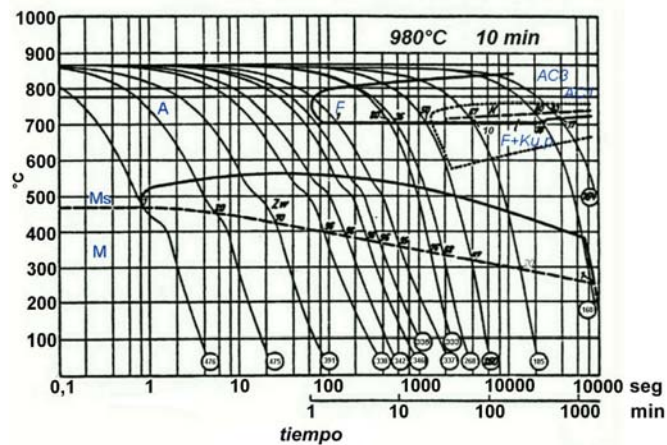
Estado	C % Max.	Si %	Mn %	P % Max.	S % Max.	Cr %	V %	Cu % Max.	Mo %
Colada	0,15	0,15-0,35	0,40-0,80	0,030	0,030	2,00-2,50	≤ 0,04	0,30	0,90-1,10
Producto	0,17	0,10-0,40	0,85-0,40	0,035	0,035	1,95-2,55	≤ 0,04	0,30	0,90-1,15

Tras su elaboración, estos aceros pueden estar sujeto a dos tipos de tratamiento térmicos diferentes.

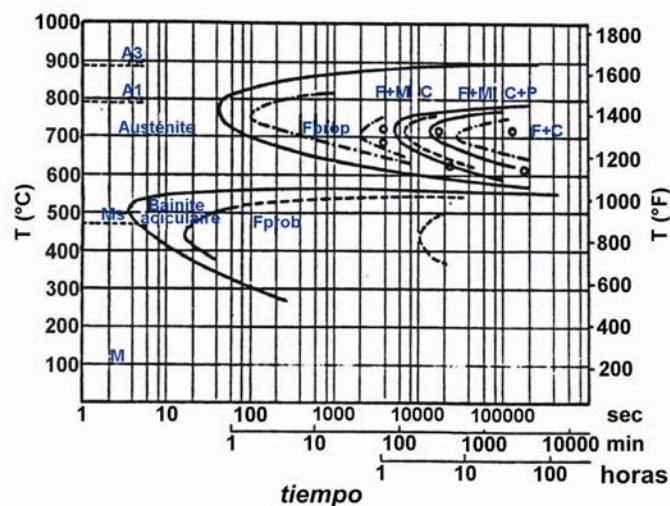
- El primer tratamiento posible comienza con una austénización hasta 900°C durante el tiempo necesario para que se produce una recristalización en el ámbito austenítico y una disolución de los precipitados. El tratamiento de puesta en solución puede ser seguido de un enfriamiento muy lento en un horno hasta temperatura ambiente. Una variante consiste en enfriar la pieza austénizada hasta una temperatura T (comprendida entre 677 °C y 732 °C), mantener a dicha temperatura durante un período determinado, y luego enfriar lentamente al horno hasta temperatura ambiente.

- El segundo tratamiento (el más recomendado y utilizado) también comienza por una austénización hacia 900 °C, seguido por un tratamiento de normalización-revenido. Este último consiste en un temple seguido por un revenido entre 593 °C y 760°C durante un tiempo determinado según las dimensiones de la pieza.

La microestructura final de la aleación ASTM A387/A387M grado 22 puede estimarse con la ayuda de los diagramas de transformaciones anisotérmicos (diagramas TRC) y los diagramas isotérmicos tiempo-temperatura-transformación (diagrama TTT) (Figura 4).



(a)



(b)

Figura 4. 10 CD 9.10: Diagramas de transformaciones anisotérmicos (TRC) (a), e isotérmicos (TTT) (b)

Así, se puede observar que:

- El enfriamiento lento al horno favorece la estructura ferrítica.
- Si el enfriamiento se efectúa al aire, la estructura predominante está compuesta de bainita con algunas esferas de ferrita.
- En un enfriamiento al aceite, la estructura es mayoritariamente bainítica, pero puede contener ferrita y martensita.
- Finalmente, con un enfriamiento al agua, la estructura es martensítica con algunas esferas de bainita.

Para el empleo a altas temperaturas, la microestructura exigida por las normas internacionales para el acero estudiado deberá contener ferrita proeutectoide y de la bainita. La fracción volumétrica de estos dos componentes va a depender de una parte de la velocidad de enfriamiento durante el tratamiento térmico y por otra parte del volumen de la pieza a tratar.

II.2.2.- Descripción de la microestructura del acero ASTM A387/A387M grado 22 ferrito-bainíticos

- **Ferrita:** durante el tratamiento de normalización, el primer producto de transformación es la ferrita proeutectoide. Esta ferrita está formada por un proceso de germinación y crecimiento, que se efectuará preferentemente en las juntas de los granos austeníticos donde la energía de activación y tamaño de los gérmenes son los más débiles. La cinética de crecimiento va a depender del intercambio de átomos entre la austenita y la ferrita. Un gradiente de

composición de solutos de sustitución entre las dos fases va formarse y será reabsorbido por difusión.

El proceso de transformación se produce sin ninguna deformación importante, y por lo tanto la ferrita contiene una baja densidad de dislocaciones. Por otra parte, observamos que al final de la transformación, la ferrita está muy enriquecida con elementos alfégenos como el molibdeno. Esto fomenta la formación y la persistencia de pares de átomos Mo-C o de combinaciones Mo-C-Mo y la germinación de precipitados M_2C . El tratamiento de revenido permite la difusión de los elementos de aleación formando nuevos carburos en dicho componente (Argillier, 1998).

- **Bainita (ferrítica)** : esta fase se ve favorecida por una parte, por un efecto de composición química (contenido de carbono superior a 0,02%) y de otra parte, porque el enfriamiento es suficientemente rápido para que las transformaciones ferríticas y perlíticas sean sustituidas por este mecanismo de transformación.

La bainita se describe de manera clásica como un conjunto de muy finas plaquetas de carburos (cementita) que están orientadas al mismo tiempo con agujas de ferrita que constituyen una matriz en listones. Al contrario de la ferrita, la bainita ferrítica presenta una gran densidad de dislocaciones que provienen de una fuerte deformación debida al crecimiento de las agujas y a los componentes de cizallamiento inducidas en la transformación de la austenita en ferrita (Badeshia, 1992).

Según el contenido de carbono del acero, la distribución y la morfología de los carburos en la bainita pueden cambiar. Así para la aleación ASTM A387/A387M grado 22, se pueden observar dos formas distintas de morfologías y de distribución:

- Bainita superior: las plaquetas de cementita (Fe_3C) están orientadas al mismo tiempo a los tablillas de Ferrita ; se forma a una temperatura ligeramente inferior a la transformación ferrito-perlítica .
- Bainita inferior: cuando la transformación se produce con temperaturas más bajas que dan lugar a la bainita superior. De finas plaquetas de carburo se insertan en los tablillas de Ferrita formando un ángulo de 60° respecto al eje de la tablilla (Badeshia, 1992) .

El tratamiento de revenido activa por una parte un proceso de restauración en la bainita y conduce a un comienzo de organización de las dislocaciones en paredes de células (Badeshia, 1992). Por otra parte, permite una difusión de los elementos de aleación como el cromo para formar nuevos precipitados.

Precipitados: el molibdeno y el cromo son generalmente considerados por tener afinidades similares con el carbono y el nitrógeno. Generalmente, estos dos elementos son utilizados en el acero ASTM A387/A387M grado 22 para promover un efecto de endurecimiento por solución sólida y por precipitación.

Los diferentes tipos de precipitados y su morfología (todas temperaturas combinadas) se presentan en la tabla 3 (Abdel-Latif, Corbett y Taplin, 1982; Murphy y Branch, 1971; Yukitoshi y Nishida, 1972; Challenger, Miller y Brinkman, 1981; Pilling y Ridley, 1982; Ahila, Ramakrishna y Radhakrishnan, 1994).

Tabla 3. Tipos de precipitados presentes en la aleación ASTM A387/A387M grado 22

CARBURO	Sistema	Fe (%)	Cr (%)	Mo (%)	MORFOLOGÍA
M ₂ C	FCC	1-15	5-30	60-90	Pequeña placa
M ₃ C	ORTO	45-85	3-25	0-20	Esferoidal
M ₇ C ₃	ORTO	25-45	35-60	1-10	CONTORNOS Rectilíneos
M ₂₃ C ₆	FCC	25-60	20-40	1-20	PARALELEPÍPEDO Rectangular
M ₆ C	FCC	20-40	2-20	30-60	Esferoidal

x

II.2.3.- Influencia de la composición química en la microestructura

El contenido de carbono es un parámetro importante para la obtención de la microestructura final del acero. Este contenido puede variar entre 0,07% y 0,15% en masa según los distintos fabricantes. Parameswaran, Vijayalakshmi, Shnakar y Raghunathan, (1992) muestran que al aumentar el contenido en carbono, la fracción volumétrica de bainita aumenta, realizando un tratamiento térmico de recocido idéntico. Además, el contenido de carbono afecta la densidad y la naturaleza de los precipitados según la historia térmica del ASTM A387/A387M grado 22.

El cromo y el molibdeno forman soluciones sólidas de sustitución con el hierro. La adición de estos elementos disminuye la estabilidad de la austenita a favor de la ferrita, lo que aumenta la resistencia mecánica y la tenacidad del acero.

II.2.4.- Influencia del mantenimiento de la temperatura sobre la microestructura

De acuerdo al tratamiento térmico en el proceso de fabricación y el tiempo de servicio del componente, dos tipos de rampas de mantenimiento en el tiempo deben de ser tomadas en cuenta. El primero se refiere al tratamiento de revenido, realizado después del temple, cuya temperatura máxima puede alcanzar 700 °C con una duración de algunas horas de acuerdo al volumen de la pieza a tratar.

El segundo caso es relativo al empleo del componente en servicio, en el cual se observa un envejecimiento a la temperatura de funcionamiento para períodos variables según el reemplazo o el uso intensivo del componente.

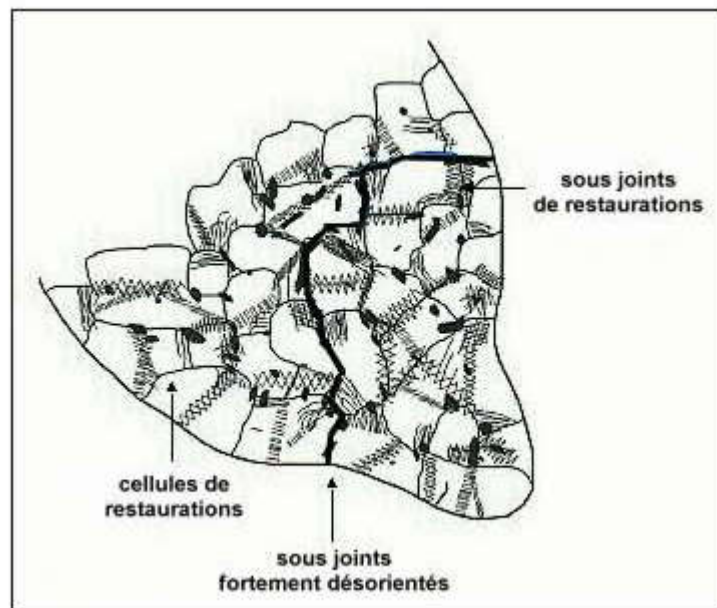
El revenido tiene por efecto activar las secuencias de precipitación en la ferrita y la bainita. Al finalizar el temple, el revenido permite en la ferrita la difusión de los elementos de aleación, en particular el cromo y el molibdeno que son sobresaturados. La matriz se empobrece considerablemente de molibdeno y en pares de átomos Mo-C y la germinación separada de nuevos carburos M_2C (Baker y Nutting, 1959). El efecto del revenido sobre el estado de precipitación en la bainita es enriquecer de cromo los carburos Fe_3C (procedentes del temple). Según la duración del revenido (Baker y Nutting, 1959), los precipitados inestables se

transformarán en pequeños carburos M_7C_3 (poco solubles al molibdeno), en finos carburos M_2C (ricos en molibdeno) y grandes carburos $M_{23}C_6$. Por último, en la bainita, el revenido permitirá una reorganización de las dislocaciones bloqueadas o en forma de marañas producto del tratamiento térmico del temple en una subestructura de células.

La ruptura de piezas en servicio o la sustitución preventiva de componentes tras varias decenas de años permiten ampliar el estado de los conocimientos sobre la estabilidad de la microestructura y de los carburos en particular. Las publicaciones al respecto son poco frecuentes. De nuevo, la modificación de los precipitados difiere de la ferrita a la bainita.

En la Ferrita, Baker y Nutting (1959) muestran que esta evolución se refiere principalmente a la transformación del precipitado M_2C en M_6C más rico de molibdeno. En cambio, Wada (1985) observa una persistencia de los carburos M_2C .

Para la bainita, Pilling y Ridley (1982) detectan carburos de tipo M_7C_3 y $M_{23}C_6$ ricos en cromo y que parecen ser independientes del contenido en carbono del acero. Otros estudios (Gope, Chatterjee, Mukherjee y Sarma 1993 y Benvenuti, Botempi, Corti y Ricci 1996) demuestran también la aparición de carburos M_6C tan estables como los carburos $M_{23}C_6$. Argillier (1998) completó el estudio de estas secuencias de precipitación en un acero con un contenido de 35% de Ferrita y 65% de bainita, envejecido 150.000 h a 565 °C. La presencia de precipitados del tipo M_2C se ha observado en la ferrita, en cambio en la bainita el estado de precipitación se caracteriza por la presencia de carburos tipo M_6C (en pequeña cantidad) en los límites de granos, una cantidad elevada del tipo M_7C_3 y en el interior de los granos los



II.2.5.- Comportamiento bajo solicitud uniaxial de la aleación ASTM A387/A387M grado 22.

Como nuestro trabajo se centra en el análisis del comportamiento en fatiga del acero ASTM A387/A387M grado 22 que será objeto de los próximos párrafos, nos proponemos en esta parte de demostrar la importancia de la microestructura sobre la resistencia a la fluencia y a la tracción.

El comportamiento de tracción uniaxial de un acero ASTM A387/A387M grado 22 depende en gran medida de la fracción volumétrica de la ferrita y la bainita. Holzmann, Vlach y Man (1988) muestran que a temperatura ambiente, el límite de elasticidad de un acero bainítico disminuye de aproximadamente el 60% si el acero contiene 54% de Ferrita.

En general, los aceros de estructura bainítica presentan mejores características mecánicas que los aceros de estructura ferrítica en un intervalo de temperatura comprendida entre 300 °K y 850 °K (Figura 5).

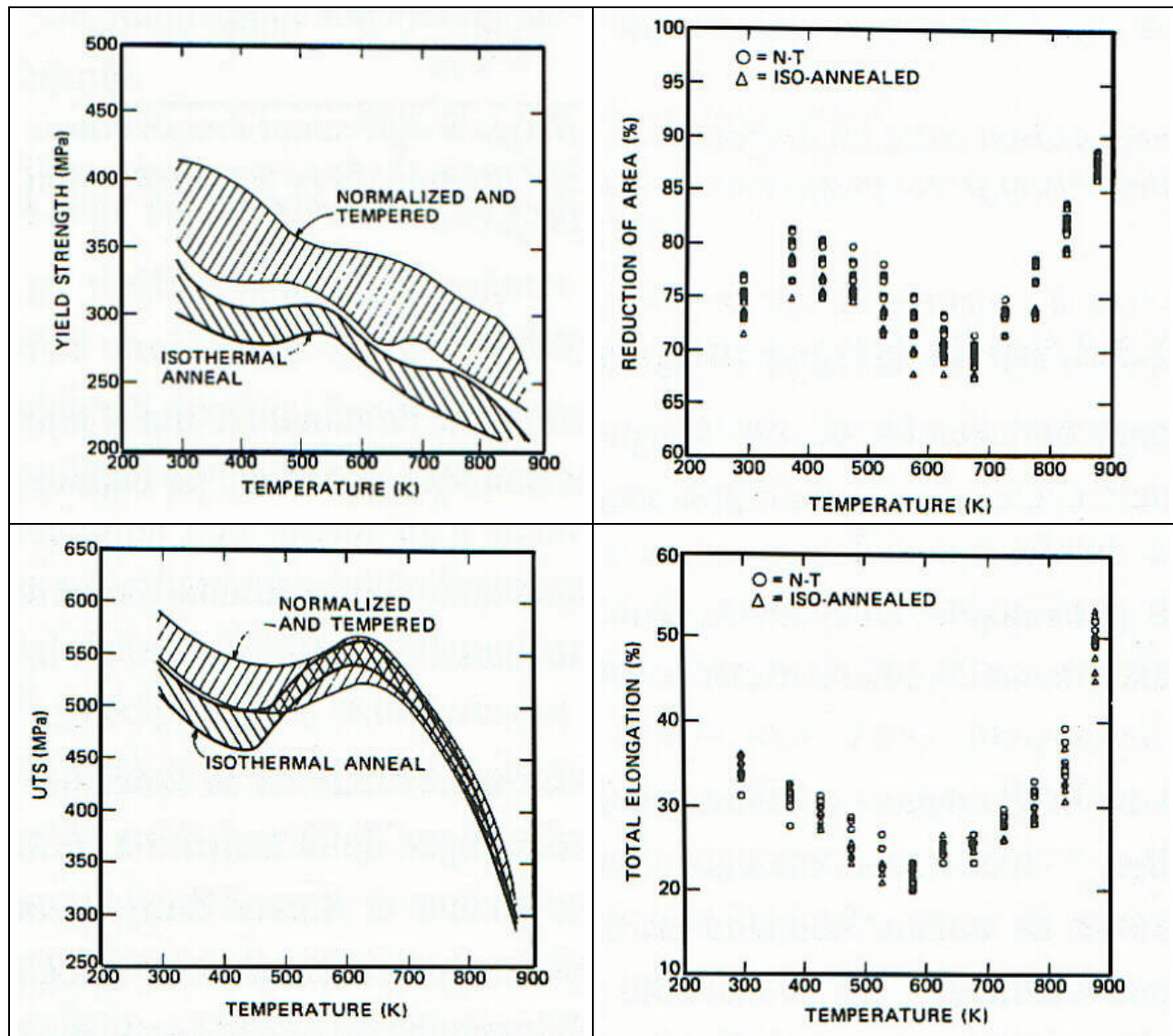


Figura 6. Características mecánicas en tracción en función de la temperatura del acero ASTM A387/A387M en el estado ferrítico y bainítico (Yukitoshi y Yoshikawa, 1973)

Una exposición previa del material a una temperatura comprendida entre 454 °C y 727 °C conduce a reducir el límite de elasticidad y a aumentar la ductilidad (Pizzo y Mandurrigo, 1981), con un efecto importante hacia 575 °C. Globalmente, los efectos perjudiciales del envejecimiento se atribuyen al aumento de carburos y pérdida de la matriz en elementos de aleación, en particular en la ferrita proeutectoide.

La obtención de una buena resistencia a la fluencia de estos aceros reside en la estabilidad de la microestructura a altas temperaturas durante períodos de larga duración. Se ha demostrado que en un acero ASTM A387/A387M grado 22 de estructura mixta ferrita-bainita, la estabilidad está asegurada gracias a la presencia de los carburos M_2C en los límites de grano de la ferrita. Así, un posible fenómeno de ablandamiento del acero sería debido en primer lugar a una desconsolidación de la bainita.

El comportamiento de fluencia de un acero ASTM A387/A387M grado 22 será altamente dependiente de la fracción volumétrica de la bainita. Sin embargo, ninguna correlación trivial no está establecida entre el tipo de microestructura -ferrita o bainita- y las propiedades de resistencia a la fluencia. Como se muestra en la Figura 7 de acuerdo a los trabajos realizados Yukitoshi y Yoshikawa (1973), la estructura mayoritariamente ferrítica del acero estudiado conduce a un mejor comportamiento si se compara con la estructura bainítica para bajos esfuerzos y temperaturas elevadas. En el caso de esfuerzos elevados y temperaturas hasta 600 °C, una estructura bainítica parece presentar mejor comportamiento debido a que los efectos de deslizamiento de los límites de los granos pueden ser reducidos gracias a la precipitación intergranular.

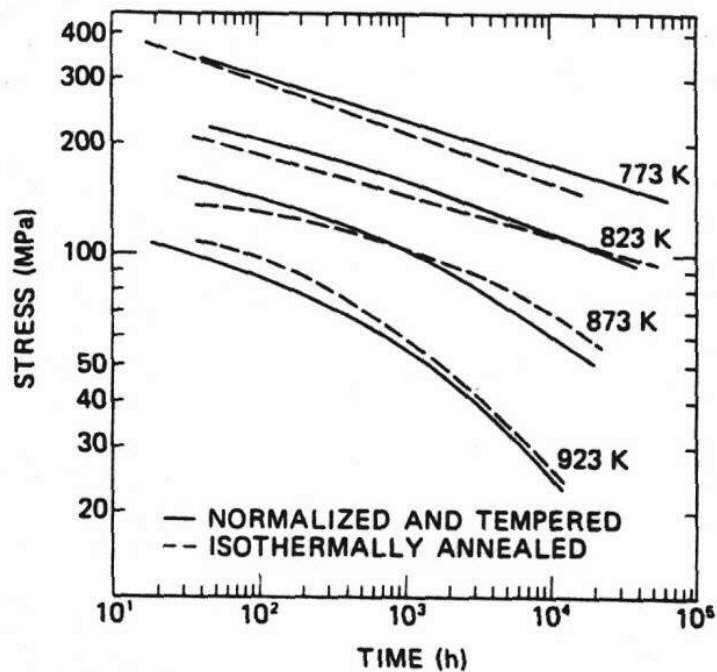


Figura 7. Influencia de la microestructura sobre el comportamiento de fluencia: estructura ferrítica(-) y estructura bainítica (-----) (Yukitoshi y Yoshikawa, 1973)

Por otra parte, los períodos de vida en fluencia son muy reducidas por una pre-exposición a alta temperatura en razón de una degradación de la microestructura.

II.3.- DESCRIPCIÓN DEL COMPORTAMIENTO EN FATIGA OLIGOCICLICA DEL ACERO ASTM A387/A387M GRADO 22

II.3.1.- Recordatorios

Antes de analizar el comportamiento en fatiga de la aleación estudiada, nos proponemos exponer algunos recordatorios con objeto de definir sin ambigüedades la terminología empleada en el texto.

El daño por fatiga es una degradación de las propiedades mecánicas de un material, consecutiva a la aplicación de ciclos de esfuerzo o deformación los cuales pueden conducir a la ruptura. Se habla de fatiga oligocíclica cuando el material sufre deformaciones plásticas macroscópicas no insignificantes conducentes a períodos de vida cortos ($5 \cdot 10^4$ a 10^5 ciclos por convención).

Los ensayos de fatiga oligocíclica consisten, en general a imponer sobre una probeta de forma cilíndrica lisa (desprovista de entalladura) una deformación cíclica (total o plástica). Durante el ensayo, es posible registrar periódicamente las bucles de histéresis y de seguir la evolución de la amplitud de esfuerzos. Se observa que, durante los primeros ciclos, las tensiones máximas y mínimas son raramente constantes, "es la fase de arreglo del material" a las deformaciones impuestas. Las bucles de histéresis son abiertas. La duración de la fase de arreglo depende del material y de los parámetros de control tales como la temperatura, la amplitud de deformación impuesta y la velocidad de deformación. Los valores de los esfuerzos pueden aumentar en el caso del endurecimiento cíclico o disminuir (ablandamiento cíclico). Una vez el material estabilizado, la amplitud del esfuerzo varía poco: "es el período **de estabilización**" y los bucles de histéresis están cerradas. El bucle registrado en ese período, generalmente a la mitad de la vida a fatiga, se considerará representativa de la prueba. Por último, una caída del esfuerzo por tracción aparece y está asociada a la propagación en volumen de una grieta macroscópica. La vida a fatiga del material, N_r , es definida por el número de ciclos después del cual una caída del 25% de la amplitud del esfuerzo estabilizada es observada.

La figura 8 ilustra los dos tipos de comportamiento mecánico característicos de materiales bajo fatiga oligocíclica y la figura 9 es un ejemplo de una bucle de histéresis donde se definen las magnitudes que pueden ser calculadas.

Las curvas de endurecimiento – cíclico y uniaxial – se construyen a partir del análisis de la bucle de histéresis registrada a al mitad de la vida a fatiga y a partir del primer cuarto de ciclo (caso uniaxial). Las ecuaciones de las curvas de de endurecimiento – cíclico y uniaxial – se escriben siguiendo la forma de la ecuación:

$$\sigma = K \epsilon_p^n \quad \sigma \text{ en (MPa) y } \epsilon_p \text{ en porcentaje (\%)} \quad (1)$$

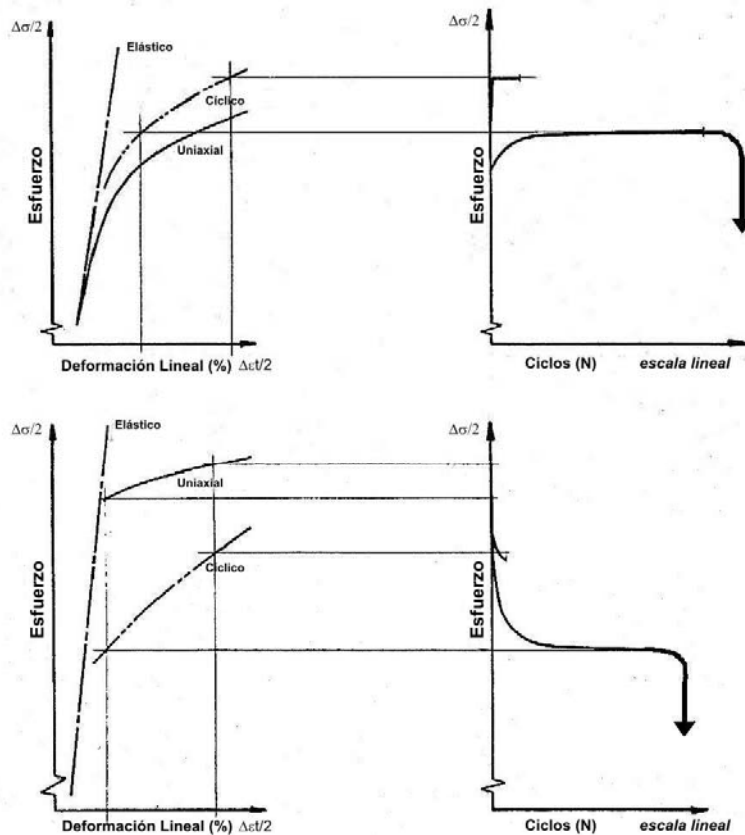


Figura 8. Ejemplos de endurecimiento y ablandamiento cíclico

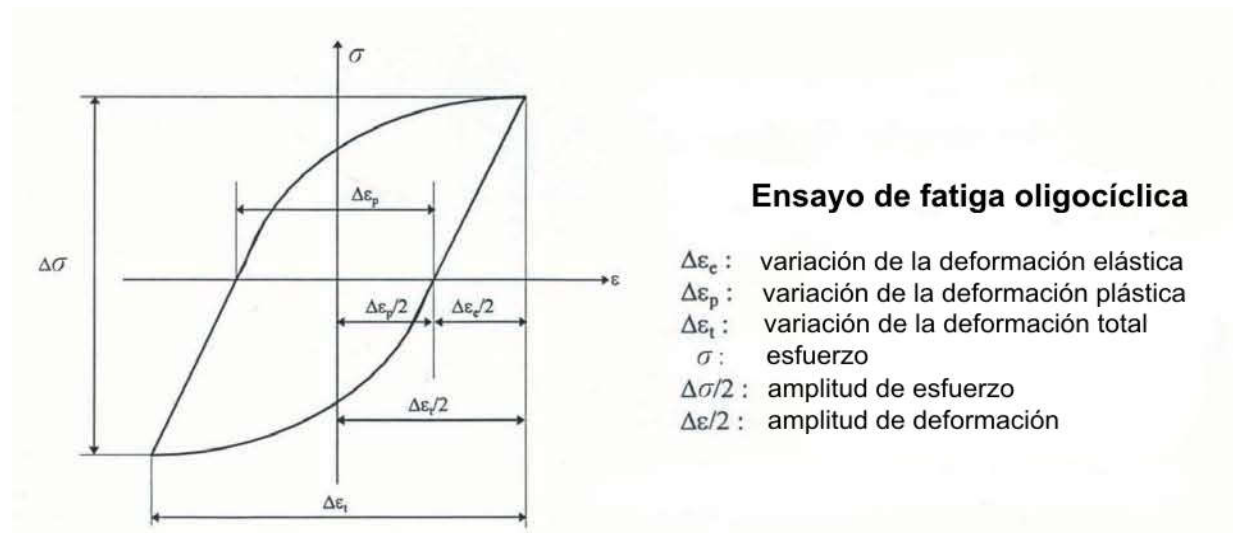


Figura 9. Esquema y nomenclatura de una bucle de histéresis registrada en el curso de un ensayo de fatiga oligocíclica

II.3.2.- Fatiga Oligocíclica del acero ASTM A387/A387M grado 22 en caliente

Como para el caso analizado previamente de las diferentes sollicitaciones uniaxiales del acero ASTM A387/A387M grado 22, el comportamiento en fatiga oligocíclica de esta aleación es también muy sensible a la microestructura. Brinkman, Booker, Strizak y Corwin (1975) han estudiado el comportamiento en fatiga a 538 °C con un acero 2,25% Cr – 1% Mo después de un recocido isotérmico (acero casi ferrítico con algunas fases de perlita fina). Los resultados de los ensayos en sollicitud cíclica a deformación controlada han demostrado un rápido endurecimiento inicial, seguido de un endurecimiento o de un ablandamiento conforme a los niveles de deformación empleados. El endurecimiento secundario se ha observado como un caso típico de un material ferrítico, por el contrario, el ablandamiento comprobado a bajo nivel de deformación ($\Delta\epsilon_t = 0,36\%$) fue explicado como el resultado de un aumento de las zonas de plasticidad que son observadas en el umbral cercano de la fatiga resistencia.

Polak, Helesic y Klesnil (1988) han estudiado el efecto de la temperatura (de 22 a 550 °C) sobre el comportamiento en fatiga oligocíclica de un acero 2,25% Cr –1% Mo cuya relación bainita/ferrita era de 95/5. La respuesta cíclica en ensayos a 550 °C se caracteriza por un endurecimiento en los primeros ciclos seguido de un ablandamiento para el resto de la vida a fatiga no importa cual sea el nivel de deformación impuesto. Estos autores interpretan este fenómeno desglosando el esfuerzo aplicado en dos componentes: el esfuerzo interno y el esfuerzo efectivo. El ablandamiento observado en el acero, es el resultado de la disminución de los valores de estos dos componentes inducido por una precipitación de los elementos de aleación de la solución sólida en carburos y el rearrreglo de las dislocaciones en células.

Por otra parte, Challenger, Miller y Brinkman (1981) y Polak *et al.* (1985) han introducido tiempos de mantenimiento respectivamente, en tracción y compresión sobre la señal de deformación impuesta. La vida a fatiga está fuertemente perturbada por relación del tipo de señal. Observamos que para Challenger *et al.* (1981), el mantenimiento en compresión es más dañino que por tracción, mientras que para Polak *et al.* (1985) esta diferencia no se ha constatado.

Son pocos los artículos que tratan de interpretar el comportamiento en fatiga del acero estudiado a partir del análisis de la microestructura. Cabe citar los trabajos de Yoshida, Umaki y Nakashiro (1996) que analizan las estructuras de dislocaciones formadas en este tipo de acero, tras fatiga, en función de la fracción de vida a fatiga sobre las probetas ensayadas a 600 °C y a $\Delta\epsilon_f = 0,4\%$. Los autores muestran que las dislocaciones en la ferrita evolucionan a lo largo del experimento de una estructura de muros de dislocaciones hacia una estructura de subgranos. Sin

embargo, ninguna tentativa de análisis de las estructuras de dislocaciones inducidas por fatiga en la bainita fue analizada debido al pretexto de que éstas contienen una densidad de carburos y dislocaciones demasiado elevado antes del ensayo. Este « impase » es conservador para interpretar el papel de cada componente sobre el comportamiento mecánico cíclico. Hay que destacar los ensayos de microdureza efectuados sobre los granos de ferrita y bainita en los ensayos de fatiga a 600 °C y $\Delta\epsilon_f = 1\%$. La evolución de esta magnitud en los dos componentes expresa su contribución en el proceso de adaptación de la plasticidad cíclica.

Por último, Argillier (1998) estudió la influencia de la microestructura de algunos aceros ASTM A387/A387M grado 22 envejecidos en servicio. A diferencia de Yoshida *et al* (1996), los análisis de las estructuras de dislocaciones efectuadas por microscopia de transmisión sobre los granos de ferrita y de bainita para diferentes amplitudes de deformación y diferentes fracciones de vida a fatiga a 565 °C, muestran un resultado importante y original para la identificación de la participación de los granos de bainita en el proceso de adaptación de la plasticidad cíclica. Argillier (1998) demuestra claramente que las células de dislocaciones resultantes de la transformación bainítica evolucionan a lo largo de toda la vida a fatiga (Figura 10). Esta evolución no es perceptible sino mediante la utilización de la técnica de difracción por haz convergente en microscopia de transmisión que permite medir la desorientación entre las células. La formación de estructuras de dislocación en el grano de ferrita, principalmente de células, se ve influenciada por la evolución de la microestructura de la bainita.

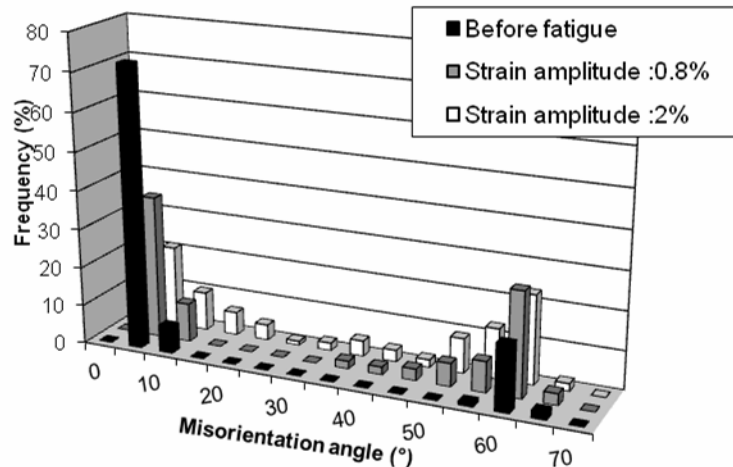


Figura 10. Evolución de la desorientación de células de dilataciones en la bainita de un acero 10 CD 9.10 (Vogt, Argillier, Massoud y Prunier, 2000)

Así, la información obtenida en la literatura muestra que un acero ASTM A387/A387M grado 22 puede presentar diferentes microestructuras que conducen a comportamientos distintos en fatiga oligocíclica. En particular, la adaptación de la deformación cíclica no puede describirse sino precisando el estado de la microestructura en este tipo de aceros.

II.4.- CORROSION A ALTA TEMPERATURA

Cuando un metal o aleación se encuentra expuesto a altas temperaturas, se produce una reacción química directa entre la superficie del metal y un gas agresivo que normalmente es el oxígeno. En estas condiciones la reacción de corrosión se produce a través de un mecanismo diferente al electroquímico, ya que la presencia sobre la superficie de una película líquida conductora (electrolito) no puede originarse.

Por lo tanto las características diferenciales de este proceso comparado con la corrosión electroquímica son las siguientes:

- Se produce en ausencia del electrolito
- Se da a temperaturas elevadas por encima de 100-150 °C
- El ataque por corrosión suele ser del tipo generalizado
- El producto de corrosión primario es un óxido y no un hidróxido, como suele ser característico en la corrosión electroquímica.
- El óxido se produce directamente sobre la superficie metálica
- La circulación de electrones se produce a través de la capa de óxido, una vez formada
- La circulación de iones se realiza también a través de la capa de óxido.

El término de Corrosión a Alta Temperatura también se manifiesta con el término de "Oxidación", la cual se define como la reacción de un metal M o de una aleación, con una atmósfera o un gas oxidante. Este ambiente en la práctica es rico en oxígeno y puede contener otras especies oxidantes como el azufre, dióxido de carbono, vapor de agua, etc (Béranger, 1994).

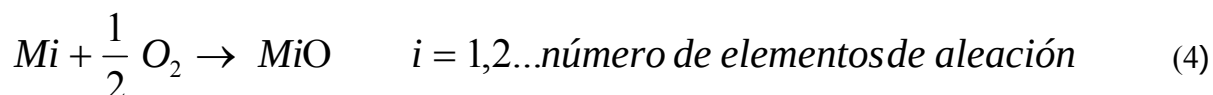
La reacción de oxidación para un metal es descrita en las ecuaciones siguientes (Petit y Goward, 1983):



$$(P_{O_2})_{M-MO}^{1/2} = \exp \left(+ \Delta G_{MO}^{\circ} / RT \right) \quad (3)$$

$P(O_2)_{M-MO}$ es la presión de oxígeno en el equilibrio entre el metal y el óxido, ΔG°_{MO} es la energía libre estándar de la formación de óxido (MO), y T corresponde a la temperatura absoluta. Las presiones de oxígeno para la mayoría de metales son muy bajas y por lo tanto las condiciones termodinámicas para la formación de óxidos son muy favorables.

En el caso de una aleación las ecuaciones de oxidación sufren algunos cambios y se escriben:



$$(PO_2)_{M-MiO}^{1/2} = \frac{\exp(+ \Delta G^\circ_{MiO} / RT)}{a_{Mi}} \quad (5)$$

donde a_{Mi} es la actividad de M_i en la aleación.

La formación de los óxidos de todos los componentes metálicos de aleación es posible cuando el valor de presión de oxígeno supera el valor de la presión de equilibrio definida por la ecuación 5. Muchos óxidos son formados en la fase inicial de oxidación luego una competencia entre los elementos de aleación y el oxígeno se combinan para formar una capa de óxido termodinámicamente estable. La formación de esta capa estable es controlada por los valores de las actividades de los componentes metálicos de la aleación, las presiones de oxígeno y las afinidades relativas de los elementos con el oxígeno.

En resumen, el desarrollo de óxidos en aleaciones puede describirse como un proceso secuencial. Algunas capas de óxidos se forman inicialmente, y luego la más estable predomina

gradualmente. Por tener una recuperación total, el óxido debe tener una mayor estabilidad que las otras fases y la cinética de formación de éste se ve favorecida y se opone al mismo tiempo a la formación de una capa discontinua.

En el contexto de este capítulo, nos interesa la reacción del hierro, molibdeno y del cromo con el oxígeno por ser los elementos más formadores de óxidos del acero ASTM A387. Varios óxidos pueden formarse, así se puede observar en el caso del hierro a 565 °C (Figura 11) que dos óxidos son termodinámicamente estables, Fe_3O_4 y Fe_2O_3 . Para el cromo son los óxidos de tipo CrO_2 y Cr_2O_3 , y finalmente para el molibdeno se trata del óxido MoO_2 .

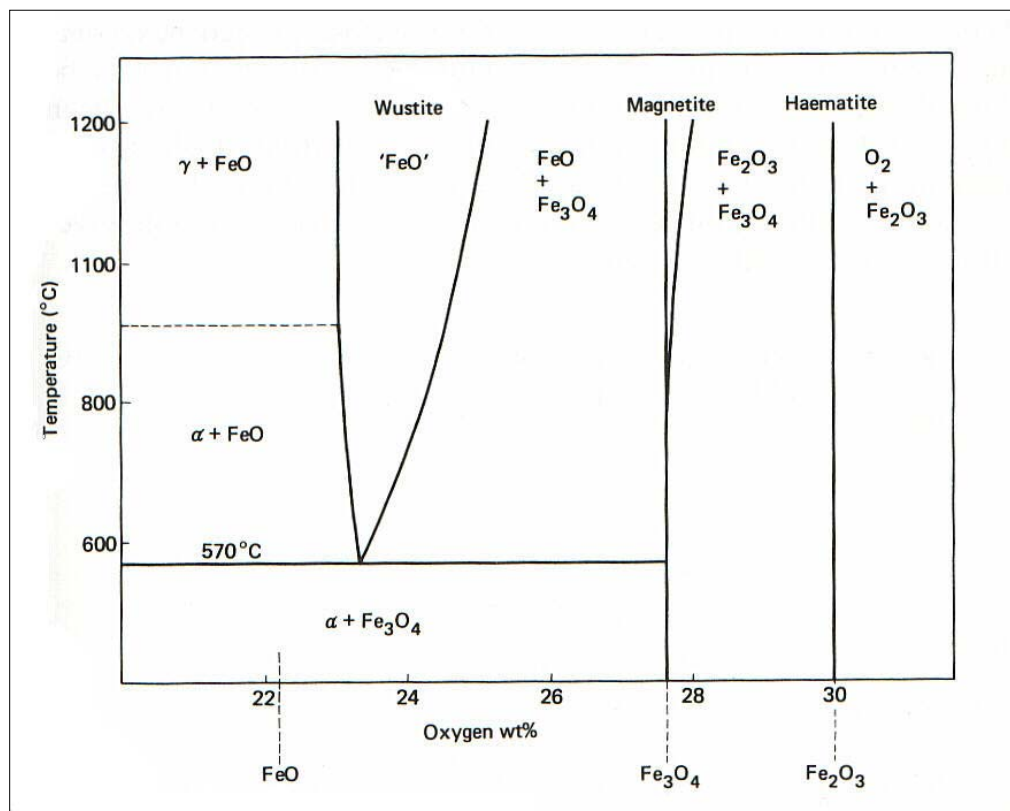


Figura 11. Diagrama de equilibrio hierro-oxígeno mostrando las variedades de óxido de hierro (Birks y Meier, 1983)

II.4.1.- Mecanismo Básico de formación del óxido

Una vez formada la primera capa de óxido entre la superficie del metal o aleación se observa una barrera entre la superficie y el gas que opera en el mecanismo de corrosión. La formación de nuevas capas de óxido requiere que se desarrollen una serie de etapas que se describen a continuación: (Figura 12)

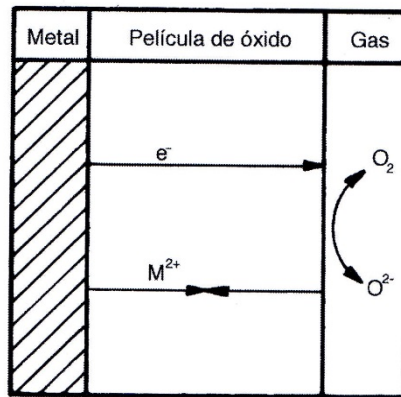


Figura 12. Esquema de las diferentes etapas que constituyen el mecanismo de la corrosión a alta temperatura (Otero Huerta, 2012)

1. En la interfase metal-oxido

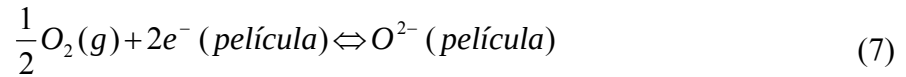
- Salida del catión metálico e incorporación a la capa incipiente de óxido



- Transito de electrones a través de la película de óxido desde la interfase metal-óxido a la interfase óxido-medio como consecuencia de la diferencia de potencial entre ambas interfases.

2.- En la interfase óxido-atmósfera:

- ionización de la molécula de oxígeno:



3.- A través de la capa de óxido

- Tránsito por difusión, como consecuencia del gradiente de concentración, del catión (Me^+) desde la interfase metal-óxido hacia la interfase óxido-atmósfera, y/o tránsito del anión (O^{2-}), desde la interfase óxido-atmósfera, a la interfase mal-óxido, como consecuencia de los correspondientes gradientes de concentración, para que entren en contacto y pueda tener lugar la formación de una nueva capa de óxido.



La formación de las capas estará supeditada a la capacidad de conducción de electrones e iones a través de la película formada. El diseño de aleaciones resistentes a la corrosión a altas temperaturas se basa en la generación de una capa o película que tenga una baja conductividad electrónica o iónica.

II.4.2.- Cinética de corrosión a alta temperatura

La velocidad en la cual se produce la reacción de corrosión a alta temperatura es uno de los parámetros a tomar en cuenta en el caso de la selección de un metal o aleación que sea expuesta a un ambiente oxidante.

El estudio de la cinética de corrosión se base fundamentalmente en la adaptación de leyes cinéticas que relacionan el crecimiento de espesor de una película oxidada o la pérdida de masa del metal expuesto. Entre las mas conocidas se encuentran:

- Ley lineal: $y = K_1 t$ (9)

- Ley parabólica: $y^2 = K_2 t$ (10)

- Ley logarítmica: $y = K_3 \ln t$ (11)

- Ley asintótica. $y = K_4 (1 - e^{-k_5 t})$ (12)

Haciendo una revisión rápida de las diferentes leyes propuestas en el primer caso se observa que no debería haber ningún impedimento al tránsito de iones y electrones dado que la capa formada crece a la misma velocidad que las nuevas películas a formarse. Este caso sólo puede ser explicado en la circunstancia en que los productos de corrosión se eliminan inmediatamente después de su formación sobre la superficie expuesta. Ésto sólo ocurre cuando la temperatura de operación del material es superior a la de fusión o vaporización de los productos formados.

En general las leyes cinéticas habituales que más se ajustan a modelar el crecimiento de la película oxidada son la Ley parabólica y la Ley asintótica respectivamente. La escogencia de una u otra de las alternativas va a depender del carácter conductor tanto de los iones y/o electrones a través de la película pasiva formada en la superficie.

Finalmente, en el análisis de la Ley asintótica es poco probable que se aplique en la mayoría de los materiales sometidos a oxidación debido a que se producirían capas de muy bajo espesor, dado que representaría a un estado de muy baja conductividad de electrones y/o iones que a partir de un cierto espesor, la película no crecería más: En la figura 13 se pueden observar los diferentes trazados representativos de las leyes cinéticas.

En el caso de la fatiga a alta temperatura la implementación de alguna de estas leyes de comportamiento se complica por el carácter cíclico de la aplicación de una fuerza externa (magnitud) y la frecuencia de la aplicación de la misma.

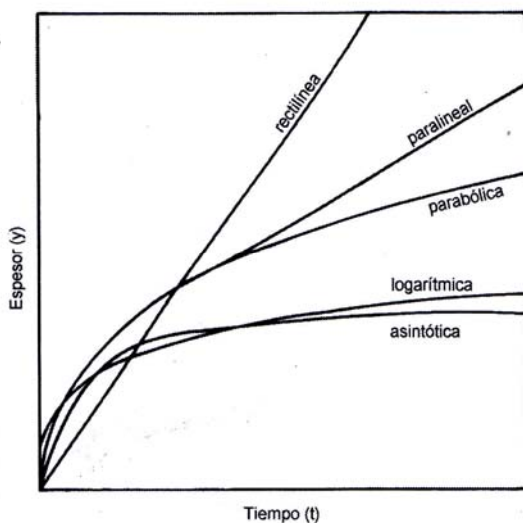


Figura 13. Trazado general representativo de las leyes cinéticas habituales a las que se ajustan los procesos de corrosión a alta temperatura (Otero Huerta, 2012)

Si bien existen relaciones en las cuales se puede determinar la influencia de las características de la película de óxido en la ley Cinética (relación de Pilling y Bedworth) en la cual podemos estimar las características protectoras de una película de óxido relacionando tanto

el volumen que ocupa el óxido formado, el volumen del metal consumido y los pesos de óxido formado y metal perdido.

$$R = \frac{V_{ox}}{V_{met}} = \frac{P_{ox}}{P_{met}} \frac{d_{met}}{d_{ox}} \quad (13)$$

Cuando $R < 1$ el óxido está sometido a tracción lateral lo que produce agrietamiento o la formación de poros. En el caso de $R > 1$ el óxido está sometido a compresión lateral lo que implica que la película formada tiene un carácter compacto y buenas propiedades protectoras. En la Tabla 4 se pueden observar algunos óxidos de metales en las que podemos destacar el Cromo que presenta un valor de R de 2,1 que lo caracteriza como una película resistente a la oxidación. En el caso del hierro el valor de R se encuentra estimado entre 1,5 y 2,1 por lo que se supone que también presenta buenas características como capa protectora a la corrosión a alta temperatura.

Tabla 4. Relación de Pilling-Bedworth para algunos óxidos de metales de interés industrial. (Otero Huerta, 2012)

Óxido	Densidad (mg/m ³)	Coefficiente de Pilling-Bedworth	mm/año mg/cm ² día
MgO	3,6	0,8	1,0
Al ₂ O ₃	4,0	1,3	0,9
TiO ₂	5,1	–	–
ZrO ₂	5,6	1,5	0,7
Fe ₂ O ₃	5,3	–	–
Cr ₂ O ₃	5,1	2,1	0,7
Cu ₂ O	6,2	–	–
NiO	6,9	1,6	0,55
SiO ₂	2,7	1,9	1,4
UO ₂	11,1	1,9	0,3
WO ₃	7,3	3,3	0,5

II.4.3.-Control de la atmósfera para la protección de metales

La exposición de los metales a los gases a alta temperatura durante los procesos de producción puede dividirse ampliamente en dos tipos de patrones:

- (a) Recalentamiento para posterior elaboración o conformado,
- (b) Recalentamiento para el tratamiento térmico final, a veces de componentes acabados

Cuando se recalienta para el posterior trabajo o conformado, la principal preocupación es calentar los componentes lo más rápido y económicamente posible a la temperatura de trabajo dentro de la limitación metalúrgica de evitar la redistribución de elementos y el craqueo térmico. Además, es usual exponer el metal directamente a una atmósfera de combustible quemado que contiene aproximadamente un 1% de exceso de oxígeno necesario para asegurar una combustión completa y, por lo tanto, el uso más económico del combustible. En estas condiciones, ya que es poco probable que se aplique una política de atmósfera controlada, los daños superficiales debidos a la oxidación o al deshielo y, en el caso de los aceros, a la descarburación, deben eliminarse en una etapa posterior del proceso. De hecho, si la superficie del material a recalentar tiene ya algunas características indeseables, puede ser posible eliminarlas o reducirlas permitiendo que se produzca una expansión.

Las aleaciones que son susceptibles al deterioro de la superficie durante el recalentamiento pueden protegerse controlando la composición de la atmósfera para minimizar o

evitar el deterioro de la superficie o aplicando un revestimiento para proteger la aleación de la atmósfera.

Los revestimientos no son una propuesta económica en el tratamiento de la producción de gran tonelaje de esta manera, sino que se aplican para causar carburación selectiva, etc., durante procedimientos de endurecimiento superficial. Alternativamente, la aplicación del recubrimiento es común durante el servicio y es una manera bastante exitosa de evitar el daño a corto plazo a la atmósfera, subyacente de la aleación.

La aplicación principal de atmósferas controladas es en el área de tratamiento térmico de componentes terminados, maquinados, o de artículos de forma compleja que no puedan ser tratados fácilmente posteriormente para la eliminación de daños superficiales. En este contexto, el control de la atmósfera puede considerarse bajo dos encabezamientos: en primer lugar, cuando el tratamiento se destina simplemente a prevenir la superficie y en segundo lugar, cuando está diseñado para provocar una reacción superficial particular, tal como cementación o nitruración. Este trabajo se enfocará en la primera de las premisas.

II.4.4.- Prevención o control de la formación de capas de óxido

El objetivo principal de prevenir la formación de óxidos reside en la pregunta de cómo controlar la presión parcial de oxígeno de la atmósfera a un valor suficientemente bajo para prevenir la oxidación. Para un metal que sufre oxidación según la reacción:



donde MO es el óxido más bajo de M, la presión parcial de oxígeno debe ser controlada para no exceder un valor de:

$$(PO_2)_{M/MO} = \exp(2\Delta G^\circ / RT) \quad (15)$$

Desafortunadamente la $(PO_2)_{M/MO}$ es una función de la temperatura y es de suponer que si tiene valores más bajos tendrá temperaturas más bajas. Por lo tanto, si una atmósfera está diseñada para ser eficaz a altas temperaturas, puede llegar a ser oxidante a medida que se reduce la temperatura durante el enfriamiento, por lo tanto, una capa de óxido superficial puede formarse a medida que se enfría el metal, aunque el daño metalúrgico en la superficie será insignificante. La superficie puede estar decolorada, por ejemplo, una superficie no brillante. Esta condición puede ser superada en cierto grado por enfriamiento rápido o cambiando la atmósfera a una presión parcial de oxígeno inferior justo antes o durante el enfriamiento.

Para las aleaciones, es evidente que la reacción más crítica debe ser considerada al decidir la composición de la atmósfera a ser utilizada. Para ello se deben conocer las actividades de los componentes de la aleación ya que si el metal M de la ecuación 14 existe en una actividad a_M , la correspondiente presión parcial de oxígeno de equilibrio estará dada por:

$$(PO_2)_{M/MO} = \frac{1}{a_M^2} \exp(2\Delta G^\circ / RT) \quad (16)$$

Si las actividades metálicas en la aleación no son conocidas, entonces, asumiendo que la solución es ideal, se pueden usar fracciones molares en lugar de actividades para dar un valor de

la presión parcial de oxígeno, alrededor de la cual se deben realizar experimentos para establecer la composición de la atmósfera correcta.

La Figura 14 y la Tabla 5 muestran los valores de las presiones parciales de oxígeno de equilibrio característicos de cobre, hierro, níquel y cromo y sus óxidos en diversas actividades, derivadas usando datos termodinámicos de Kubaschewski et al. Es evidente que las presiones parciales de oxígeno son muy bajas, especialmente en el caso del cromo. También está clara la tendencia a reducir las presiones parciales de oxígeno a medida que se reduce la temperatura. Finalmente, el efecto de la baja actividad del metal, aunque conduce a presiones parciales de oxígeno más altas, es de hecho relativamente pequeño.

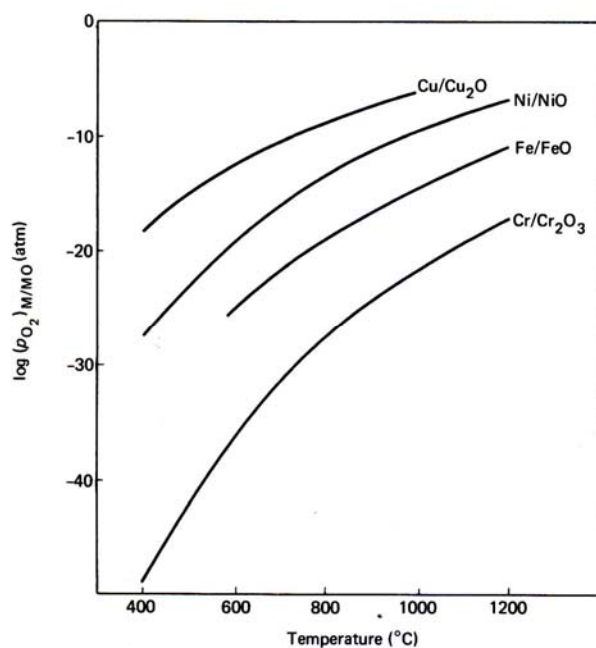


Figura 14. Presión parcial del equilibrio del oxígeno para diferentes sistemas metal-óxido (Birks y Meier, 1983)

II.4.5.-Suministro de atmósferas protectoras en el laboratorio

- **Vacío**

El tratamiento térmico al vacío es el primer y quizás el método más simple para evitar la formación de óxido superficial. Si el vacío es contrario al aire, como es usual, es posible reducir la presión parcial del oxígeno a valores tan bajos como 10^{-10} o 10^{-11} atm. Si se compara esto con los valores de la Fig. 14, se supone que debería ser efectivo para el cobre a 670 °C, el níquel por encima de 950 °C y el hierro por encima de 1200 °C, pero no para el cromo. Sin embargo, debido a las velocidades de reacción muy lentas, es generalmente posible extender estos límites a temperaturas más bajas dependiendo del tiempo de tratamiento. Con el tratamiento al vacío siempre existe la posibilidad, sobre todo a alta temperatura, de la pérdida de metales volátiles, como el manganeso. A partir de las regiones superficiales del componente. Por ejemplo, el latón tratado de esta manera sufrirá una pérdida seria, si no total, del zinc.

Tabla 5 Presiones Parciales del oxígeno aproximadas en el equilibrio (atm).
(Birks y Meier, 1983)

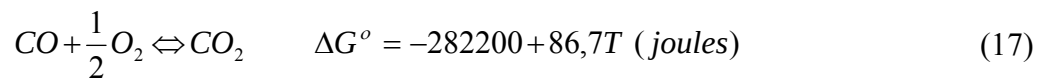
Metal	Acti- vity	400 °C	600 °C	800 °C	1000 °C	1200 °C
Cu	1	4.8×10^{-19}	3.4×10^{-13}	1.4×10^{-9}	4.4×10^{-7}	Liquid
	0.5	7.6×10^{-18}	5.6×10^{-12}	2.2×10^{-8}	7.0×10^{-6}	Liquid
Ni	1	1.7×10^{-28}	9.1×10^{-20}	2.7×10^{-14}	1.5×10^{-10}	8.4×10^{-8}
	0.5	6.8×10^{-28}	3.6×10^{-19}	1.1×10^{-13}	6.2×10^{-10}	3.4×10^{-7}
Fe	1	1.3×10^{-34}	2.4×10^{-25}	1.5×10^{-19}	1.5×10^{-15}	1.2×10^{-12}
	0.5	5.2×10^{-34}	1.8×10^{-24}	6.0×10^{-19}	6.0×10^{-15}	4.8×10^{-12}
Cr	0.1	1.3×10^{-32}	2.4×10^{-23}	1.5×10^{-17}	1.5×10^{-13}	1.2×10^{-10}
	1	7.9×10^{-50}	1.7×10^{-36}	3.8×10^{-28}	2.1×10^{-22}	3.1×10^{-18}
	0.1	3.7×10^{-49}	7.9×10^{-36}	1.8×10^{-27}	9.7×10^{-22}	1.4×10^{-17}
	0.01	1.7×10^{-48}	3.7×10^{-35}	8.2×10^{-27}	4.5×10^{-21}	6.7×10^{-17}

Con las técnicas modernas, la vacuidad de los niveles antedichos se puede alcanzar solamente en compartimientos relativamente pequeños y la técnica se restringe en gran parte el uso del laboratorio.

- **Atmósferas gaseosas**

Se pueden usar gases inertes purificados para la reducción de la oxidación, principalmente argón. Sin embargo, debido a la dificultad de reducir la presión parcial de oxígeno por debajo de 10^{-6} atm, tales atmósferas se basan principalmente en la reducción de la velocidad de reacción a estas presiones de oxígeno reducidas. Las atmósferas inertes son también costosas de producir y, por tanto, están restringidas en gran medida al laboratorio.

Pueden proporcionarse presiones parciales bajas en oxígeno y, lo que es más importante, se controlan usando una mezclas de gases. Estas son mezclas de una especie oxidada y una reducida que se equilibran con oxígeno.



a partir del cual

$$PO_2 = \left(\frac{PCO_2}{PCO} \right)^2 \exp(2\Delta G^o / RT) \quad (18)$$

o, más útilmente

$$\frac{PCO_2}{PCO} = PO_2^{1/2} \exp(-\Delta G^o / RT) \quad (19)$$

Así, a partir de la ecuación 19, la relación entre el dióxido de carbono y el monóxido de carbono puede calcularse para cualquier presión y temperatura de partícula de oxígeno.

En la figura 15 se representan los valores correspondientes de la relación PCO_2 / PCO y PO_2 , para las temperaturas 400, 600, 800, 1000 y 1200 °C. Las líneas correspondientes a los equilibrios entre el metal y el óxido se dibujan para Ni, Fe. y Cr. En el registro $\log(PCO_2 / PCO)$ los valores por encima de una de estas líneas el metal se oxida, por debajo de él se reducirá el óxido correspondiente. Puesto que las líneas de registro $\log(PCO_2 / PCO)$ vs $\log (PO)$ son

paralelas, calculando un punto para cualquier temperatura intermedia se puede trazar la línea para esa temperatura.

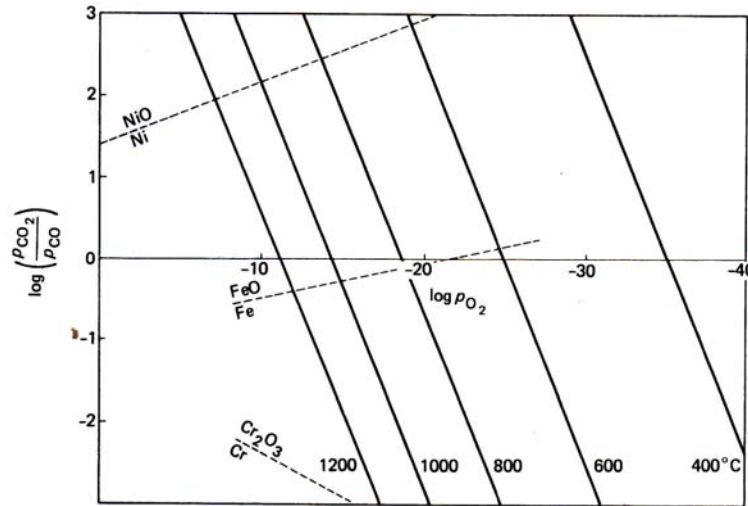


Figura 15. Condiciones de oxido reducción en atmósferas CO/CO₂ (Birks y Meier, 1983)

Para la mayoría de las aplicaciones industriales en la cual se necesita la prestación de atmósferas controladas, los requisitos excluyen sistemas basados en alto vacío o gases inertes, y la práctica general es usar atmósferas derivadas de combustibles. Los gases utilizados son por lo tanto mezclas de N₂, CO, CO₂, H₂, H₂O y CH₄ que constituyen los productos de combustión de la reacción.

II.4.6.- Decarburación

La resistencia a la tracción de un acero tratado térmicamente depende principalmente del contenido de carbono. La tensión máxima sobre un componente en flexión se produce en la superficie. Evidentemente, si se debe evitar un fallo excesivo de componentes de acero en

servicio, particularmente bajo tensiones de flexión inversa, el contenido de carbono especificado debe mantenerse dentro de las capas superficiales del componente. Esto es particularmente necesario con ejes giratorios y roscas tensadas en pernos, etc.

Desafortunadamente, existe una fuerte tendencia a que el carbono se pierda de la superficie de acero cuando se recalienta por el trabajo en caliente o por el tratamiento térmico. Esta pérdida de carbono, la decarburación, es uno de los problemas más antiguos y persistentes en la metalurgia de la producción ferrosa.

Durante el calentamiento que normalmente se lleva a cabo en un horno grande donde el material de acero está en contacto con los productos de la reacción de un combustible (normalmente aceite o gas), el acero se oxida y forma una capa o "escamas" en los cuales se evidencia la pérdida de material en la superficie. Se sugiere que el calentamiento para un tratamiento térmico que pretende mejorar las propiedades mecánicas finales puede llevarse a cabo bajo una atmósfera controlada para evitar la pérdida de carbono de las superficies de un componente acabado.

II.5.- INFLUENCIA DEL MEDIO OXIDANTE SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE MATERIALES METÁLICOS

II.5.1.- Generalidades

Según la literatura, los efectos de oxidación sobre el comportamiento en fatiga son estudiados a partir de dos enfoques diferentes y que al mismo tiempo son muy cercanos. Uno de estos métodos consiste en controlar la presión parcial de oxígeno del medio y demostrar su impacto sobre las propiedades de fatiga. La otra reside en la utilización de un ambiente bajo vacío para eliminar totalmente el efecto de oxidación y analizar el comportamiento en fatiga.

La interpretación de la influencia de la oxidación sobre el comportamiento en fatiga oligocíclica es complicada por el hecho de la presencia de un óxido que modifica la formación de la microgrieta y viceversa, por lo que los procesos de oxidación están perturbados en presencia de una grieta.

Las experiencias de fatiga oligocíclica y fatiga-propagación efectuadas sobre muchos metales puros y aleaciones, a temperatura ambiente y a temperatura elevada, indican resultados superiores al vacío que en el aire.

La oxidación en estado estacionario está asociada a una cinética parabólica de ganancia de peso y de aumento de espesor. En fatiga oligocíclica, la vida a fatiga es reducida cuando el crecimiento de microgrietas es acelerado por la acción de la atmósfera oxidante. Por

consiguiente, con las superficies libres formadas por fisuras, las condiciones de oxidación en estado estacionario son probablemente difíciles de obtener y por consiguiente, existe un régimen en que los efectos cinéticos son muy importantes y la oxidación de los elementos de aleación predomina.

El comportamiento de las capas de óxido formadas en fatiga a alta temperatura dependerá del estado de esfuerzos. Por ejemplo, los ciclos térmicos pueden tener una gran influencia sobre la adherencia de la capa a causa de la diferencia entre los coeficientes de dilatación térmica del sustrato y el óxido. En general, un óxido bajo compresión tiene un coeficiente de dilatación inferior al sustrato y puede presentar un efecto de escamas más fácilmente a ciclos térmicos (Remy, 1992). La influencia de las cargas cíclicas en fatiga oligocíclica se caracteriza por una pérdida de la adherencia de la capa, a la interfaz del metal porque las amplitudes de deformación aplicadas son superiores a las necesarias para generar la capa de óxido. La observación sistemática de las fisuras demuestra que la presencia de una capa frágil y dura conlleva una iniciación temprana de grietas, y que las concentraciones de esfuerzos la punta de la grieta facilitan la propagación de éstas en el interior del metal (Azery y Pluvinage, 1994).

El papel de la oxidación en el crecimiento de las grietas a temperaturas elevadas es complicado debido a la presencia de efectos de deformación permanente. Por lo tanto los mecanismos de propagación de esas grietas deben tener en cuenta la reversibilidad de rotura por cohesión en la punta de la fisura, el acceso del medio ambiente en la punta de la fisura, el bloqueo por un óxido, y la capacidad de renovar la capa en la punta de la grietas en el medio ambiente.

La superficie de metal fresco en la punta de la grieta, en la apertura, es extremadamente activa químicamente. El óxido se forma rápidamente según la cantidad de oxígeno. A temperatura elevada, las velocidades de oxidación aumentan y el perfil de la punta de la fisura puede cambiar de forma significativa con la aplicación de la carga de solicitud, a causa del óxido formado.

Dos mecanismos permiten explicar las reducciones de vida en fatiga al aire. El primero considera que las bandas de deslizamiento formadas por plasticidad cíclica pasan a ser regiones de concentración de oxígeno elevado a causa de la producción de lagunas inducidas por la deformación. El oxígeno disuelto impide que de los labios de la grieta se suelden y acelera la evolución de las bandas de deslizamiento en microgrietas (Figura 16).

Otra explicación descansa en el hecho de que el óxido es un revestimiento duro en la superficie del acero. Bajo esfuerzo cíclico, las dislocaciones se acumulan cerca de la superficie, por debajo del óxido, favoreciendo así la formación de cavidades que evolucionarán a continuación en una grieta (Figura 17).

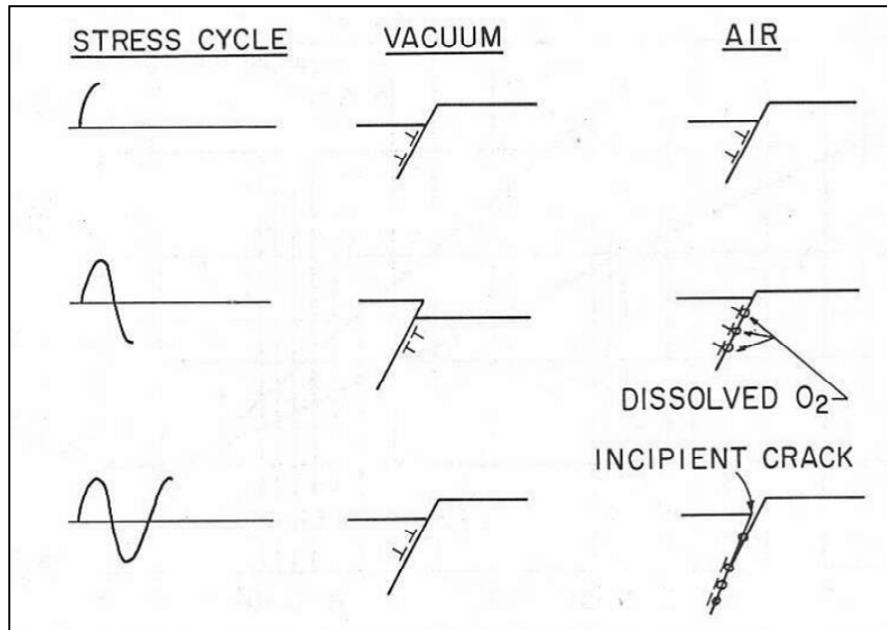


Figura 16. Modelo de interacción entre el oxígeno y una banda de deslizamiento en la iniciación de una grieta por fatiga (Duquette, 1978)

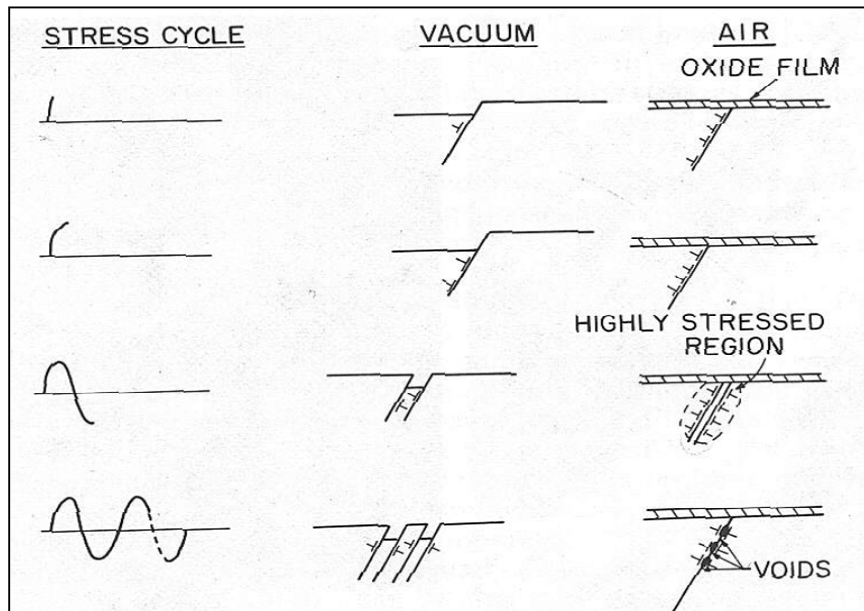


Figura 17. Modelo de formación de las cavidades que evolucionarán en una grieta (Duquette, 1978)

II.5.2.- Influencia de la presión parcial de oxígeno sobre la fatiga-propagación y sobre la fatiga oligocíclica.

Fatiga propagación:

La influencia de la presión de oxígeno sobre la velocidad de propagación de las fisuras por fatiga puede manifestarse de dos maneras. El primer tipo de comportamiento se caracteriza por una curva en forma de "S" (Figura 4), con dos niveles (zonas de baja y alta presión) donde la velocidad de crecimiento de la grieta es casi constante cuando la presión aumenta y una zona central, donde la velocidad de crecimiento de la grieta aumenta enormemente con la presión. Esto se ha observado sobre el acero inoxidable austenítico Z2 CND18-12, los aceros de alta resistencia mecánica y el plomo. El segundo comportamiento posible observado para el oro, cobre y aluminio muestra una variación continua de la velocidad de propagación en función de la presión parcial de oxígeno sin presencia de niveles.

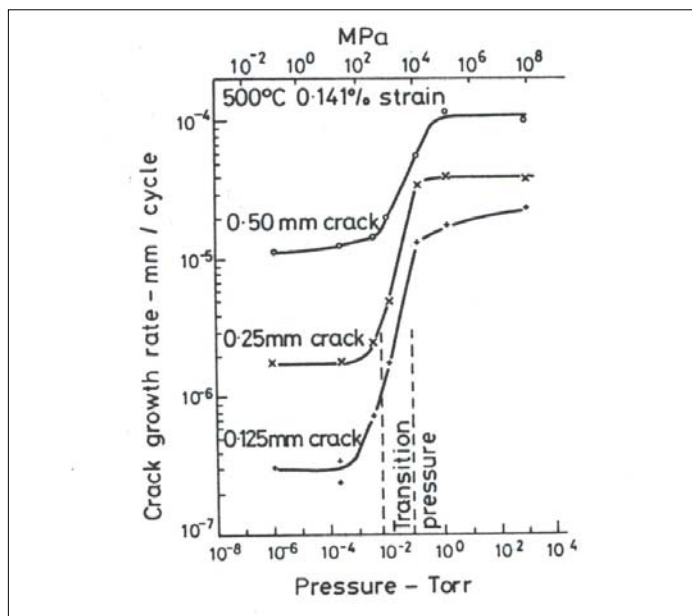


Figura 18. Efecto de la presión de oxígeno sobre la velocidad de propagación de una grieta en un acero inoxidable AISI 316L (Z2CND18-12) a 500 °C (Marshall, 1983).

Fatiga oligocíclica:

La influencia de la oxidación en la fatiga oligocíclica fué estudiada por primera vez por Achter sobre un acero inoxidable 316 y sobre el níquel, luego modelada por Coffin (Remy, 1992). Dos tipos de comportamientos fueron observados para los metales de pureza relativamente elevada. El primer tipo de comportamiento corresponde a una disminución constante de la vida a fatiga cuando la presión de aire aumenta, como en el caso de aluminio (Figura 19a). El segundo tipo de comportamiento se caracteriza por una curva en forma de "S" (Figura 19b), con dos niveles (zonas de alta y baja presión) donde la vida a fatiga es constante y una zona central, donde la vida disminuye con el aumento de la presión de oxígeno (caso del plomo). Las variaciones continuas de vida a fatiga con la presión de aire (caso del aluminio) se explican únicamente a partir de los cambios de velocidad de propagación de grieta pero sin cambio de mecanismo de propagación. La existencia de curvas en "S" (caso del plomo) se asocia a un cambio de tipo de ruptura, intergranular o transgranular. La vida a fatiga se supone que depende del daño acumulado por el crecimiento de fisuras de fatiga y por el proceso de adsorción, considerado como una capa de átomos de oxígeno sobre la superficie libre de la grieta y luego la formación de una capa oxidada.

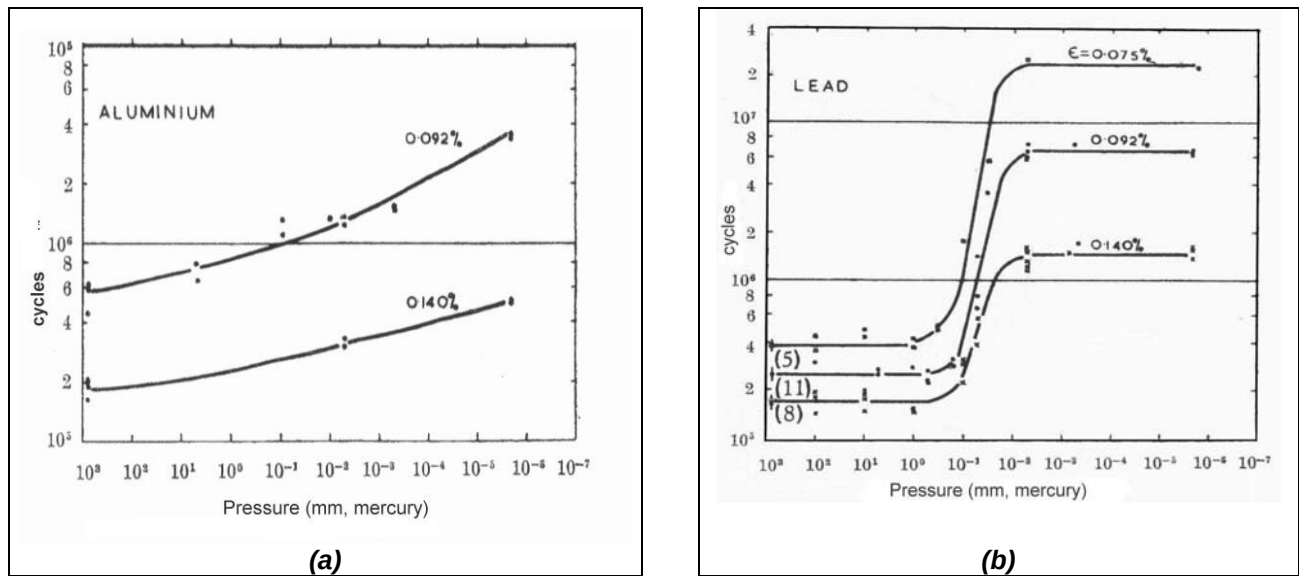


Figura 19. Variación de la vida a fatiga en función de la presión de aire para el aluminio (a) y para el plomo (b) (Snowden, 1961).

II.5.3.- Comportamiento de los materiales metálicos y aleaciones bajo fatiga oligocíclica al vacío

Resistencia a la fatiga

Los ensayos de fatiga bajo vacío conducen a un retraso considerable de la iniciación de la grietas en relación con los ensayos realizados al aire. Es notable que incluso para los aleaciones sensibles a la oxidación, la resistencia a la fatiga oligocíclica a temperatura ambiente es mucho mayor en el vacío en relación con el aire como se muestra en Figura 3. en relación con un acero inoxidable Austenítico Z2 CND18-12, y una aleación de titanio TI-6Al-4V (Mendez, 1999). Para el acero inoxidable considerado, la deformación cíclica en el aire conduce a una iniciación de grietas en las bandas de deslizamiento (más numerosas en el aire que bajo vacío) mientras que, en vacío, los límites de grano constituyen lugares de inicio (arranque). En cuanto a la aleaciones de titanio, las diferencias de vida a fatiga no son atribuidas a una densidad de microgrietas más

baja en vacío que en el aire. Mendez (1999) subraya que el vapor de agua contenido en el aire desempeña un papel importante en ese daño.

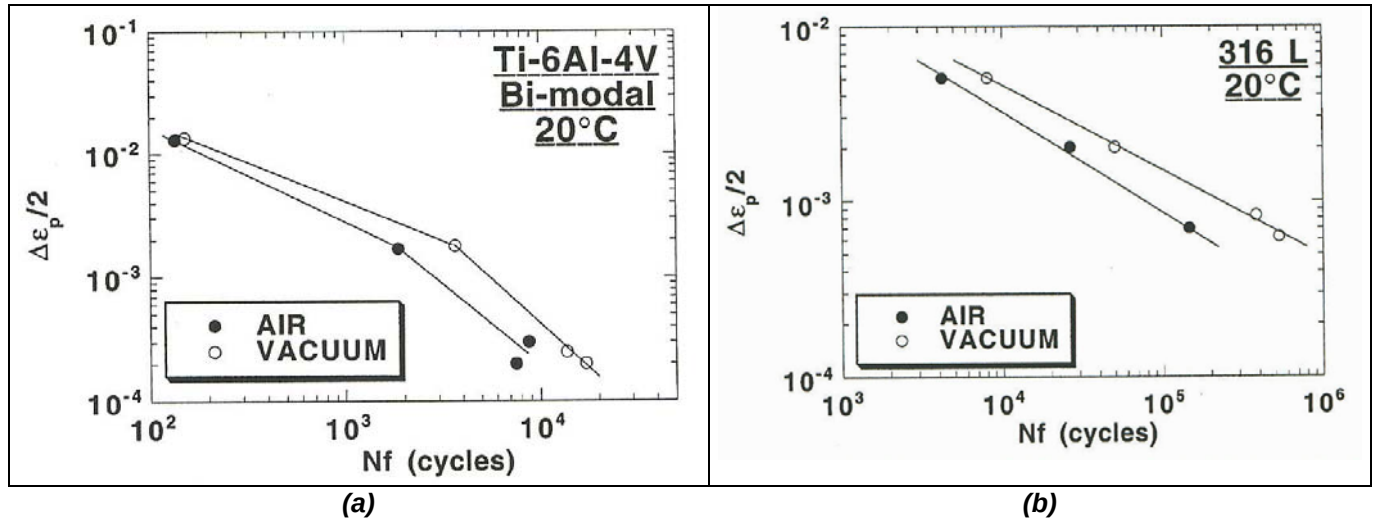


Figura 20. Resistencia a la fatiga al aire y al vacío a temperatura ambiente de una aleación TI-6Al-4V (a) y de un acero 316L (b) (Duquette, 1978)

Tomamos nota de la importancia de la condición de vacío. En efecto, bajo ultra vacío, las experiencias demuestran que algunos segundos son suficientes para que las moléculas residuales en la atmósfera formen una capa sobre la superficie libre del metal afectando la naturaleza de la grieta (Majumdar y Chung, 1983).

En el caso de aceros sensibles a las reacciones de oxidación, las diferencias de resistencia a la fatiga son especialmente evidentes y más o menos acentuadas por la forma de la señal, cuando se pasa de ensayos al aire a ensayos en vacío (Figura 21).

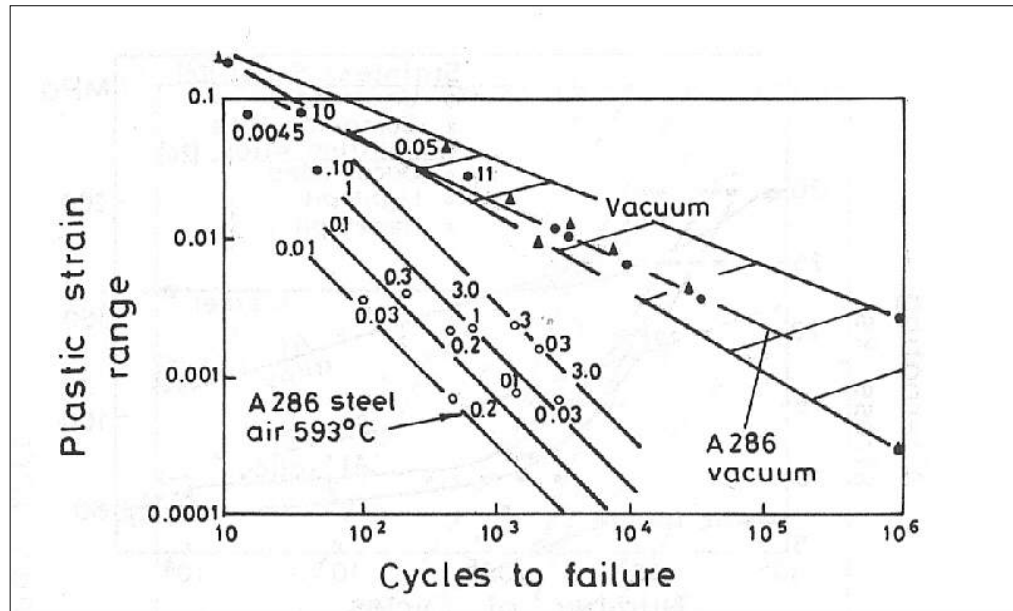


Figura 21. Resistencia a la fatiga de diversas aleaciones al aire y al vacío.
Las zonas delimitadas al aire y al vacío agrupan 19 aleaciones

En el caso de del acero ASTM A387 grado 22 con una microestructura ferrito-perlítica, Hecht y Weerteman (1998) observan en ensayos de fatiga a 500°C y a $\Delta\epsilon_f = 1,0\%$ que con la introducción de un tiempo de mantenimiento en compresión (120 s) o de tracción (120 s) no tienen ninguna incidencia sobre los períodos de vida al aire. En cambio al vacío, los períodos de vida son superiores a las obtenidas en el aire, pero el mantenimiento en tracción es más perjudicial que el de compresión. El arranque y la propagación de las grietas son del tipo transgranular para los ensayos al aire, pero es mixto para los ensayos al vacío. Al vacío, la menor resistencia a la fatiga observada, se explica por la presencia de cavidades similares a lo que podría ser producto por una deformación permanente.

Tsujii, Abe, Fukaura y Sunada (1995), presentan un modelo para la comprensión del proceso de arranque y propagación de grietas en un acero a 5%Cr1%Si ensayado al aire y al vacío. Al aire, el daño por fatiga se produce en la superficie después de la formación de puntos

por extrusión y el efecto de la oxidación. En vacío, la presencia de defectos en volumen constituyen fuentes de fisuras internas que asistan a la formación de la grieta fatal.

II.5.4.- Efecto del vacío sobre el comportamiento de las dislocaciones

Los primeros estudios que ponen de relieve el papel de las dislocaciones sobre el comportamiento en fatiga en vacío, han sido efectuadas por Kramer (Grinberg, 1982). Estas investigaciones proponen que las estructuras de dislocaciones varían con el medio ambiente. Esta sugerencia fue emitida para explicar el aumento de la vida en fatiga bajo vacío de aluminio en relación con el aire. En su enfoque, estos autores suponen que la falta de capas de óxido favorece el movimiento de las dislocaciones hacia la superficie.

Verkin y Grinberg (1979) sugieren que la influencia del vacío sobre la fatiga oligocíclica presentan tres características importantes: (1) un endurecimiento preferencial de la superficie, (2) la formación de una estructura de dislocaciones y (3) la concentración de la deformación plástica en bandas persistentes de deslizamiento. El vacío aumenta el número de bandas de deslizamiento y endurece la superficie que induce a pensar que el vacío activa un número de fuentes de dislocaciones más importante que en el aire. Esta hipótesis se ha probado experimentalmente por la medida del número de bandas de deslizamiento en un monocristal de cobre deformado al aire y bajo vacío en fatiga. Durante todo el proceso de fatiga, el número de bandas de deslizamiento en la superficie de la probeta ensayada es mayor al vacío que al aire, a número de ciclos idénticos.

Finalmente, los distintos trabajos en fatiga bajo vacío han permitido establecer que hay que tomar en cuenta las suposiciones siguientes para el tratamiento teórico de los mecanismos físicos sobre el efecto del medio:

- La fatiga es un proceso de daño mecánico resultante de la acumulación de la deformación plástica. La sollicitación mecánica es la responsable de la aparición de una fuente de dislocaciones y su posterior multiplicación. Su reorganización por ejemplo en células de dislocaciones, producen sitios de inicio de grietas y su crecimiento. La velocidad y los mecanismos de propagación de las grietas dependen de la configuración y del comportamiento de las dislocaciones en la zona plásticas en la punta de la fisura.
- La superficie y las capas de oxido absorbidas y adsorbidas juegan un papel importante en la deformación plástica y la ruptura bajo las condiciones de sollicitación impuestas, si se considera en una primera etapa que las dislocaciones se forman y deslizan hacia la superficie y al mismo tiempo hacia el centro de la geometría. El siguiente paso es una consecuencia de la acomodación irregular de la etapa anterior: una capa con una densidad considerable de dislocaciones se ha desarrollado cercano a la superficie e inhibe la deformación plástica en volumen.
- En general, las condiciones del medio afectan los procesos de deformación plástica en la superficie y en consecuencia las propiedades mecánicas, producto de un cambio de los mecanismos físicos, químicos o físico-químicos del material.

CAPITULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

III.1.- CARACTERIZACIÓN DEL ACERO

III.1.1.- Antecedentes del material

El acero que será estudiado en la continuación de este trabajo, procede de un colector RHT (Resurchauffeur a alta temperatura) de una central térmica clásica.

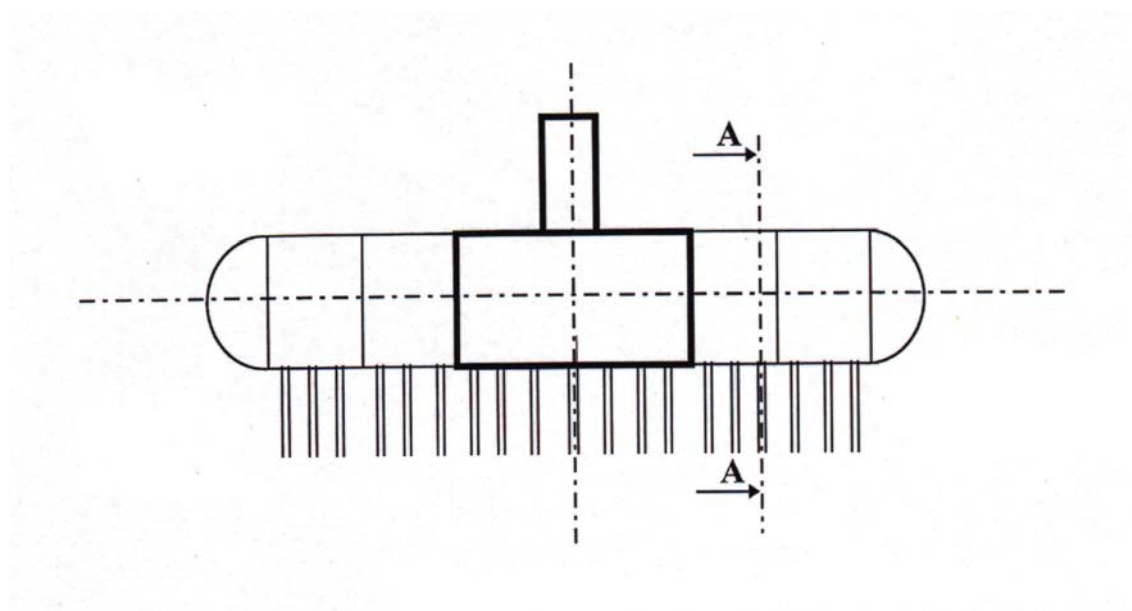


Figura 22. Esquema de conjunto de un colector de tipo RHT

De material extraído del colector, se diferenciaron dos zonas: la primera, situada en parte inferior, la más expuesta a sollicitaciones de esfuerzo y presenta efectivamente numerosas grietas (zona supuesta fatigada). La segunda zona situada en la parte superior, libre de fisuras. De los análisis adicionales efectuados se ha demostrado que esta segunda zona puede considerarse no fatigada. Es de esta última zona de donde el material fue separado.

III.1.2.- Características y composición química de grados del acero estudiado

Nuestro estudio puso en contexto dos tipos del acero ASTM A387 grado 22 que se diferencian por su estado de envejecimiento y por el tipo de microestructura final.

- **Acero 1:** material en servicio durante 150.000 horas a 565°C, extraído de la parte no fatigada del colector.
- **Acero 2:** material en servicio durante 140.000h a 565°C, extraído de la parte no fatigada del colector.

La composición química de los diferentes matices del acero estudiado son presentadas y comparadas con la norma ASTM A387 grado 22 en la Tabla 6.

Tabla 6. Composición química (% máscos) de diferentes grados del acero ASTM A387 grado 22 estudiado (*Fe balance*)

	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V
Acero 1	0,11	0,026	0,014	0,35	0,48	0,11	2,24	1,05	< 0,01	< 0,01	0,19	< 0,01
Acero 2	0,098	0,020	0,015	0,45	0,38	0,24	2,52	0,98	< 0,01	< 0,01	0,12	< 0,01
Norma de Ref.	0,05 - 0,15	≤ 0,035	≤ 0,035	≤ 0,50	0,30 - 0,60	-	2,00 - 2,50	0,9 - 1,10	-	-	-	-

III.1.3.- Microestructuras

Para poner en evidencia las microestructuras de los dos tipos del acero ASTM A387 grado 22 estudiado, las muestras fueron pulidas con la ayuda de papeles abrasivos en carburo de silicio de granulometría comprendidas entre 400 y 2500 de acuerdo a la norma ASTM E3-11. Esas muestras luego fueron pulidas mecánicamente sobre soporte de alumina hasta el grado de 0,05 micrón, luego atacados por el reactivo Nital al 10% (solución de 10% de ácido nítrico y 90% de alcohol). Las microestructuras se observaron en la ayuda de un microscopio óptico Reichert. Los exámenes realizar permiten una evaluación del tamaño de grano y de la fracción ferrita-bainita (Tabla 6).

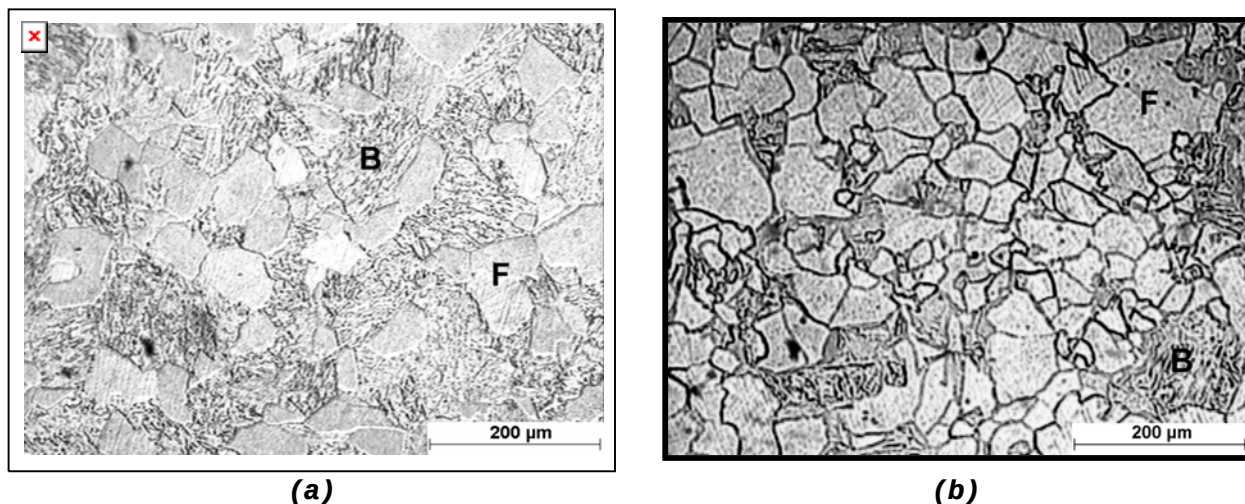


Figura 23. Fotomicrografías ópticas de los dos tipos de acero ASTM A387 grado 22 estudiados (a) acero 1, (b) acero 2,
F: ferrita B:bainita

Las medidas de microdureza Vickers han sido efectuadas con la ayuda de un microdurometro de trabajo bajo una carga de 50 gf. Al menos cinco medidas sobre la ferrita y la bainita para cada tipo de acero han sido efectuadas. Las diagonales de la huella han sido medidos a un aumento de 400X.

Los aceros estudiados fueron renombrados de acuerdo a su historia térmica y su porcentaje de fases. Por lo tanto la letra "V" corresponde a una condición de envejecimiento. La nomenclatura asignada sigue con el porcentaje de ferrita de cada acero: por ejemplo, si observamos las siglas V35F corresponde al acero envejecido con 35% de ferrita.

Tabla 7. Nomenclatura, fracción volumétrica ferrita-bainita, tamaño de grano y microdureza de diferentes tipos del acero estudiado

Acero	Nomenclatura	Fracción Volumétrica (% vol)		Tamaño de grano F/B (μm)		Dureza 50gf (HV)	
		Ferrita	Bainita	Ferrita	Bainita	Ferrita	Bainita
1	V35F	35	65	55	85	167 $\pm$ 7	196 $\pm$ 7
2	V85F	85	15	40	70	175 $\pm$ 8	184 $\pm$ 10

La tabla 6 demuestra la diversidad de las microestructuras de los aceros. Estas diferencias son esencialmente atribuibles al método de fabricación del acero (tratamiento térmico empleado). La diferencia de los contenidos de carbono no permite por sí sola determinar el cambio de fracción volumétrica.

Todas estas variaciones de microestructura pueden dar lugar a diferencias a nivel de propiedades mecánicas como la fatiga.

III.2.- ENSAYOS DE FATIGA OLIGOCÍCLICA A ALTA TEMPERATURA

III.2.1.- Máquina de fatiga

Los ensayos de fatiga han sido efectuados con la ayuda de una máquina hidráulica servocontrolada MTS de capacidad 100 KN. Esta máquina permite realizar los ensayos bajo carga controlada, o en desplazamiento del actuador, o en deformación de la probeta. La fuerza es medida por una célula de carga de 100 KN montada en serie con la probeta. El desplazamiento del elevador (156 mm) se mide por un sensor LVDT de carrera de 200 mm situada en su extremo inferior.

La temperatura de la probeta se mide con la ayuda de una termocupla tipo K la cual se instala en un horno de lámparas halógenas de una potencia de 1250 W. Tres haces de luz se centran en la parte útil de la muestra con ayuda de espejos parabólicos diseñados para tal fin. La regulación del horno se realiza a la ayuda de un regulador-programador marca EUROTHERM.

La deformación se mide a la ayuda de un extensometro a varillas graduadas MTS, de base de medida de 10 mm, situado en el exterior del horno. El extensometro está conectado a un sistema de varillas de remisión de alúmina que se ponen en contacto sobre la parte útil de la muestra. (Figuras 24 y 25).

Todas las partes de la máquina de ensayo susceptibles de ser calentadas por efecto de conducción han sido refrigeradas.

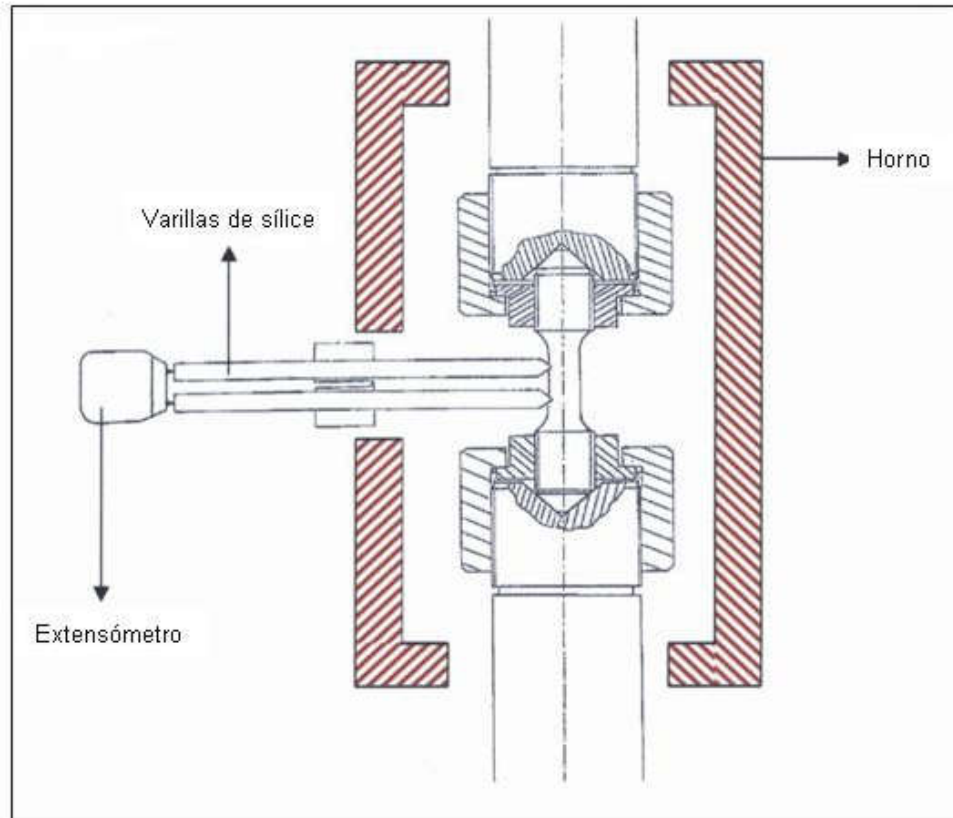


Figura 24. Esquema de montaje en caliente y en el aire

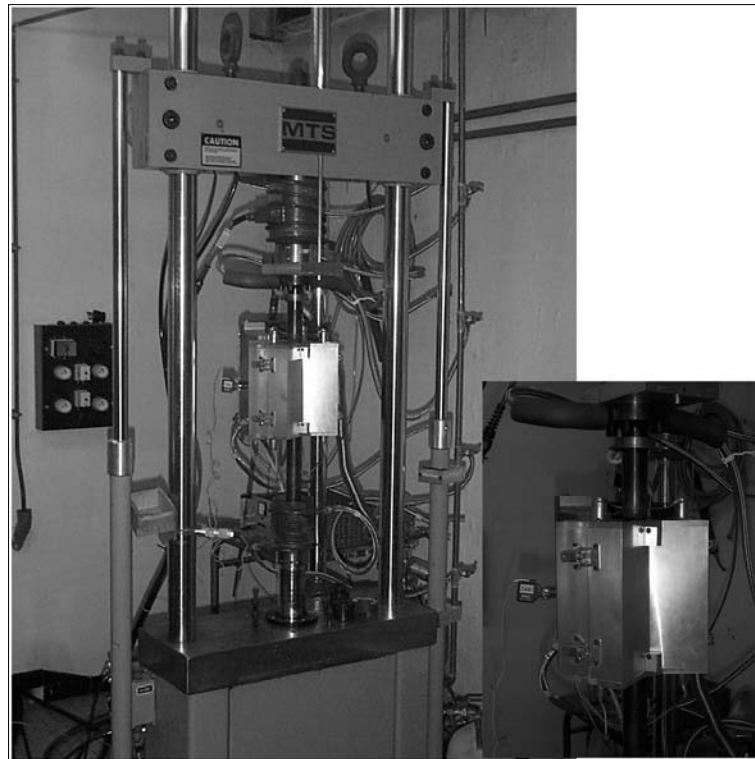


Figura 25. Montaje en caliente

III. 2.2.- Probeta de fatiga

Las probetas de fatiga utilizadas son de forma cilíndrica con cabeza roscada, de longitud útil de 15 mm y de diámetro de 10 mm. Una rectificación de la longitud útil en sentido longitudinal se efectuó a fin de evitar una iniciación temprana de grietas. Un esquema de la probeta es dado en la figura 26.

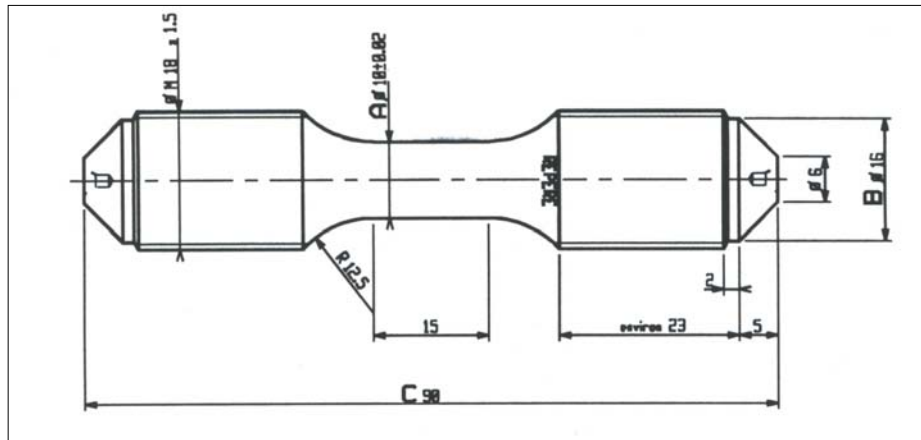


Figura 26. Probeta de fatiga oligocíclica

La superficie útil de las probetas fue pulida mecánicamente con la ayuda de papeles abrasivos de carburo de silicio de granulometría comprendida entre 400 y 1200. Un pulido electrolítico adicional fue efectuado con una solución de 80% de ácido acético, 10% de ácido perclórico y 10% de agua desionizada, aplicando una densidad de corriente de aproximadamente 0.2 A/mm^2 (tensión de 12 voltios) y manteniendo la temperatura del baño a 16°C .

III.2.3.- Parámetros estándar de los ensayos y magnitudes medidas

Para el inicio del ensayo se procedió con un aumento de temperatura (de 20 a 565°C) en 25 minutos. Una vez la temperatura de ensayo alcanzada (565°C), se dejó media hora adicional antes del inicio de la prueba propiamente, con la finalidad de permitir obtener una temperatura

uniforme en el volumen de la probeta. Todos los ensayos fueron realizados a la misma temperatura bajo una velocidad de deformación total constante e igual a $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. El conjunto de los ensayos han sido sometidos a un modo de control de deformación total impuesta $\Delta \epsilon_t$. Las amplitudes de deformación total varían entre $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$ y el 2% . La señal de dirección de la deformación es triangular alternada de valor medio nula ($R_\xi = -1$)

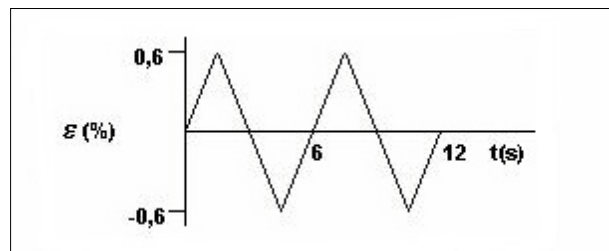


Figura 27. Forma de la señal de mando para un ensayo de $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$ en fatiga oligocíclica

En todos los casos, las pruebas han sido realizadas hasta la ruptura. En el caso de los aceros V35F y V85F, ensayos adicionales interrumpidos a 25%, 50% y el 75% de la vida a fatiga N_r fueron realizados.

Un ordenador conectado a la máquina de fatiga permite hacer una adquisición regular de los bucles de histéresis (representación gráfica de la fuerza en función de la deformación total). De estas bucles, se recolectó la información siguiente:

- (a) El esfuerzo en tracción y compresión.
- (b) La variación de esfuerzo durante un ciclo.
- (c) La variación de la deformación plástica durante un ciclo.

La vida a fatiga N_f se define como el número de ciclos que corresponde a una disminución del 25% de la variación del esfuerzo estabilizado.

Para determinar los parámetros de endurecimiento por deformación, el primer cuarto de ciclo de cada ensayo realizado a $\Delta\epsilon_t = 2\%$ será utilizado para determinar el comportamiento en sollicitud uniaxial hasta una deformación total de 1% en cada acero.

III.2.4.- Influencia de los parámetros de los ensayos

Hemos efectuado algunas modificaciones de los parámetros de ensayos normalizados para evaluar el efecto de la velocidad de deformación y de la introducción de un tiempo de mantenimiento. Estos efectos se analizaron sobre el acero V35F.

El efecto de la velocidad de deformación ha sido estudiado para el ensayo realizado a $\Delta\epsilon_t = 1.2\%$ pasando de una velocidad de deformación de $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a $4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, bajo una señal de tipo triangular.

El efecto del tiempo de sostenimiento a la temperatura de trabajo, se analiza en el ensayo realizado a $\Delta\epsilon_t = 1.2\%$ con un mantenimiento en deformación máxima (en tracción) de 10 minutos, manteniendo la velocidad de deformación en $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (figura 28).

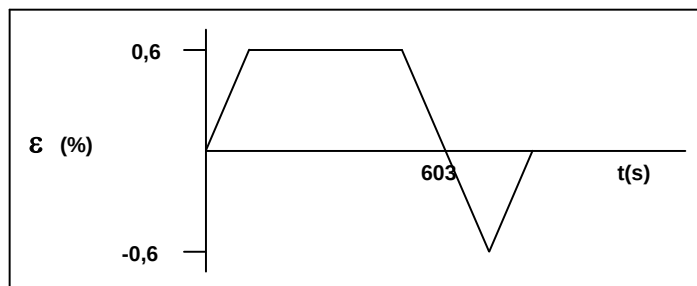


Figura 28. Forma de la señal de pilotaje para analizar el efecto de un tiempo de mantenimiento de 10 min.

III.3.- ENSAYOS DE FATIGA A ALTA TEMPERATURA Y AL VACÍO

III.3.1.- Máquina y probetas de fatiga

Para evitar cualquier riesgo de dispersión de los resultados por el uso de otra máquina de ensayo y de otro tipo de probeta, hemos utilizado la misma máquina y el mismo tipo de probeta descritos en el capítulo anterior. Se ha diseñado y construido un montaje para efectuar los ensayos de fatiga en vacío hasta a una presión cerca del 10^{-4} Pa.

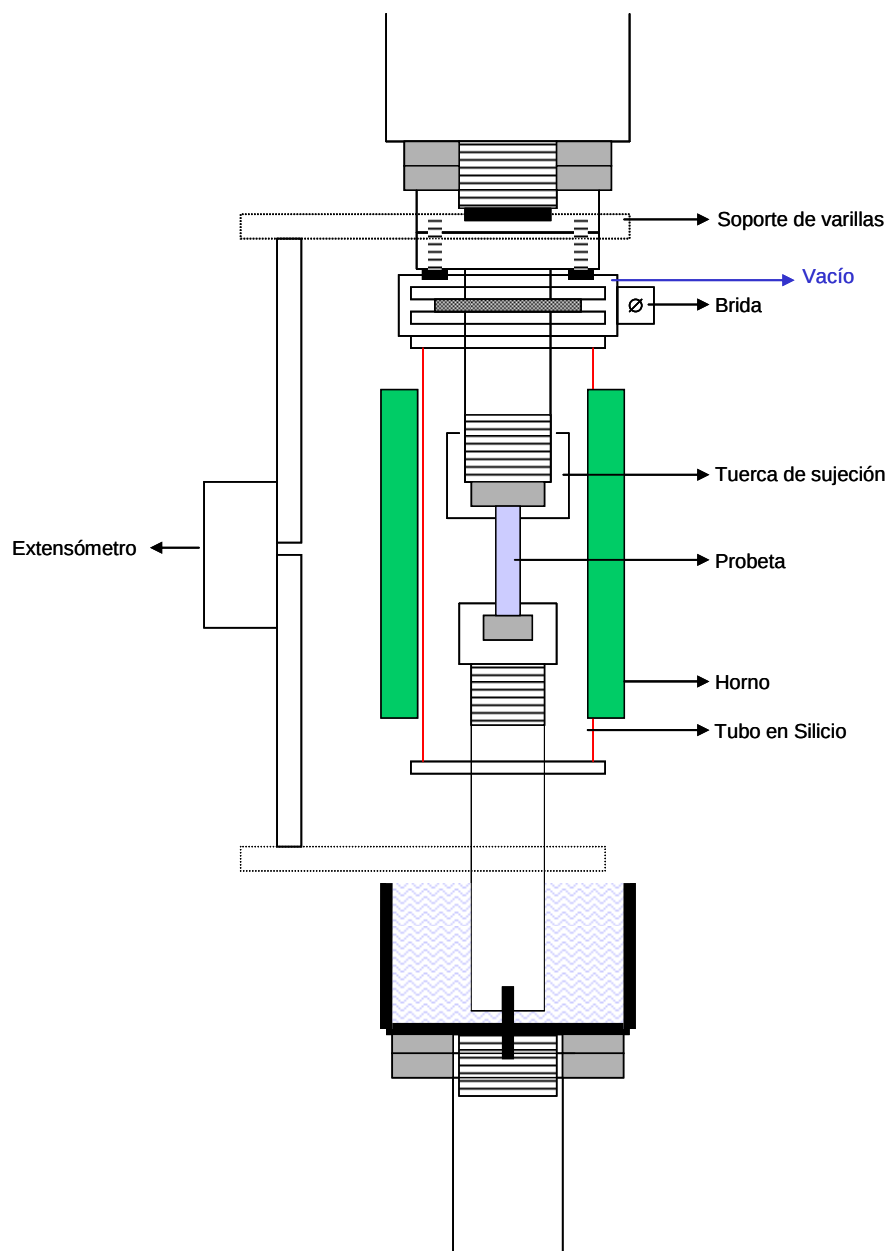


Figura 29. Esquema del montaje en caliente bajo vacío

La probeta así como las tuercas de sujeción de las mordazas inferior y superior son colocados en un tubo de sílice. Los extremos de este tubo incluyen juntas que garantizan la estabilidad del sistema. Un paso en la brida adjunta superior, permite introducir un termopar tipo K para medir la temperatura. El bombeo está asegurado por una bomba turbomolecular de alto vacío marca Alcatel. (Figuras 29 y 30)

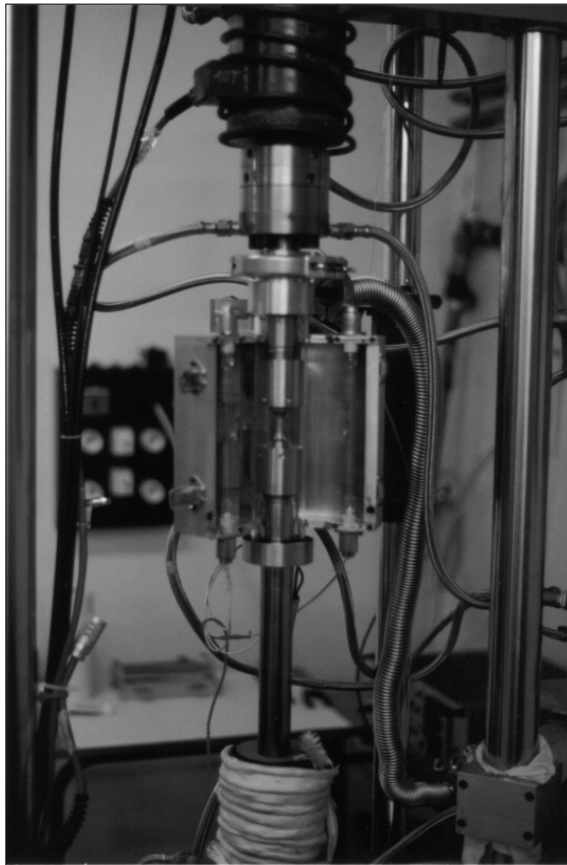


Figura 30. Montaje al alta temperatura al vacío

Tomando en cuenta el aislamiento de la probeta, no es posible poner en contacto el extensómetro de manera directa para controlar la deformación. La medida de la deformación de la probeta se efectúa de manera indirecta midiendo el desplazamiento relativo de dos puntos situados fuera del tubo de sílice. Este desplazamiento se mide por un sensor de deformación (extensómetro) fijado en dos barras de aleación de aluminio. Una calibración es necesaria para vincular la deformación real de la probeta junto con la deformación indicada por el extensómetro situado en el exterior. La figura 31 muestra que este enfoque experimental es totalmente válido. En efecto, los valores de esfuerzo medidos por un pilotaje a amplitud de deformación controlada con la ayuda de un sensor colocado sobre la probeta o de manera externa fueron similares.

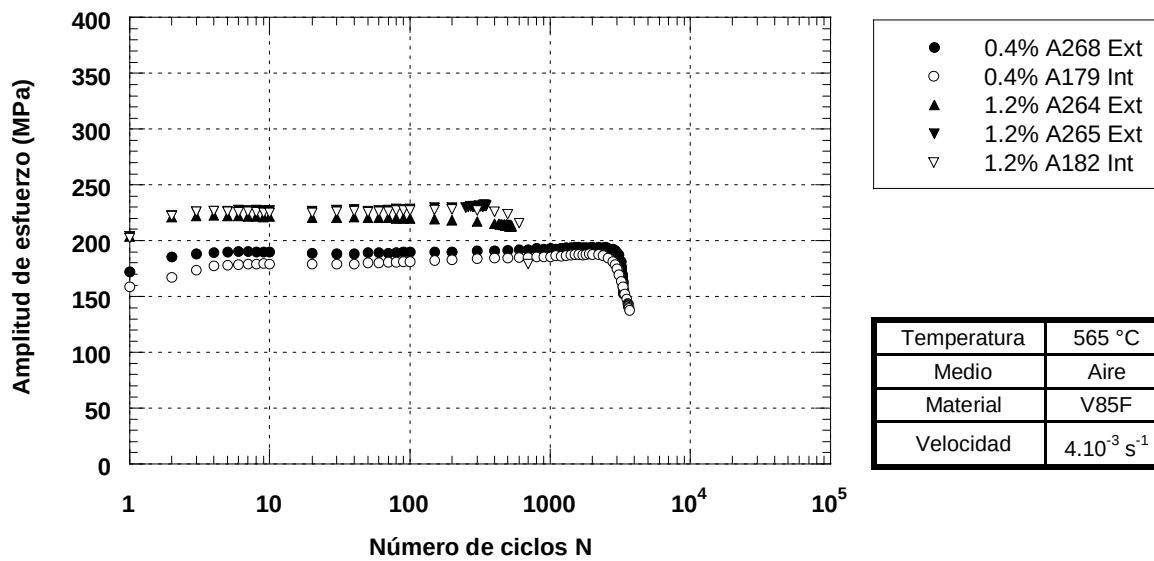


Figura 31. Comprobación de la calibración entre los ensayos efectuados con el extensometro sobre la probeta (interno) como de manera indirecta (externo)

III.3.2.- Parámetros estándar de pruebas y magnitudes medidas

Los ensayos han sido efectuados a una temperatura de 565 °C y al vacío con una presión promedio de 10^{-4} Pa. El conjunto de los ensayos se ha efectuado con variaciones de deformación total $\Delta \epsilon_t$ que varían entre 0.4% y el 2%. La señal de dirección de la deformación es triangular alternada de valor medio nula ($R_\epsilon = -1$) y la velocidad de deformación es de $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

En todos los casos, las pruebas se han llevado a ruptura. En el caso de los aceros V35F y V85F, ensayos adicionales interrumpidos a 25%, 50% y el 75% de la vida a fatiga han sido efectuados.

III.4.- CARACTERIZACIÓN DE LA CAPA DE ÓXIDO

Para caracterizar las capas de óxido extraídas después del ensayo de fatiga oligocíclica en el aire, la técnica de difracción de rayos X, ha sido utilizada. Estos análisis se efectuaron a la ayuda de un difractómetro SIEMENS con un cátodo de tipo $\text{CoK}\alpha$ ($\lambda=0.1789 \text{ nm}$).

El espesor de las capas de óxido adheridas sobre las diferentes probetas, su identificación y el reconocimiento de los compuestos intermetálicos han sido efectuados con la utilización de un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca Philips, modelo 525M, provisto de un detector EDX incluido, a partir de señales de electrones secundarios y de Rayos X.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSION

IV.1.- INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA OLIGOCÍCLICA EN CALIENTE DEL ACERO ASTM A387 GRADO 22

IV.1.1.- Metodología

Los diferentes resultados obtenidos durante los ensayos de fatiga oligocíclica a alta temperatura son presentados en función de cada tipo de acero estudiado. Siguiendo este enfoque, las tablas de valores incluyen el nivel de deformación total, la vida a fatiga y los datos de amplitud de deformación total ($\Delta\epsilon_t/2$), plástica ($\Delta\epsilon_p/2$), elástica ($\Delta\epsilon_e/2$) y del esfuerzo ($\Delta\sigma/2$) en el ciclo estabilizado (a la mitad de la vida a fatiga).

En segundo lugar, mostramos las gráficas de:

- La evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos en escala logarítmica,
- La evolución de la amplitud de esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga en escala lineal,
- Las curvas de endurecimiento cíclico comparadas con las curvas de endurecimiento uniaxial.

El primer cuarto de ciclo para cada tipo de acero analizado ha sido utilizado para construir las curvas de endurecimiento uniaxial. Los valores de esfuerzo y amplitud de

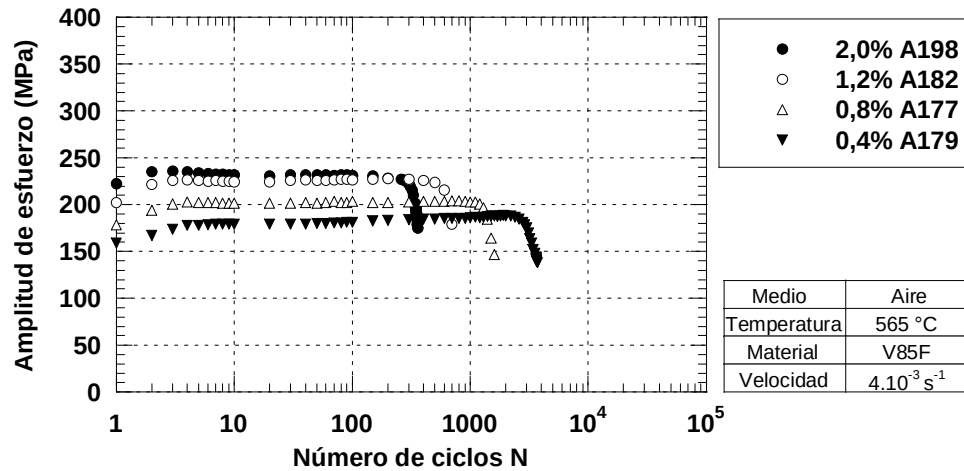
deformación a la mitad de la vida a fatiga son utilizadas para la elaboración de las curvas de endurecimiento cíclico.

IV.1.2.- Identificación del comportamiento de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura mayoritariamente ferrítica.

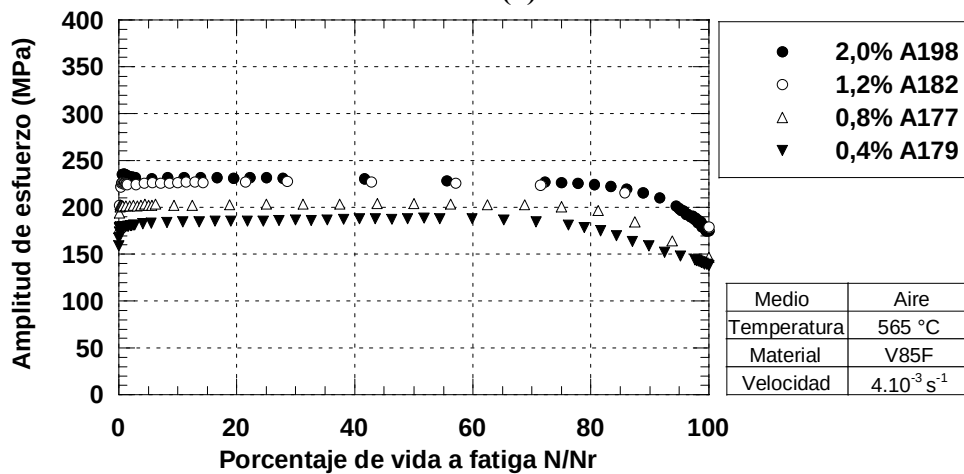
El análisis del acero V85F en fatiga permite identificar el comportamiento bajo solicitud cíclica de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura mayoritariamente ferrítica.

Tabla 8. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C del acero tipo V85F

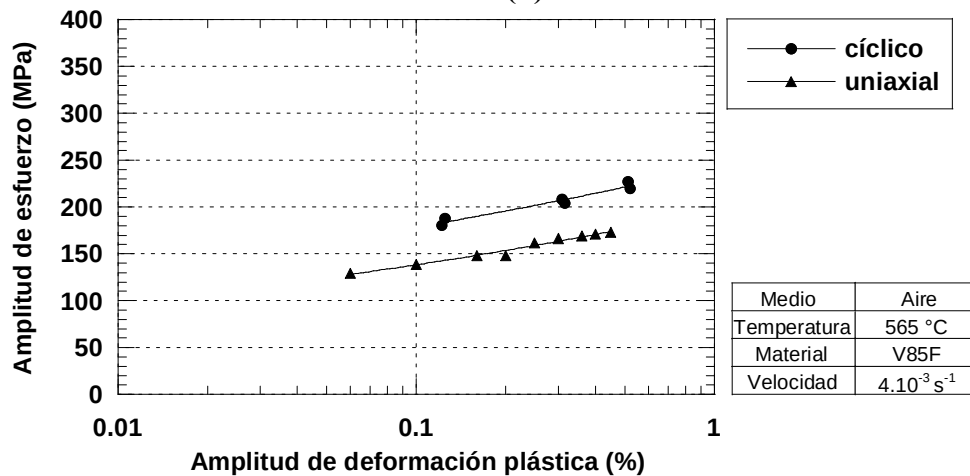
N° ensayo	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_t/2$ (%)	$\Delta\epsilon_p/2$ (%)	$\Delta\epsilon_e/2$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr
A179	0,400	0,200	0,125	0,075	188,0	3676
A183	0,400	0,200	0,122	0,078	180,5	4609
A177	0,800	0,400	0,315	0,085	204,0	1600
A178	0,800	0,393	0,309	0,084	208,0	980
A181	1,200	0,600	0,521	0,079	220,0	631
A182	1,200	0,590	0,515	0,075	227,0	700
A198	2,000	1,000	0,894	0,106	228,5	360



(a)



(b)



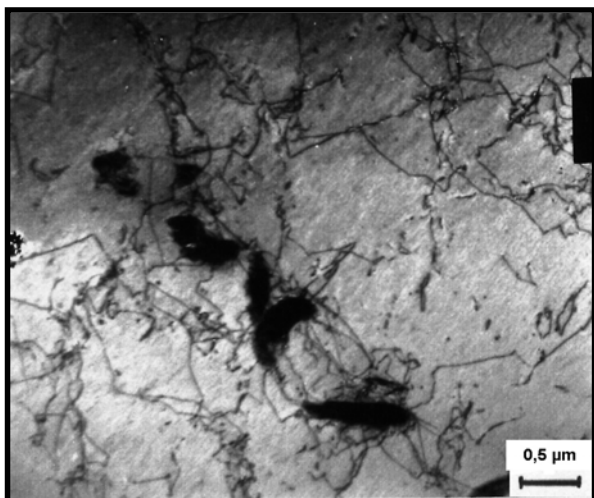
(c)

Figura 32. Acero ASTM A387 tipo V85F

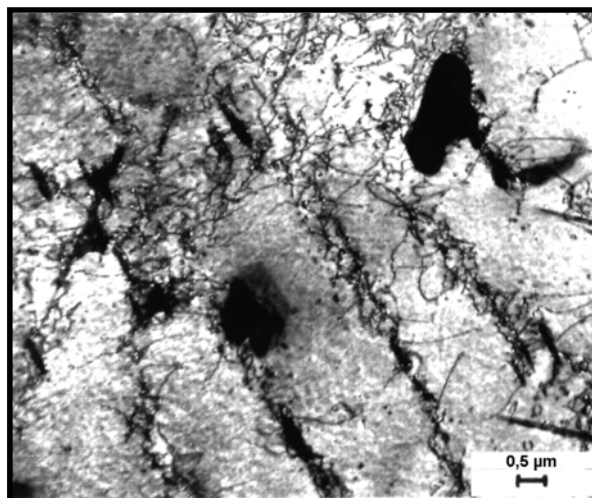
- (a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos
 (b) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga
 (c) Curvas de endurecimiento por deformación uniaxial y cíclica

La evolución del esfuerzo en el curso de la reducción de ciclos (Figura 32 a y b), demuestra que a los primeros ciclos de solicitud, el material endurece antes de alcanzar una fase de estabilización. Este período de estabilización empieza alrededor del 5% de la vida a fatiga (todos los niveles de deformación total sin distinción) y se mantiene hasta el 75% de la vida (Figura 32a). Una caída importante del esfuerzo asociado a la propagación de una grieta en volumen aparece entonces. La figura 32c ilustra esta consolidación cíclica donde un diferencial de 40 MPa es observado entre la curva de endurecimiento por deformación uniaxial y la curva de endurecimiento por deformación cíclica.

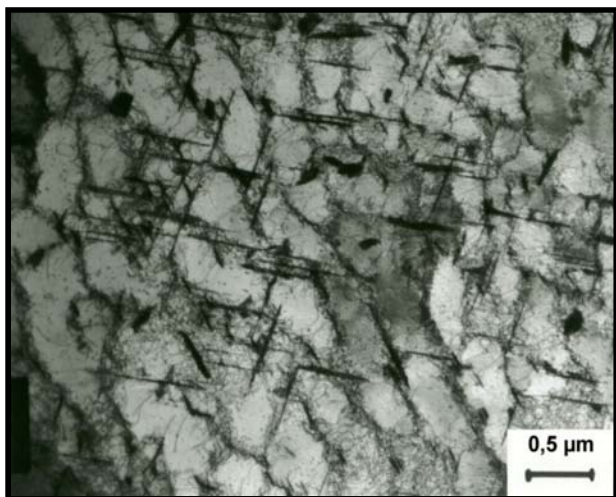
La interpretación del comportamiento mecánico, en particular el endurecimiento cíclico y su estabilización, se explica fácilmente a partir de la microestructura. Antes del inicio del ensayo, los granos de ferrita tienen una escasa densidad de dislocaciones (Figura 33a). El efecto de la introducción de ciclos de deformación se traduce en la creación y la multiplicación de las dislocaciones se van a organizar en el caso de deformaciones bajas, primero en muros (figura 33b) y luego en células (figura 33d). A alto nivel de deformación, la formación de células es mayor y más regular, caracterizada por la falta de desajustes en su centro y por una fuerte desorientación. El comportamiento mecánico y las estructuras de dislocaciones en los granos de ferrita que constituyen la mayor parte de la microestructura del acero V85F difieren poco de los de los aceros ferríticos monofásicos (Chopra y Crowda, 1974).



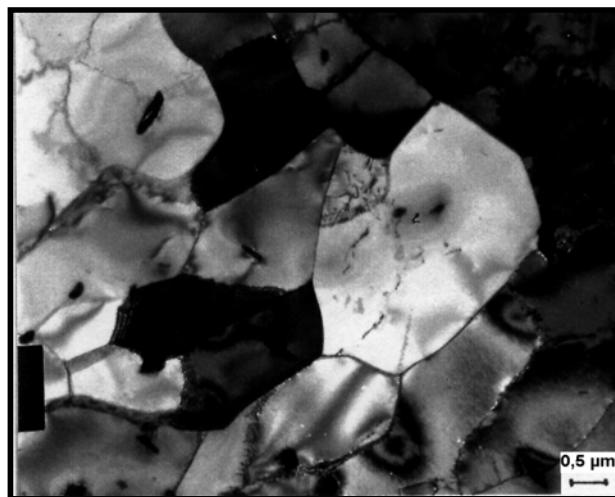
(a)



(b)



(c)



(d)

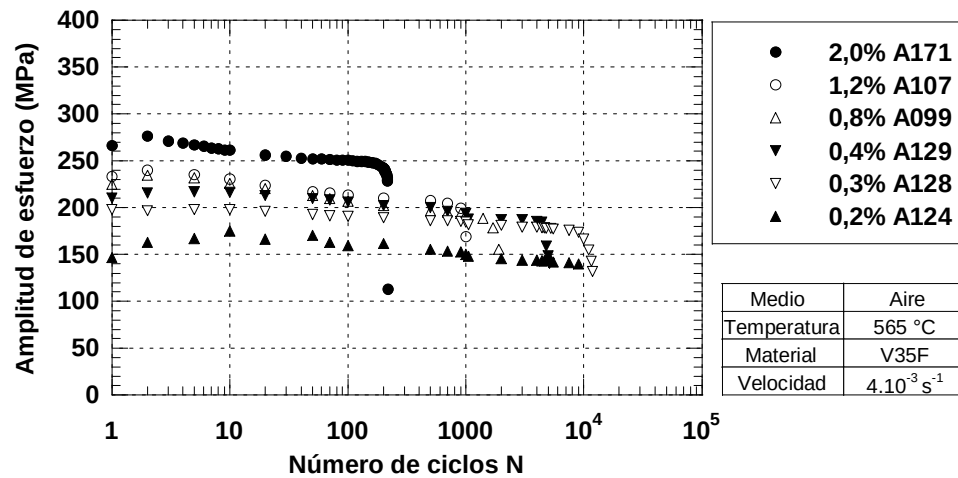
Figura 33. Fotomicrografías MET del acero ASTM A387 caso V85F
a) Ferrita antes fatiga, b), c) ferrita después de 500 ciclos de fatiga $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$
y d) ferrita tras fatiga $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$

IV.I.3.- Identificación del comportamiento de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura ferrito – bainítica

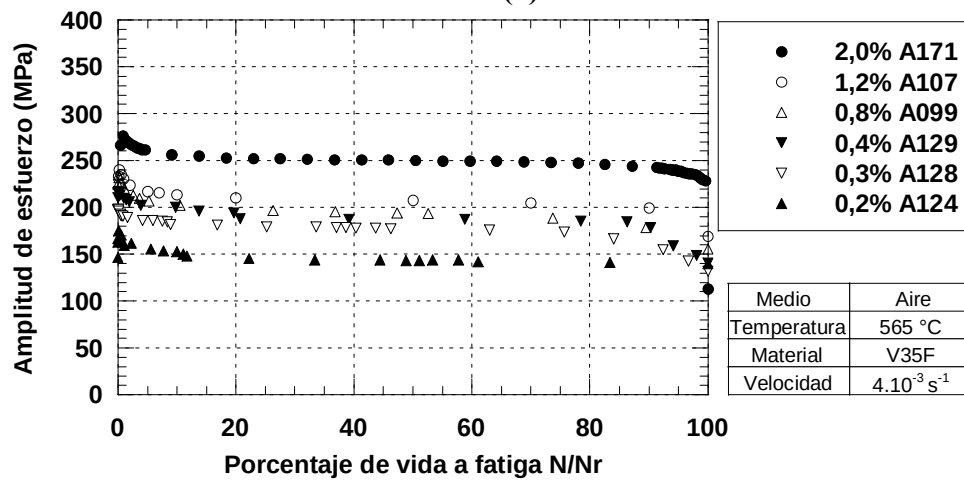
El análisis del acero V85F en fatiga permite identificar el comportamiento bajo solicitud cíclica de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura ferrítico-bainítica.

Tabla 9. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C del acero tipo V35F

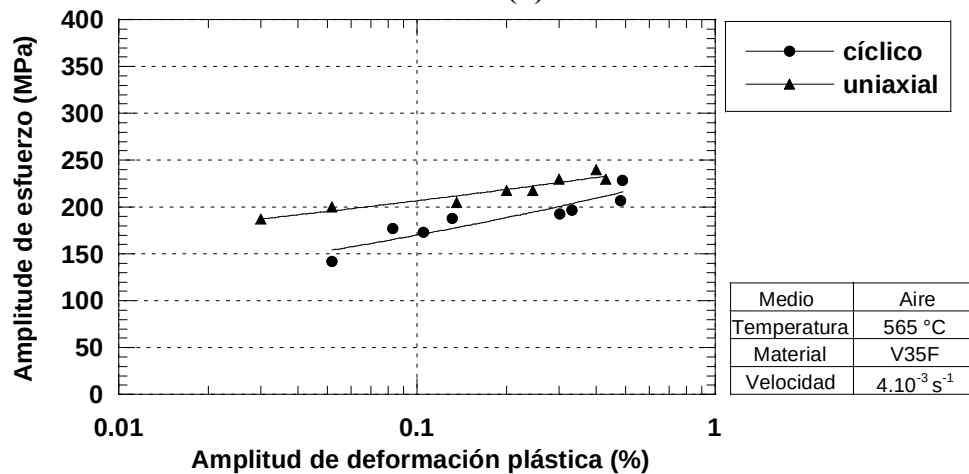
N° ensayo	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_t/2$ (%)	$\Delta\epsilon_p/2$ (%)	$\Delta\epsilon_e/2$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr
A124	0,200	0,098	0,052	0,046	142,0	15400
A128	0,300	0,150	0,083	0,067	177,0	13000
A089	0,400	0,197	0,105	0,092	173,0	6500
A129	0,400	0,205	0,131	0,074	188,0	5200
A 099	0,800	0,400	0,302	0,098	193,0	2000
A137	0,800	0,398	0,331	0,067	197,0	1400
A107	1,200	0,595	0,481	0,114	207,0	1000
A127	1,200	0,599	0,490	0,109	228,5	800
A171	2,000	1,000	0,827	0,177	250,5	218
A175	2,000	0,997	0,880	0,117	246,0	283



(a)



(b)



(c)

Figura 34. Acero ASTM A387 tipo V35F

- (a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos
 (b) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga
 (c) Curvas de endurecimiento por deformación uniaxial y cíclica

El análisis de la respuesta bajo solicitud cíclica de un acero ASTM A387 ferrito-bainítico envejecido es sorprendente. Las curvas mostradas en las figuras 34 a y b, muestran que el acero V35F presenta una fase de endurecimiento que tiende a desaparecer cuando la amplitud de deformación aumenta seguida de una etapa de ablandamiento muy marcada. Luego un período de estabilización que emplea al 80% de la vida a fatiga. Los valores de esfuerzo medidos a la mitad de la vida a fatiga son menores (aproximadamente 30 MPa) las medidas en carga uniaxial (Figura 34c).

El comportamiento en fatiga de un acero ASTM A387 de estructura ferrito-bainítico está muy influenciado por el mantenimiento de larga duración en temperatura. La interpretación de ese comportamiento no es posible que a condición de realizar investigaciones detalladas en la evolución de las microestructuras en relación con la solicitud cíclica. Antes del inicio de la prueba, los granos de ferrita contienen dislocaciones en muy escasa cantidad (ej. Figura 35a). Los granos de bainita contienen numerosas dislocaciones organizados en células. Las células presentan marañas de dislocaciones y las paredes de las células son menos definidas. Argillier (1998) demostró que la bainita en un acero similar era capaz de deformarse plásticamente porque las dislocaciones contenidas en la bainita podían desplazarse y aniquilarse. Las fotomicrografías de la figura 35 muestran una evolución de las células en la bainita a raíz de este proceso. La falta de restauración prolongada por el envejecimiento hace poco deformables estos granos obligando a la ferrita a aceptar por sí solos la deformación cíclica lo que explica el endurecimiento. Por lo tanto en esta condición del acero, se presentará una competición entre el ablandamiento de la bainita y el endurecimiento de la ferrita (Figura 35). El resultado final es a favor del ablandamiento.

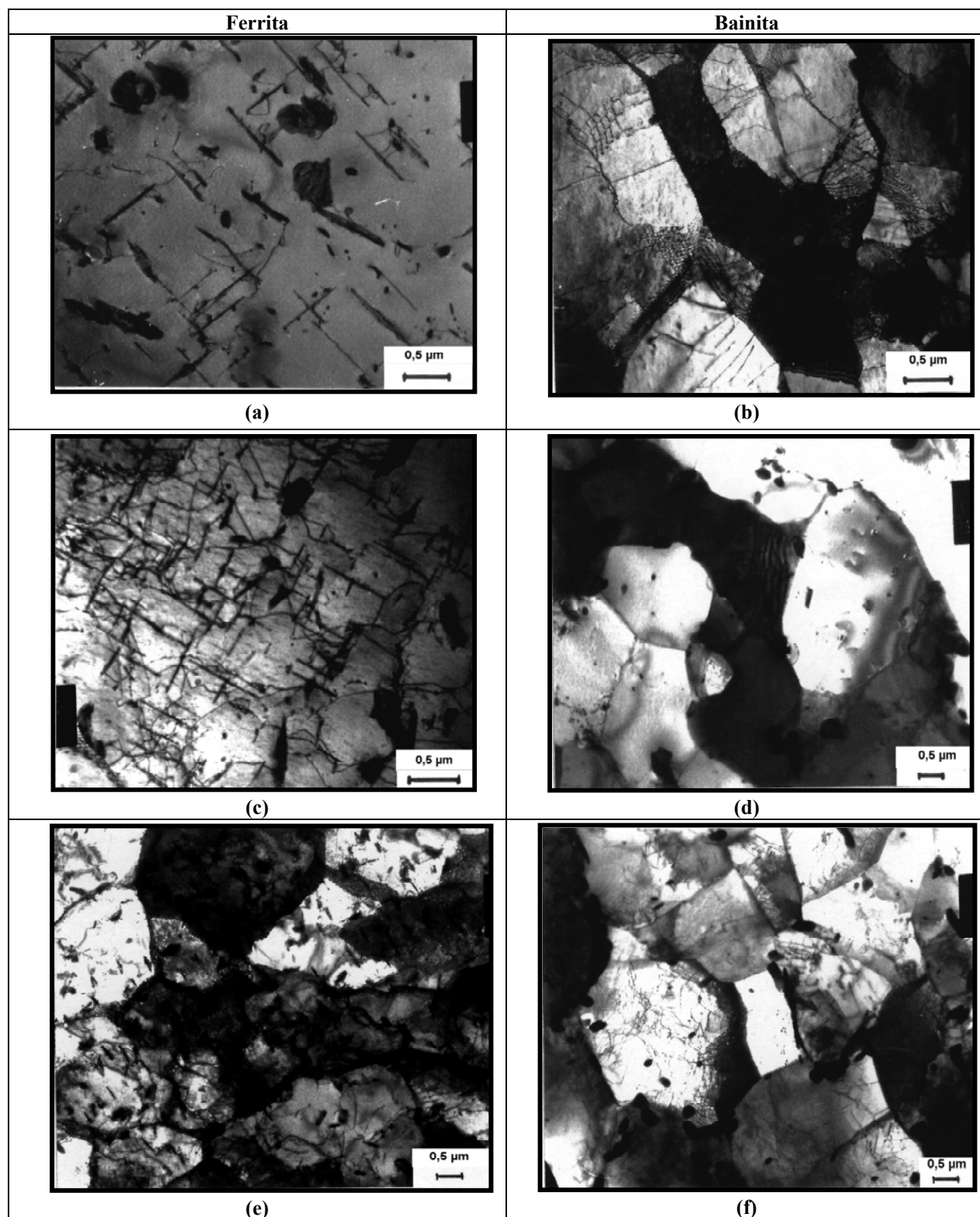


Figura 35. Fotomicrografías MET en los granos de ferrita y bainita del acero ASTM A 387 tipo V35F

(a), (b) Antes fatiga; (c), (d) después de la rotura por fatiga $\Delta\epsilon_f = 0,2\%$;
 (e),(f) después de la rotura por fatiga $\Delta\epsilon_f = 2\%$

IV.1.4.-Influencia de la velocidad de deformación

La influencia de la velocidad de deformación sobre la evolución del esfuerzo durante el ciclaje es reportado en la figura 36. La tabla 10 agrupa los valores de velocidad de deformación, el nivel de deformación total, los valores de amplitud de deformación total, plástica, elástica, de esfuerzo y la duración de la prueba.

Tabla 10. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica ($T= 565\text{ }^{\circ}\text{C}$) del material V35F para $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3}$ y 4.10^{-5} s^{-1} .

Velocidad (s^{-1})	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_t/2$ (%)	$\Delta\epsilon_p/2$ (%)	$\Delta\epsilon_e/2$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	T(h)
4.10^{-5}	1,21	0,605	0,520	0,085	173,0	67,33
4.10^{-3}	1,20	0,595	0,481	0,114	207,0	1,67
4.10^{-3}	1,20	0,599	0,490	0,109	228,5	1,33

La figura 36 demuestra que el aspecto de la curva correspondiente a los dos ensayos es similar. Para el ensayo en la velocidad de deformación de 4.10^{-5} s^{-1} , sólo los niveles de esfuerzo son afectados, y son más bajos que en el ensayo realizado a 4.10^{-3} s^{-1} . Este comportamiento está en acuerdo con los mecanismos de acomodación cíclica por deslizamiento de dislocaciones modelizados por la ecuación de Orowan, que indica que la disminución de la velocidad de deformación, implica una mayor movilidad de las dislocaciones, lo que se traduce en una disminución del esfuerzo.

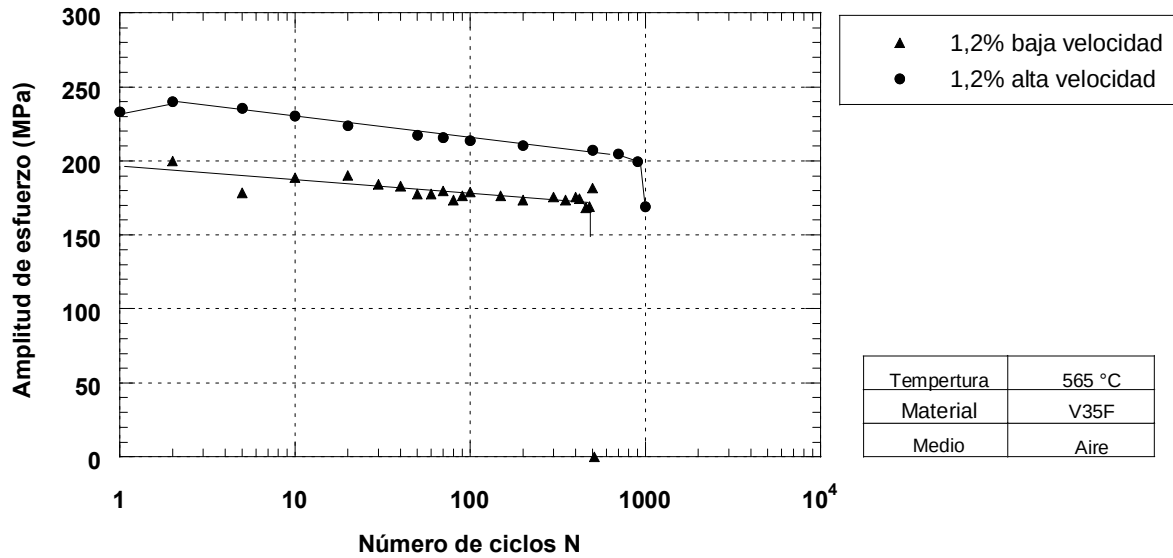


Figura 36. Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del número de ciclos para el material V35F. (Variación de la velocidad del ensayo)

La vida a fatiga se reducirá a la mitad de acuerdo con los resultados de Challenger *et al.* (1981) y Polak *et al.* (1985) , pero el tiempo de exposición se multiplicará por 40 con respecto al ensayo de una velocidad de $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

IV.1.5.- Influencia de la relajación

El efecto de la introducción de un tiempo de relajación en tracción de 600 s sobre el comportamiento mecánico se presenta en la figura 37. En la tabla 11 , los valores de amplitud de esfuerzo, vida a fatiga y tiempo de ensayo t(h) han sido reportadas. El valor de amplitud de esfuerzo para el ensayo con la introducción del tiempo de mantenimiento, corresponde al cálculo de $(\sigma_{\max} + \sigma_{\min})/2$ a la mitad de la vida a fatiga.

Tabla 11. Resultados de los ensayos de fatiga oligociclica (T= 565 °C) del material V35F con y sin tiempo de mantenimiento.

Introducción del tiempo de mantenimiento	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr	t(h)
Sí	217,0	356	59,33
No	207,0	1000	1,67
No	228,5	800	1,33

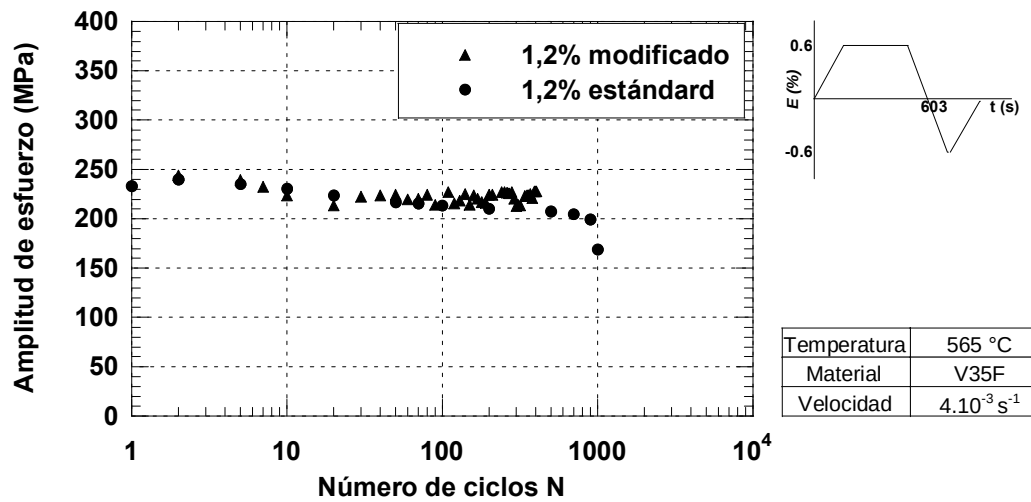


Figura 37. Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del número de ciclos para el material V35F. (Introducción de tiempo de mantenimiento).

La figura 37 compara la evolución del esfuerzo en función del número de ciclos para los dos tipos de ensayos efectuados. La evolución del esfuerzo es idéntica en ambos casos tanto a nivel de la naturaleza de la acomodación que a nivel de los esfuerzos medidos. La introducción del tiempo de mantenimiento se traduce en una disminución del número de ciclos de ruptura pero el tiempo de exposición es 35,5 veces superior al del estándar.

IV.2.- INFLUENCIA DE LA CORROSION A ALTA TEMPERATURA SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA OLIGOCÍCLICA A ALTA TEMPERATURA DEL ACERO ASTM A387 GRADO 22

IV.2.1.- Metodología

Los diferentes resultados obtenidos en ensayos de fatiga oligocíclica en caliente y al vacío sobre los tipos del acero ASTM A387 grado 22 están reunidos en la tabla 12 para el tipo V85F y en la tabla 13 para el acero V35F. En estas tablas, hemos identificado el nivel de deformación total, la vida a fatiga y los valores de amplitud de deformación total ($\Delta\epsilon_t/2$), plástico ($\Delta\epsilon_p/2$), elástica ($\Delta\epsilon_e/2$) y de esfuerzo ($\Delta\sigma/2$) En el ciclo estabilizado (a mediados de la vida a fatiga). Los valores de ($\Delta\epsilon_p/2$) y ($\Delta\epsilon_e/2$) de los ensayos en vacío han sido extrapolados a partir de los ensayos efectuados al aire.

Para cada acero estudiado, se muestran las curvas:

- (a) Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del número de ciclos en escala logarítmica.
- (b) La evolución de la amplitud de esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga en escala lineal.
- (c) La evolución de la variación de la deformación plástica a la mitad de la vida a fatiga en función de la duración de vida (N_r) en escala logarítmica (curvas de Manson-Coffin).

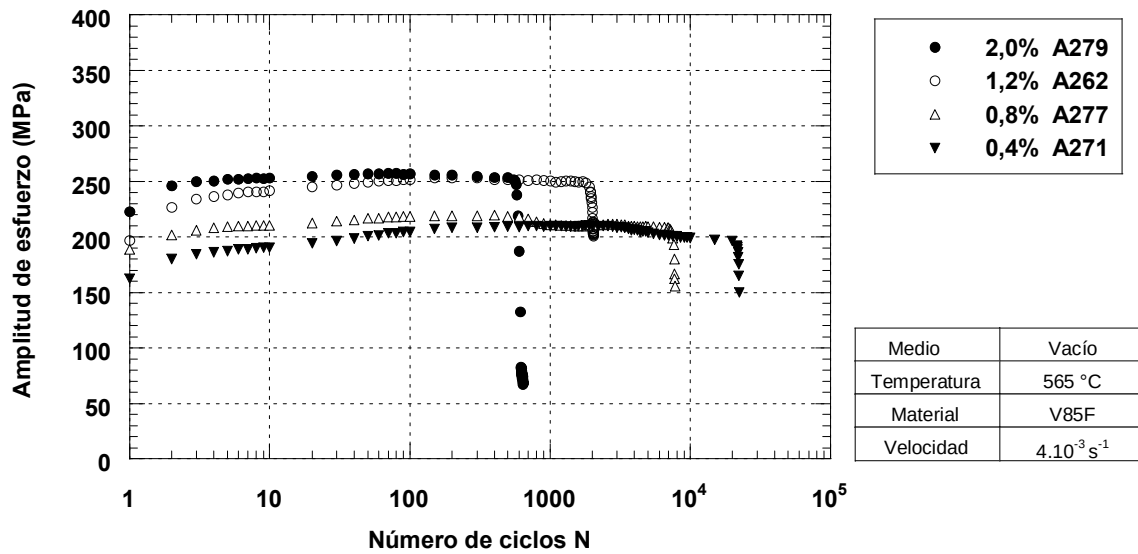
Las observaciones complementarias en microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) sobre la superficie de la parte útil de la probeta y sobre los recortes longitudinales de las probetas han sido realizadas para los dos aceros analizados.

IV.2.2.- Comportamiento bajo vacío de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura mayoritariamente ferrítico.

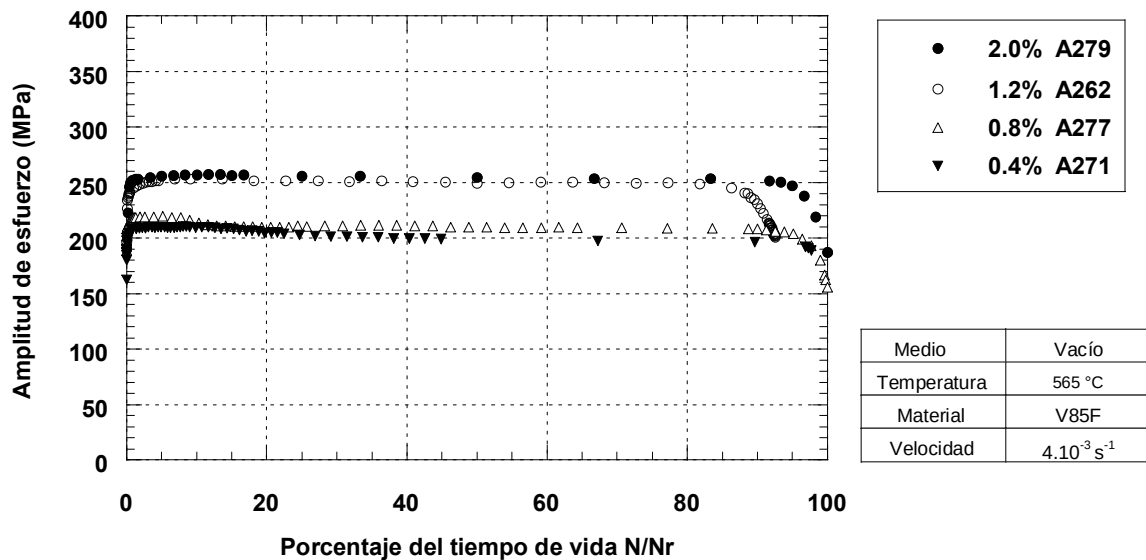
El análisis del acero V85F en fatiga al vacío permite identificar el comportamiento bajo solicitud cíclica de un acero ASTM A387 envejecido, de estructura mayoritariamente ferrítica.

Tabla 12. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C al vacío del acero ASTM A387 tipo V85F

N° ensayo	$\Delta\epsilon_t$(%)	$\Delta\epsilon_{t/2}$ (%)	$\Delta\epsilon_{p/2}$ (%)	$\Delta\epsilon_{e/2}$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr
A271	0,400	0,200	0,119	0,081	199,0	22300
A272	0,400	0,200	0,125	0,075	* * 200,5 *	21300
A267	0,800	0,400	0,320	0,079	212,0	6500
A277	0,800	0,400	0,326	0,074	210,0	7780
A262	1,200	0,600	0,518	0,082	249,5	2200
A263	1,200	0,600	0,510	0,090	247,5	2100
A278	2,000	1,000	0,894	0,106	258,5	600
A279	2,000	1,000	0,896	0,104	255,0	600



(a)



(b)

Figura 38. Acero ASTM A387 tipo V85F

(a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos.

(b) Evolución de la amplitud de esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga

El comportamiento en fatiga a 565 °C y al vacío del acero V85F no difiere de los resultados obtenidos al aire en términos de la evolución de los esfuerzos en función del número de ciclos (Figura 38). Una fase de endurecimiento anterior precede a larga etapa de

estabilización, cuya vida a fatiga varía en función del nivel de deformación. Este período de estabilización se alcanza más rápido cuando la amplitud de deformación es mayor.

La realización de los ensayos al vacío implica, no obstante, diferencias en relación con los ensayos al aire. En efecto, una diferencia significativa aparece a nivel de los períodos de vida a fatiga (Figura 39). Al vacío, los períodos de vidas son 5 veces superiores (tabla 12) si comparamos con los resultados al aire para los bajos niveles de deformación ($\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ y $0,8\%$) y de 3,5 veces para los altos niveles ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ y 2%). Una segunda diferencia se observa con la disminución del esfuerzo que aparece a 90% de la vida a fatiga en los ensayos al vacío en lugar de 75% de la de vida en el caso de los ensayos al aire (Figura.38b). Esto parece indicar una propagación en volumen más rápida bajo vacío que al aire de la grieta principal. Por último, podemos observar una diferencia entre 10 a 30 MPa para los valores de esfuerzos medidos al vacío y las valores medidos en los ensayos al aire, a nivel de deformación idéntico (Figura 40).

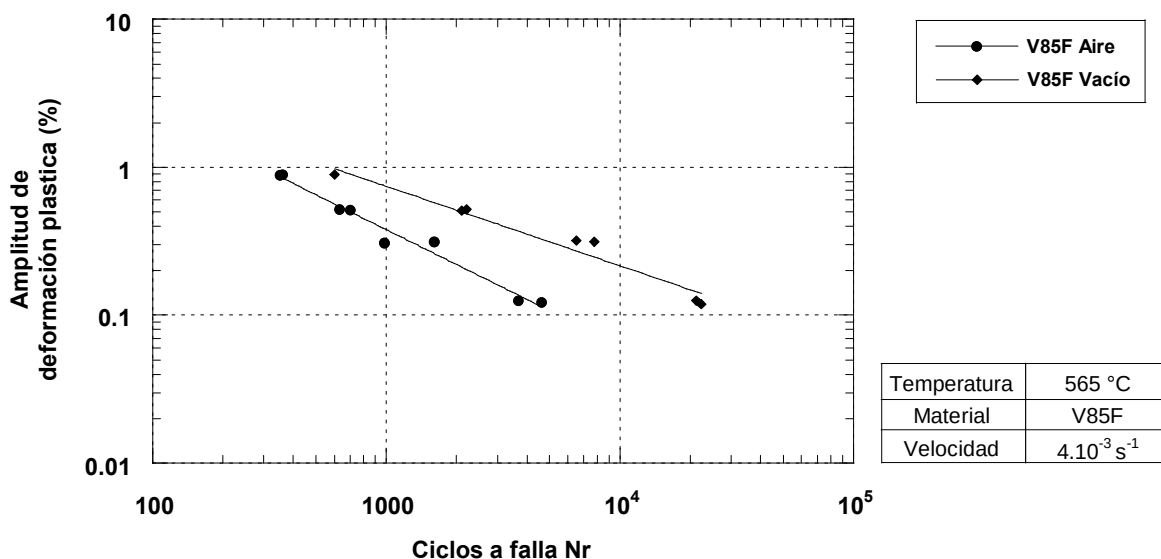


Figura 39. Curva de resistencia a la fatiga para el acero V85F

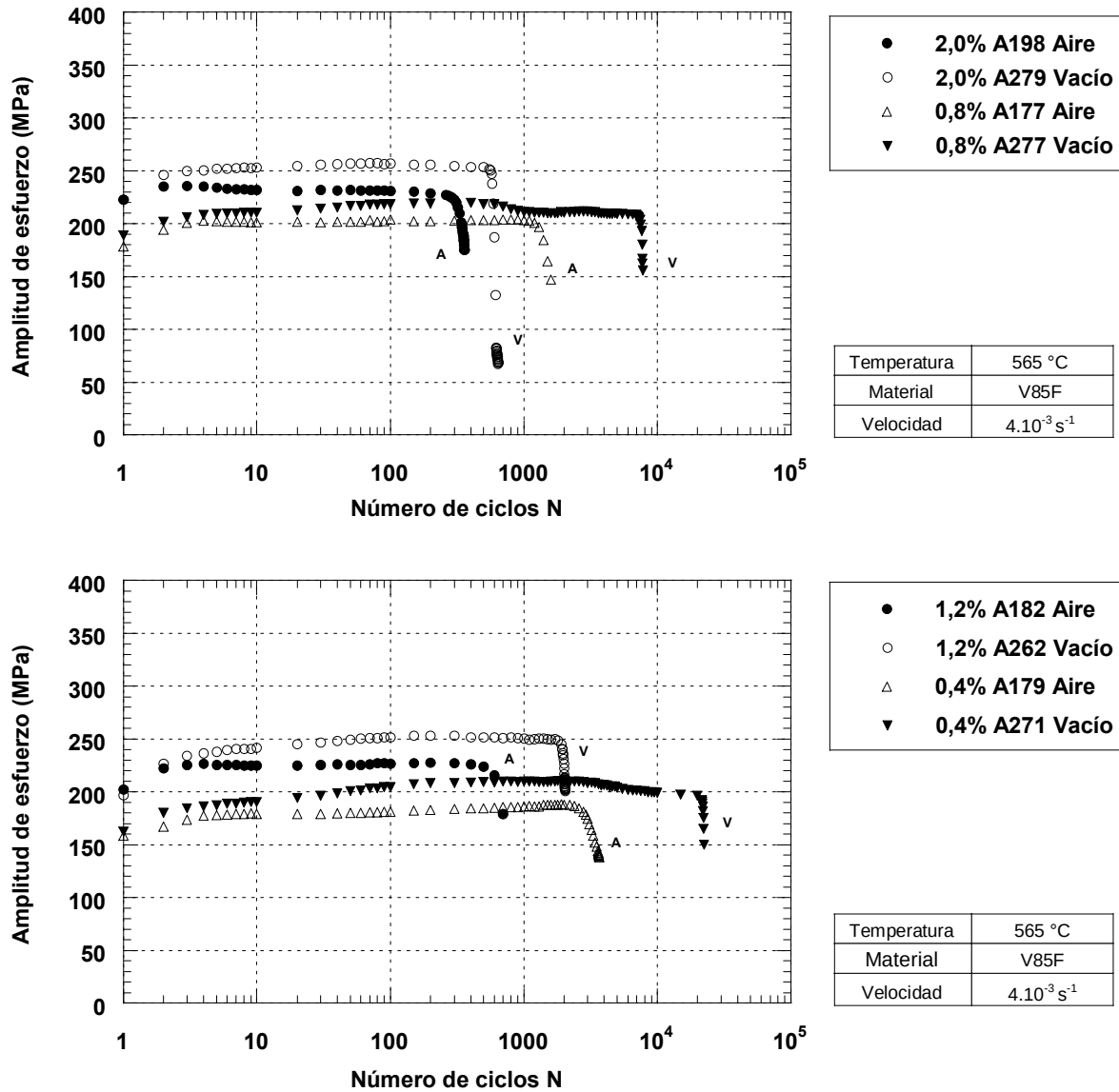
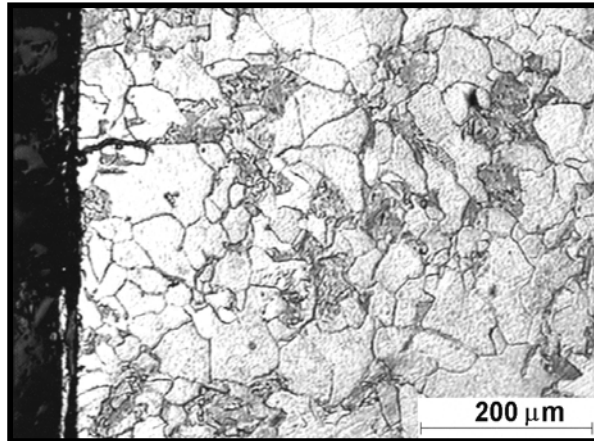


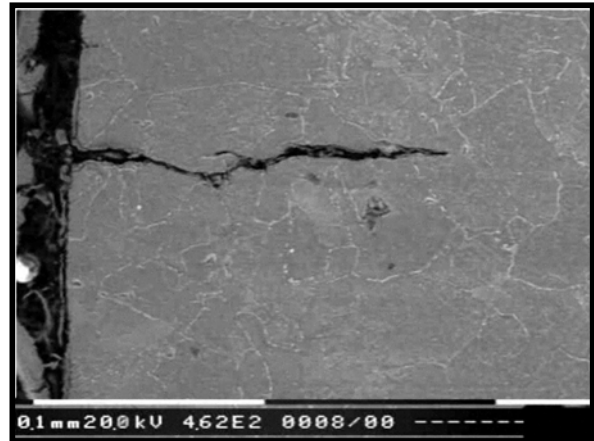
Figura 40. Acero ASTM A387 tipo V85F
Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos al vacío y al aire

Observaciones, en MO y MEB se efectuaron en cortes transversales para muestras ensayadas por fatiga al aire y bajo vacío para dos amplitudes de deformación ($\Delta\epsilon_t = 0,4$ y $1,2\%$). Las probetas fracturadas por fatiga al aire presentan muchas microgrietas iniciadas en la superficie que se propagan hacia el corazón de la probeta (Figura 41). La densidad de grietas es considerablemente mayor para el ensayo llevado a alto nivel que para el caso de bajo nivel de

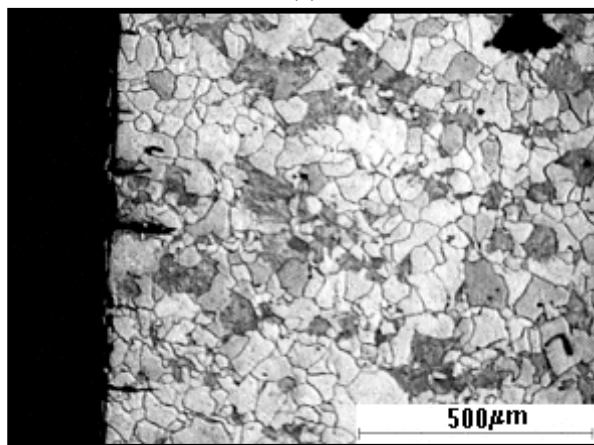
deformación (Figuras 41 a y c). Esas fisuras pueden tener las dimensiones superiores a varios tamaños de grano (Figuras 41 b y d). En el caso de los ensayos efectuados bajo vacío, la presencia de tales grietas resultó prácticamente inexistente. Las pocas microfisuras observadas tenían una dimensión inferior o igual al tamaño de grano del material (figuras 42 a y c).



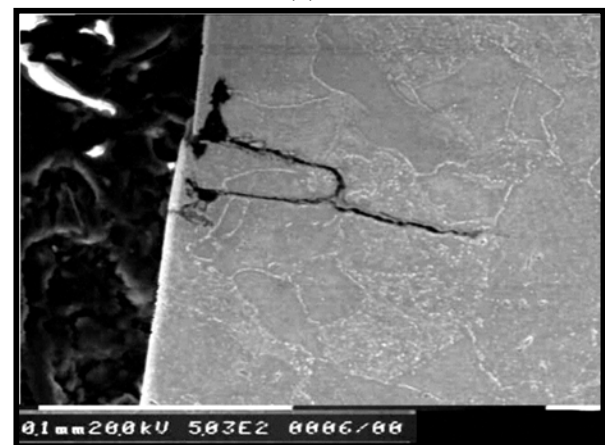
(a)



(b)



(c)

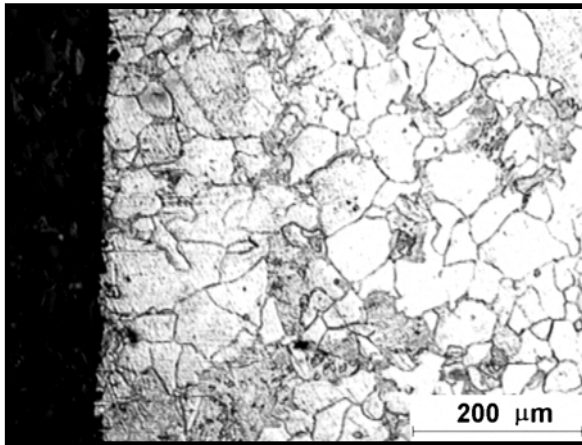


(d)

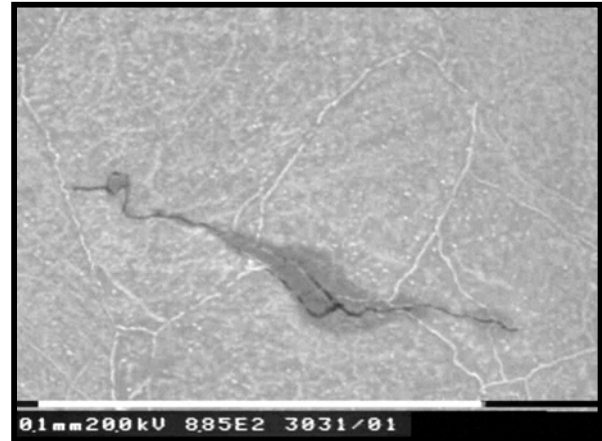
Figura 41. Acero ASTM A387 tipo V85F

(a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al aire $\Delta\epsilon_t=0,4\%$
(c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al aire $\Delta\epsilon_t=1,2\%$

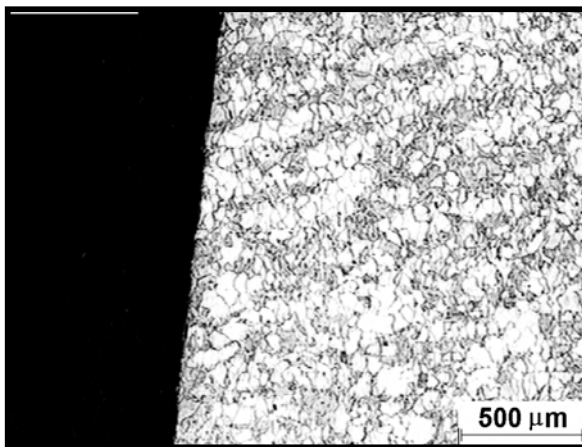
Observaciones en las regiones más alejadas de la superficie revelan la existencia de grietas internas (figuras 42 b y d). Esas fisuras son generalmente asociadas a la presencia de inclusiones o cerca de un límite de grano del material.



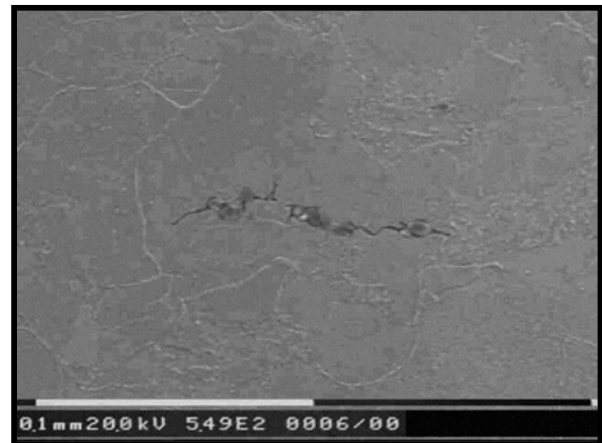
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 42. Acero ASTM A387 tipo V85F

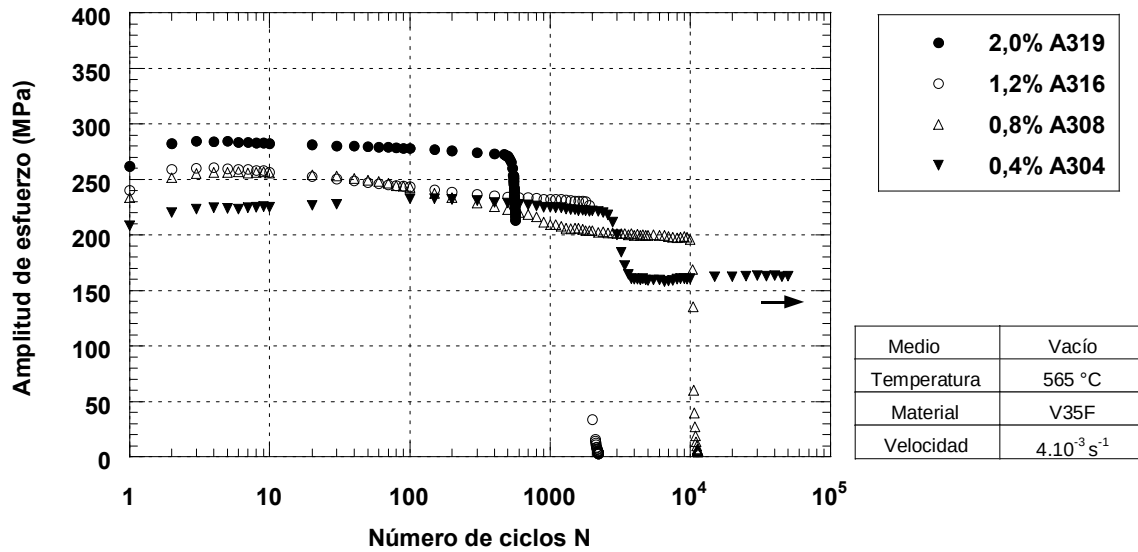
(a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f=0,4\%$ (c),(d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido tras fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f=1,2\%$.

IV.2.3.- Comportamiento bajo vacío de un acero ASTM A387 grado 22 de estructura ferrito-bainítica

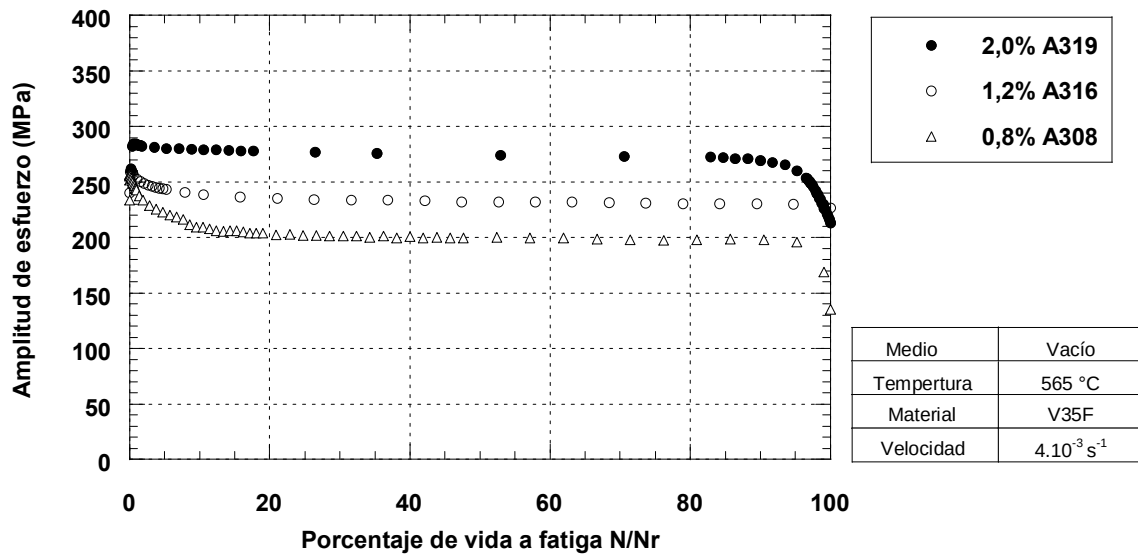
El análisis del acero V35F en fatiga al vacío permitió identificar el comportamiento bajo sollicitud cíclica de un acero ASTM A387 grado 22 envejecido, de estructura ferrito-bainítico.

Tabla 13. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C al vacío del acero A387 tipo V35F

N° ensayo	$\Delta\epsilon_t(\%)$	$\Delta\epsilon_{t/2}(\%)$	$\Delta\epsilon_{p/2}(\%)$	$\Delta\epsilon_{e/2}(\%)$	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr
A304	0,400	0,200	0,110	0,090	163,0	> 50000
A305	0,400	0,200	0,099	0,101	202,0	13000
A307	0,400	0,200	-	-	98,5	> 50000
A308	0,800	0,400	0,315	0,085	200,0	10500
A309	0,800	0,400	0,320	0,080	215,0	4560
A310	0,800	0,400	0,308	0,092	187,0	9600
A311	1,200	0,600	0,510	0,090	219,0	1800
A316	1,200	0,600	0,480	0,120	232,0	1900
A319	2,000	1,000	0,860	0,140	274,0	600
A320	2,000	1,000	0,830	0,170	235,0	707



(a)



(b)

Figura 43. Acero ASTM A387 tipo V85F

(a) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos.

(b) Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del porcentaje de la vida a fatiga

A diferencia del acero V85F, el comportamiento en fatiga en caliente bajo vacío del acero V35F (material bifásico) (figura 43) es diferente si lo comparamos con los ensayos realizados al aire. En efecto, el ablandamiento cíclico observado al comienzo de la reducción de ciclos al aire es mucho más moderado, incluso es inexistente para el ensayo de alto nivel de deformación. En

cambio, para el ensayo realizado a $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, observamos que, más allá de una cierta cantidad de deformación plástica acumulada, el acero V35F presenta un ablandamiento secundario muy importante. En relación con los ensayos realizados al aire, la vida a fatiga al vacío es aproximadamente 6 veces superior para $\Delta\epsilon_t = 0,8\%$ y 2,1 veces para $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ y 2,6 veces para $\Delta\epsilon_t = 2,0\%$. Para los ensayos efectuados a deformación total de $0,4\%$, la vida a fatiga es superior a 50000 ciclos, limite convencional que delimita el ámbito de la fatiga oligocíclica a partir de la cual el ensayo se ha interrumpido (Figura 44).

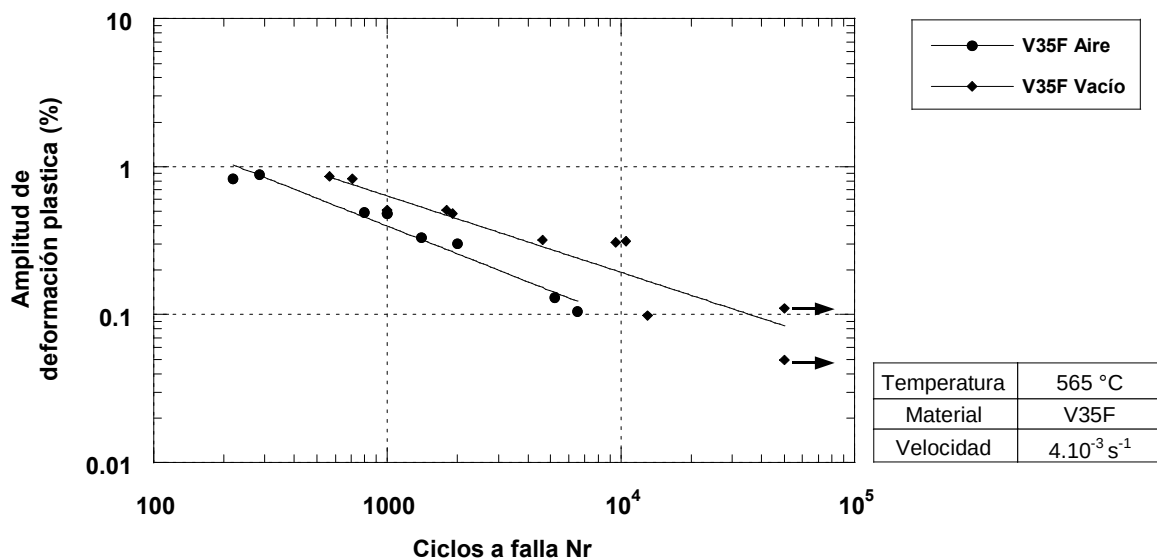


Figura. 44. Curva de resistencia a la fatiga para el acero V35F

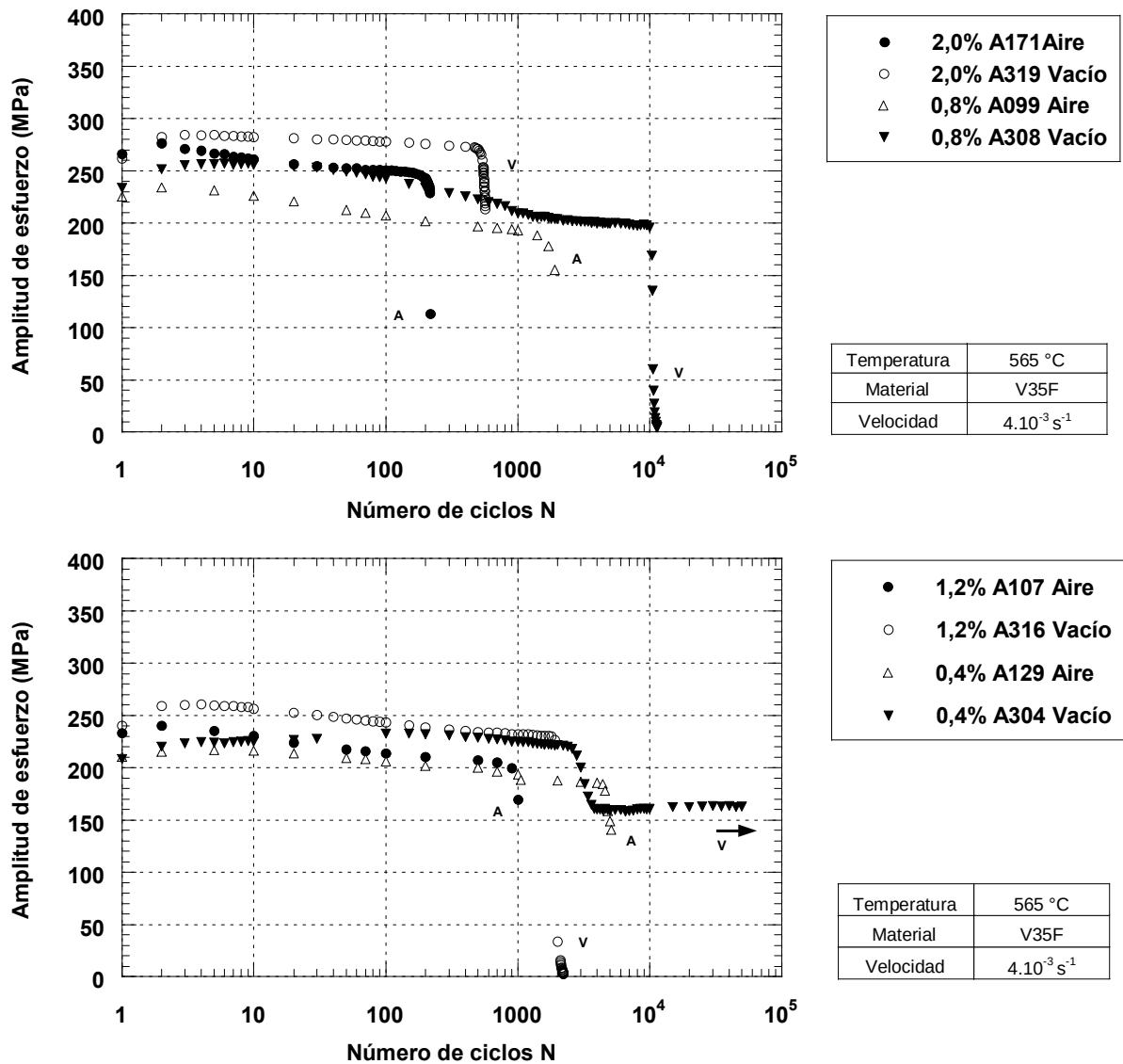
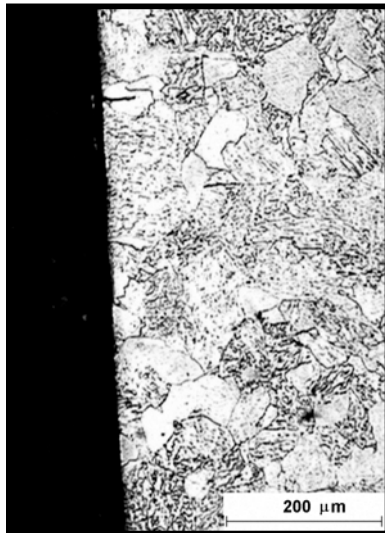


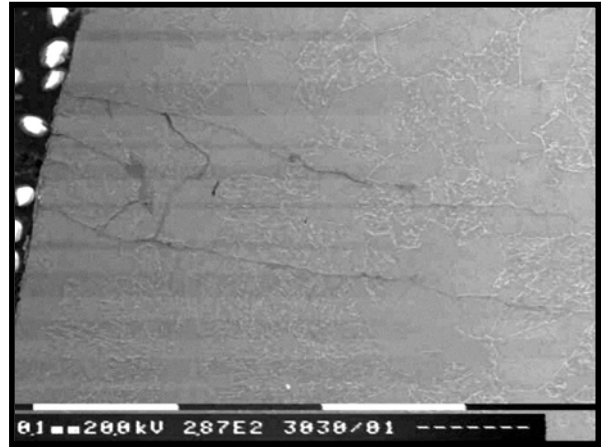
Figura 45. Acero ASTM A387 tipo V35F
Evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos al vacío y al aire

Las observaciones efectuadas en MO (figuras 46a, 46c, 47a, y 47b) y en MEB (figuras 46b, 46d y 47c) muestran que el inicio de la grieta se produce en la superficie de las probetas y que la propagación de las mismas se efectúa hacia el corazón de la geometría, ya sea al aire o al vacío, de manera transgranular sin ninguna preferencia por el tipo de grano. A diferencia del

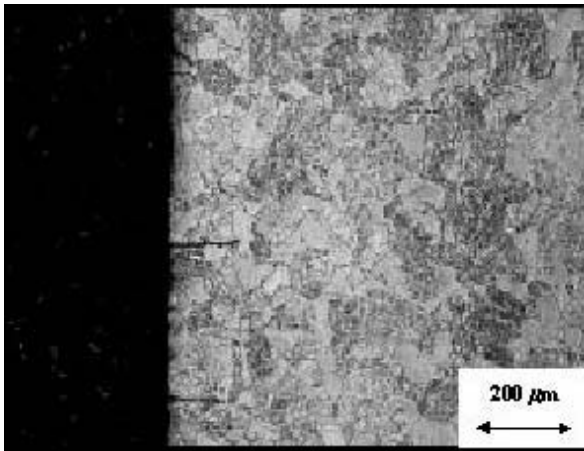
acero V85F, no hemos comprobado la presencia de agrietamiento interno en ningún de los casos analizados.



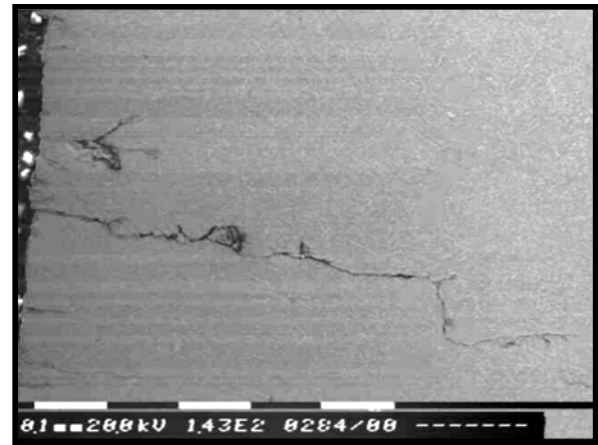
(a)



(b)



(c)



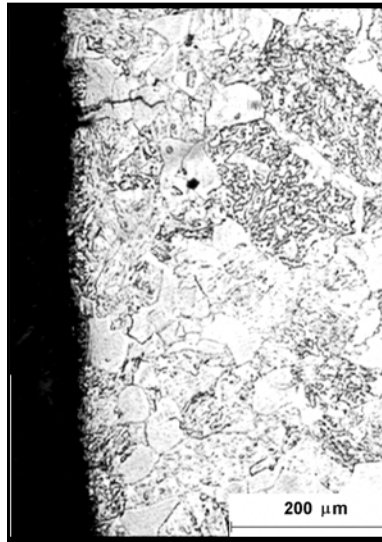
(d)

Figura 46. Acero ASTM A387 tipo V35F

(a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al aire $\Delta\epsilon_f=0,4\%$

(c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al aire

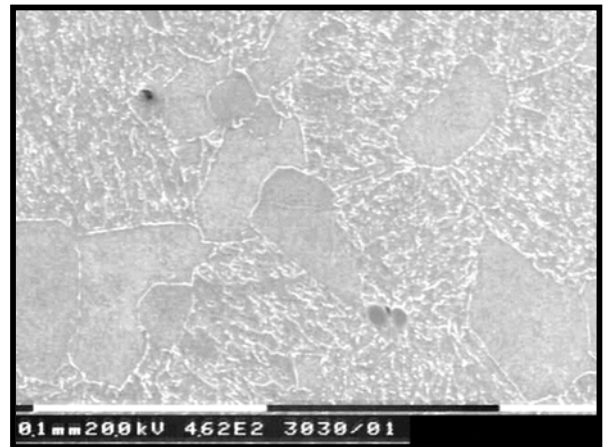
$\Delta\epsilon_f=1,2\%$



(a)



(b)



(c)

Figura 47. Acero ASTM A387 tipo V35F

(a) Fotomicrografía óptica después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f=0,4\%$

(b), (c) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f=1,2\%$

IV.2.4.- Elementos para una discusión

Los ensayos de fatiga oligocíclica efectuados a 565 °C al vacío sobre el acero ASTM A387 grado 22 tipo V85F y V35F respectivamente han permitido poner en relieve dos hechos notables comparando el comportamiento de estos materiales ensayados al aire:

- Los tiempos de vida claramente más elevados al vacío
- Los valores de limitaciones cíclicas más elevadas al vacío

El hecho de que los valores de esfuerzo sean más bajos en los ensayos realizados al aire comparados con los de vacío no puede explicarse como un cálculo erróneo que no toma en cuenta la capa de óxido que se forma en el ensayo. En efecto, la consideración de la presencia de la capa de óxido producto del mecanismo de corrosión en el cálculo del esfuerzo no haría más que aumentar la diferencia. Además, el espesor de estas capas es muy baja. Esta singularidad ya se ha observado en otros metales (Grinberg, 1982; Mendez, 1999 y Verkin y Grinberg, 1979) sometidos a cargas cíclica y uniaxial, la cual es atribuida generalmente a una plasticidad mucho menos localizada en comparación con los ensayos al aire. Wang, Mugharabi, McGovern y Rapp (1984) han observado en monocristales de cobre que la formación de bandas persistentes de deslizamiento es más densa y uniforme al vacío que al aire. Ellos concluyen que el grado de la localización de la deformación en las bandas persistentes de deslizamiento es reducida al vacío. Abduluyaed y Kurzydłowsky (1998) observan en los ensayos de tracción uniaxial efectuados a 673 K al vacío en un acero inoxidable austenítico Z2CND18.12, un aumento de aproximadamente del 15% del límite de elasticidad con respecto a los ensayos llevados a cabo al aire. Esta diferencia se explica por un efecto de ablandamiento de la superficie controlada por el medio ambiente, superficie que posee concentradores de esfuerzo en sitios en donde el óxido es agrietado o en los límites de los granos. En nuestro caso (figuras 38a y 43a), en el primer ciclo de sollicitación, los valores de esfuerzo son similares para todos los entornos combinados, y sólo a partir de una cierta cantidad de deformación plástica acumulada el efecto se manifiesta. Al aire, la presencia de una capa de óxido aumenta en un primer tiempo la densidad de dislocaciones en la superficie favoreciendo así una acomodación localizada de la deformación. Además, el óxido

frágil facilita los concentradores de esfuerzo en la superficie y permite el inicio de grietas muy cortas, consumiendo así una parte de la energía y reduciendo la activación de fuentes de dislocaciones. La localización de la deformación cerca de la superficie produce un ablandamiento que puede influir significativamente en el esfuerzo macroscópico de las probetas deformadas.

Al vacío, el mecanismo se ha invertido, las dislocaciones pueden escapar al exterior, el número de fuentes de dislocaciones aumenta y producen una distribución más homogénea de la deformación, repartida en un volumen mayor. La densidad de dislocaciones al vacío es mucho más importante que al aire lo que conduce a un endurecimiento más pronunciado y la energía consumida en los primeros ciclos se concentra mayoritariamente en el fenómeno de creación y de movimiento de las dislocaciones.

Los resultados de nuestro estudio ponen claramente de manifiesto el papel de la presencia o ausencia de una capa de óxido sobre los mecanismos de daño por fatiga. Evidentemente, la iniciación de una grieta por fatiga se produce en zonas donde reside la concentración de esfuerzos. Nuestros análisis indican que estos concentradores pueden encontrarse en la superficie del material de manera convencional, pero también en el volumen. Los sitios potenciales de arranque de una fisura en la superficie son en general las zonas donde la concentración de esfuerzos se forma por plasticidad cíclica: pie de la extrusión, intrusión, macla y límite de grano. La presencia de una capa oxidada puede acelerar la formación de una microgrieta en la superficie y reducir la vida a fatiga. Las fisuras iniciadas en los ensayos de fatiga al aire pueden derivarse de la concentración de esfuerzos, inducida por la evolución del

relieve de la superficie consecutivo a la aparición de bandas de deslizamiento o por la presencia de la capa de óxido que se forma al curso de la sollicitación de ciclos de esfuerzo.

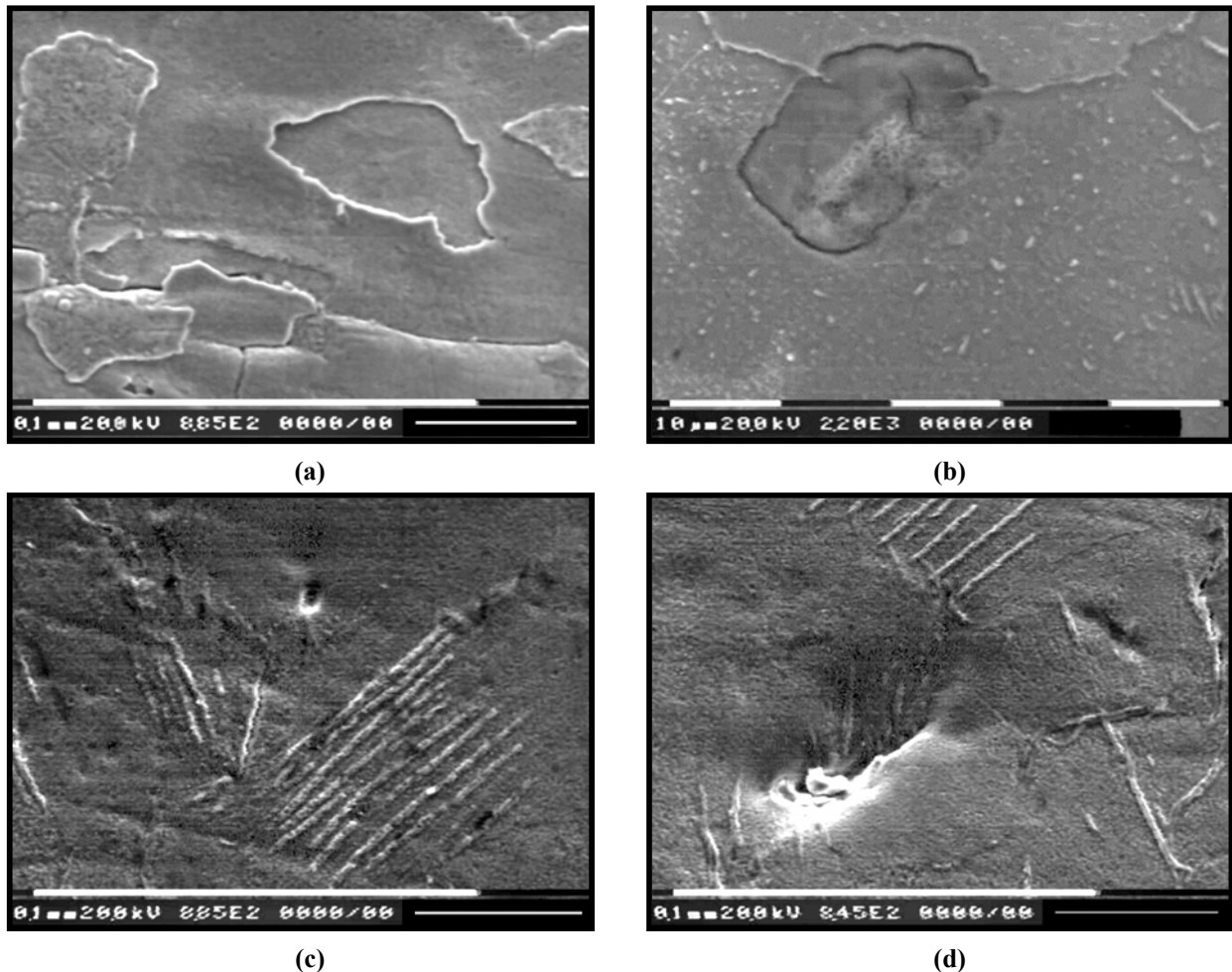


Figura 48. Fotomicrografías MEB del acero ASTM A387 tipo V85F
 (a) Superficie después de fatiga al aire $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$,
 (b) Sección longitudinal después de fatiga a vacío $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$
 (c) y (d) Superficie después de 15865 ciclos de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$

Las figuras 48 (a, b, c, d) ponen de manifiesto las diferencias de topografía en la superficie de las probetas del acero V85F. Detrás de la capa de óxido de las probetas cicladas al aire (figura 48a), las extrusiones son menos numerosas que en la superficie de probetas cicladas al vacío (Figuras 48 c y d). Por otra parte (figuras 48b y 48d) cabe señalar la existencia de una segunda fase intermetálica en volumen y en la superficie que tiene un impacto probable sobre los

daños por fatiga. En algunas de las probetas, fue posible poner al descubierto el material por la retirada de la capa de óxido.

Por último, la microestructura del acero V35F parece más favorable que la del acero V85F desde el punto de vista de las propiedades de fatiga oligocíclica a 565 °C y al vacío. A bajos niveles de deformación, la influencia de la bainita se traduce en una neta mejora de la vida en fatiga al vacío. Por otra parte, los niveles de esfuerzo para el acero V35F son más elevados que los del acero V85F cualquiera que sea el nivel de deformación aplicado bajo vacío y al aire.

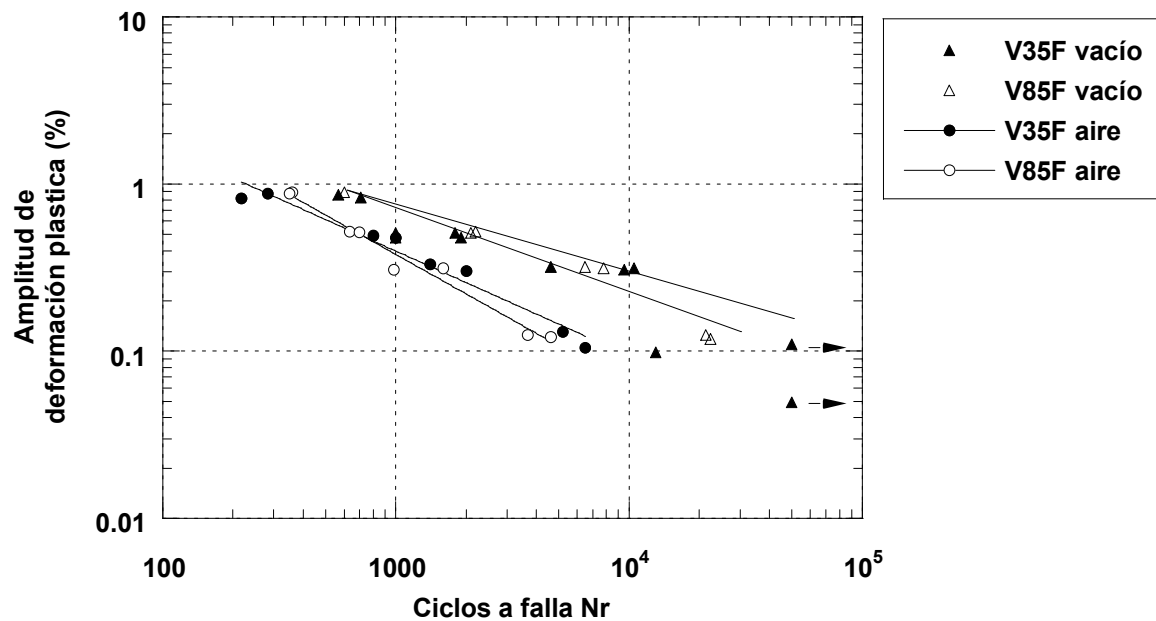


Figura 49. Curva de resistencia a la fatiga del acero ASTM A387 tipos V35F y V85F bajo vacío y al aire

IV.3.- CARACTERIZACIÓN DE LAS CAPAS DE ÓXIDO FORMADAS EN CURSO DE REDUCCIÓN DE CICLOS

Puesto que la formación de óxidos provoca una evolución de la microestructura de los aceros ensayados a alta temperatura, una descripción de la evolución es propuesta. La figura 50 muestra el espectro de difracción de rayos X de la capa de óxido que se desprende al finalizar el ensayo de fatiga en caliente y a aire del acero tipo V85F. La identificación del diagrama muestra que los óxidos presentes han sido identificados como: Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , CrO_2 y MoO_2 .

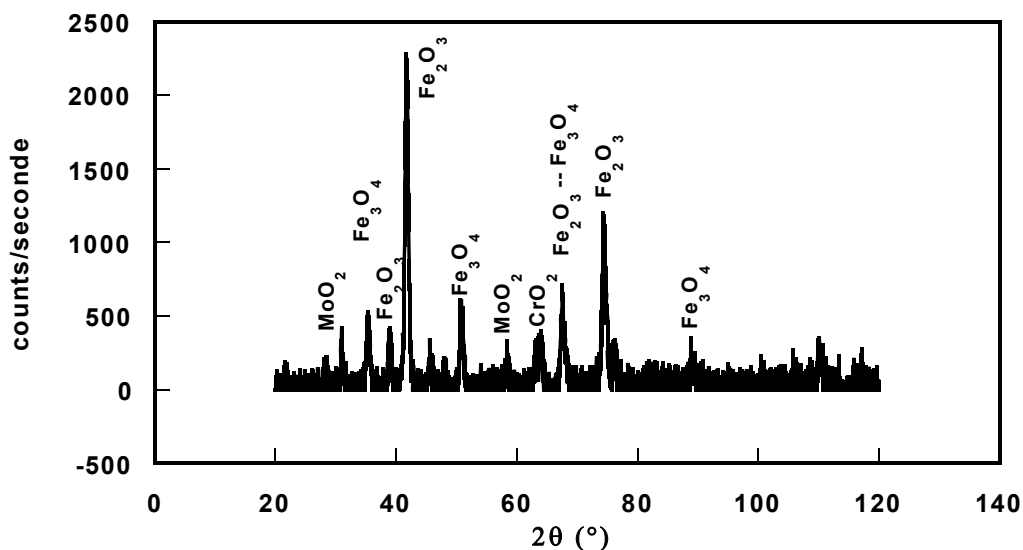
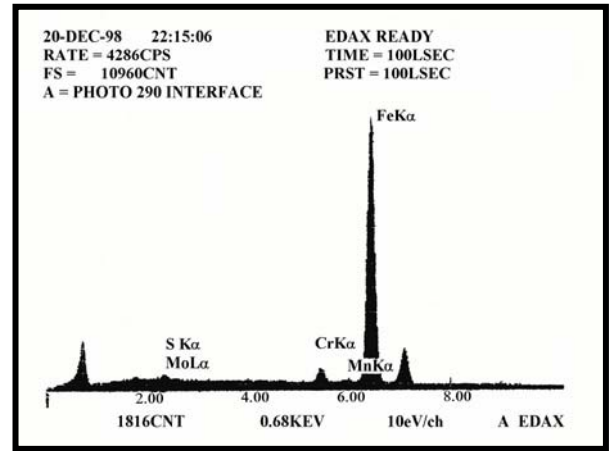
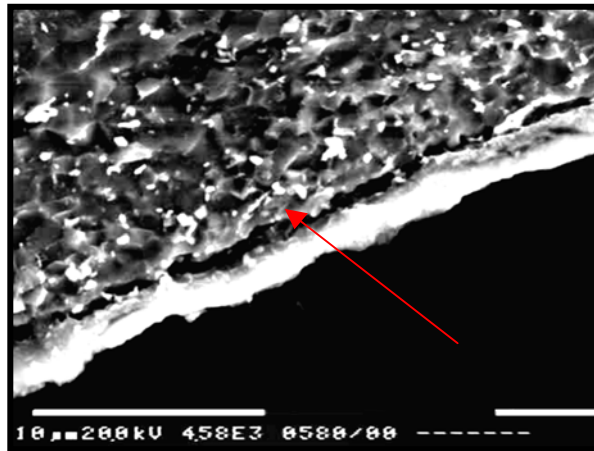


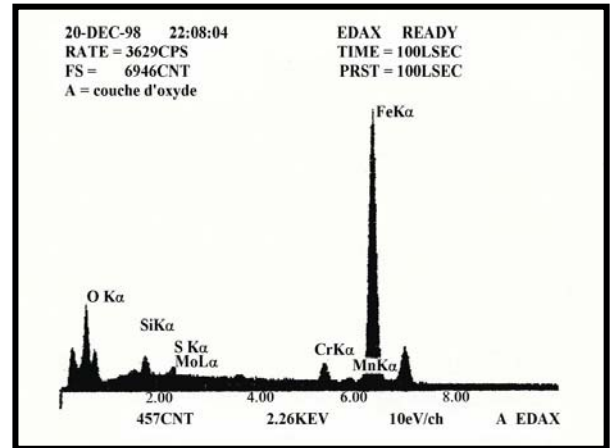
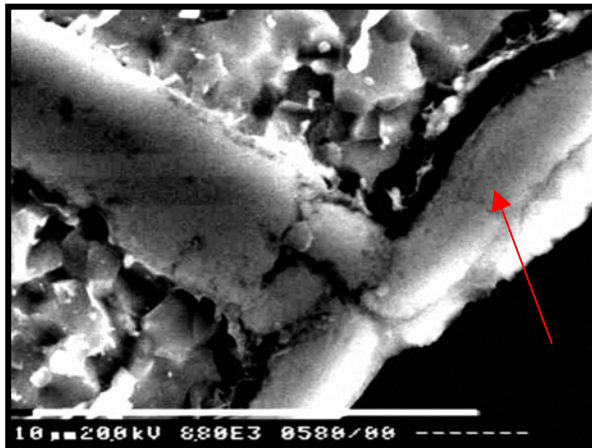
Figura 50. Espectro de difracción de rayos-X de los óxidos formados en caliente en el acero ASTM A387

Se ha realizado un análisis por espectrometría EDX (Figuras 51 a, b y c) sobre la capa adherente entre la aleación y el óxido formado, así como también en la capa de óxido y en la punta de la grieta para el material V35F. Éstas muestran que la capa adherente está constituida mayoritariamente por óxidos de hierro. El defecto intermetálico observado en el acero V85F

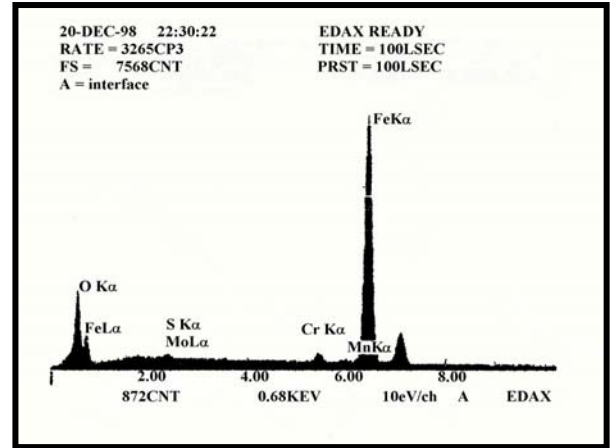
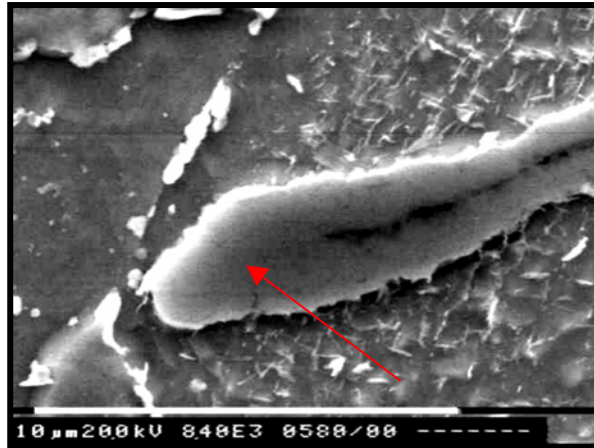
(Figura 51c) ha sido identificado como un sulfuro de manganeso formado presumiblemente durante la conformación del acero



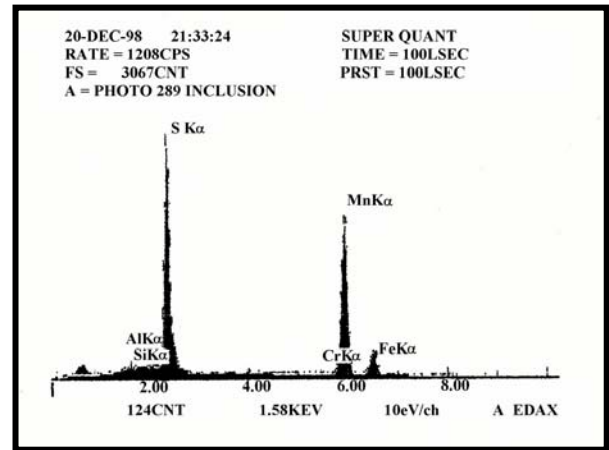
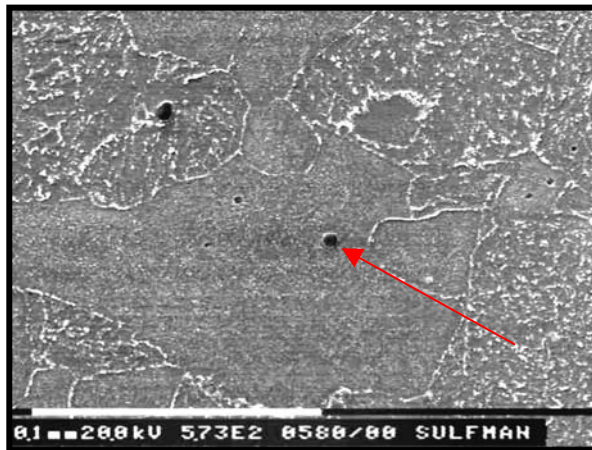
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 51. Fotomicrografías MEB en modo de electrones secundarios y espectros EDX del acero ASTM A387 tipo V35F después de la ruptura por fatiga al aire (a) capa adherente entre la aleación y la capa de óxido, (b) capa de óxido (c) capa de óxido en el fondo de la grieta (d) inclusión

Los espesores de la capa de óxido formada en la superficie de las probetas de los aceros V85F y V35F han sido medidos a diferentes fracciones de la vida a fatiga para observar los cambios de espesor posibles debidos a la introducción de los ciclos de deformación (Tablas 14 y 15).

Tabla 14. Espesores de las capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V85F.

Fatiga al aire (a) $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, (b) $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$

Ensayo ($\Delta\epsilon_t = 0,4\%$)	% de vida a fatiga	espesor medio (μm)	espesor máximo (μm)
A293	25%	1,615	-
A289	50%	1,126	-
A302	75%	2,26	3,33
A268	100%	1,82	-

(a)

Ensayo ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$)	% de vida a fatiga	espesor medio (μm)	espesor máximo (μm)
A295	25%	2,29	-
A265	50%	1,33	-
A264	75%	3,87	3,87
A281	100%	2,57	3,88

(b)

Tabla 15. Espesores de las capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V35F. Fatiga al aire (a) $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, (b) $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$

Ensayo ($\Delta\epsilon_t = 0,4\%$)	% de vida a fatiga	espesor medio (μm)	espesor máximo (μm)
A341	25%	1,26	-
A335	50%	1,27	-
A338	75%	4,61	4,61
A303	100%	3,22	4,35

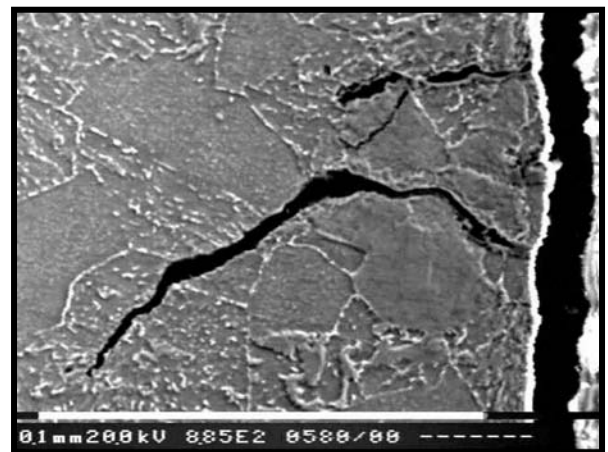
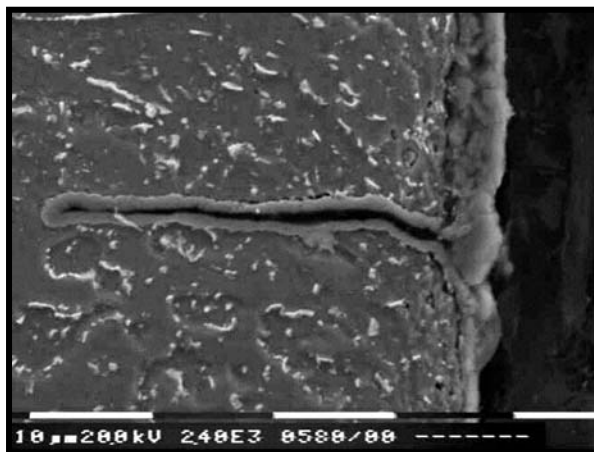
(a)

Ensayo ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$)	% de vida a fatiga	espesor medio (μm)	espesor máximo (μm)
A325	25%	2,72	8,14
A324	50%	2,37	3,05
A323	75%	1,68	3,92
A321	100%	3,46	-

(b)

En las Tablas 14 y 15 observamos en promedio, que el espesor de la capa de óxido evoluciona poco entre 25 y 50% de la vida a fatiga. Por el contrario, a partir del 50% de la vida, el espesor de esta capa aumenta y se duplica. Se nota asimismo que las capas más finas son observadas para los ensayos a $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, aunque en este nivel de deformación, el tiempo de exposición es más largo. Se contempla también un aumento del espesor de alrededor del 75% de la vida a fatiga seguida de una reducción a la ruptura. La propagación de una grieta principal al final del ensayo producto de las deformaciones importantes en la superficie de la probeta provoca un desprendimiento parcial de la capa.

Las figuras 52a y 52b muestran una microgrieta de un centenar de micrómetros aproximadamente formada en una probeta ciclada al aire y al vacío. Podemos observar que esta capa de óxido abarca las superficies libres (labio) de la fisura e impide a que se unan (suelden).



(a) (b)
Figura 52. Fotomicrografías MEB de una microgrieta formada en el acero
ASTM A 387 tipo V35F
(a) después de 650 ciclos de fatiga al aire $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$,
(b) después de 1800 ciclos de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$

Al vacío (figura 52b), la ausencia de átomos de oxígeno en el sistema se traduce en un retraso en la iniciación de las grietas. Estas fisuras se propagan ciertamente más lentamente gracias a la adherencia de los labios de la grieta. En presencia de superficies de la fisura oxidadas, el fondo de la misma puede tener una distribución de esfuerzos mucho más compleja a causa de las irregularidades y variaciones del espesor del óxido.

IV.4.- INFLUENCIA DE LA CAPA DE ÓXIDO SOBRE LA FATIGA OLIGOCÍCLICA BAJO VACÍO DE ACEROS ASTM A 387 GRADO 22

La presencia de un revestimiento sobre un sustrato es conocida por afectar la resistencia a la fatiga. En nuestro caso, el revestimiento – la capa de óxido – se forma progresivamente durante la fatiga. Las reducciones de vida son el resultado de un efecto mecánico mantenido por un proceso de oxidación. Estamos tratando, en esta parte del trabajo, extraer la contribución mecánica a nuestro análisis, formando una capa de óxido antes del ensayo de fatiga. Para ello, las probetas han sido expuestas durante un tiempo de oxidación equivalente a la duración de la vida a fatiga de los ensayos realizados a $\Delta\epsilon_t = 0,4$ y $1,2\%$ al aire y a $565\text{ }^{\circ}\text{C}$ sobre los aceros tipo V85F y V35F.

Tabla 16. Tiempo de oxidación y Espesores de capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V85F

Ensayo	tiempo de oxidación	espesor medio (μm)	espesor máximo (μm)
$\Delta\epsilon_t = 0,4\%$	2h 18'	2,10	-
$\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	1h 07'	2,20	2,50

Tabla 17. Tiempo de oxidación y Espesores de capas de óxido formadas en el acero ASTM A387 tipo V35F

Ensayo	tiempo de oxidación	espesor medio (μm)	espesor máximo (μm)
$\Delta\epsilon_t = 0,4\%$	3h 15'	2,70	2,80
$\Delta\epsilon_t = 1,2\%$	1h 30'	2,40	2,50

IV.4.1.- Comportamiento del acero V85F preoxidado

Los resultados de los ensayos efectuados al vacío a 565°C sobre el acero tipo V85F préoxidado se muestran en la tabla 18 y comparados con los ensayos al vacío y al aire no preoxidado (Figura 26).

Tabla 18. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C al vacío del acero ASTM A387 tipo V85F preoxidado.

N° ensayo	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_{t/2}$ (%)	$\Delta\epsilon_{p/2}$ (%)	$\Delta\epsilon_{e/2}$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr
A330	0,400	0,200	0,125	0,075	216,0	10660
A333	0,400	0,200	-	-	190,0	13500
A339	1,200	0,600	0,523	0,077	249,0	1300
A340	1,200	0,600	-	-	243,5	1600

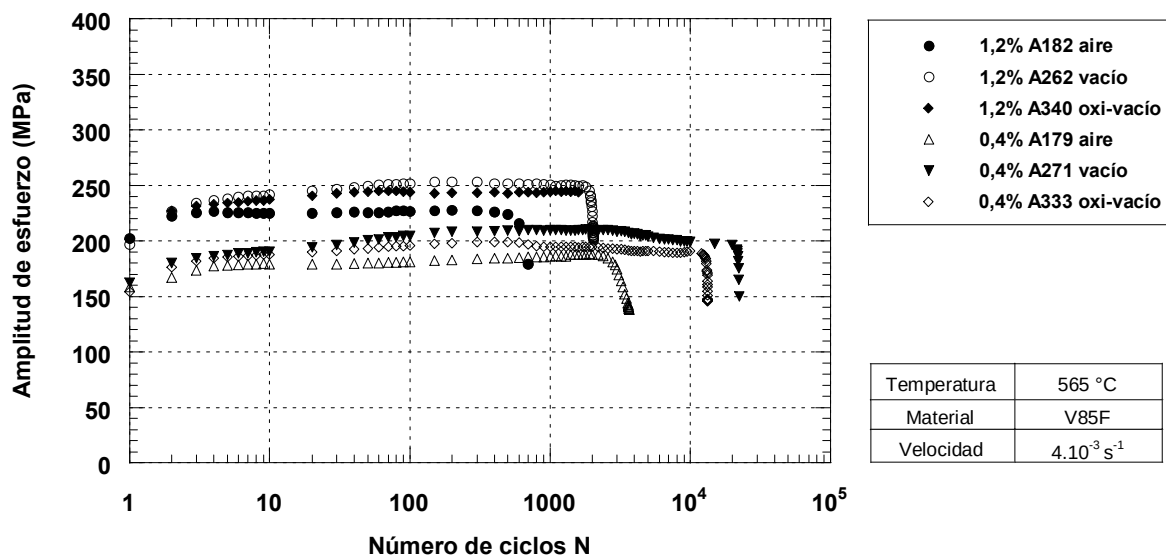


Figura 53. Evolución del esfuerzo en función del número de ciclos N al aire y al vacío del acero ASTM A387 tipo V85F preoxidado o no

La evolución de la amplitud del esfuerzo en función del número de ciclos N registrada en las probetas preoxidadas y luego ensayadas al vacío es similar a la de las probetas no preoxidadas probadas al vacío. Como fue comentado anteriormente, realizar ensayos de fatiga con amplitud de deformación controlada al vacío presenta valores de esfuerzo superiores a las necesarias para los ensayos "al aire", incluso si la superficie de la probeta posee una capa de óxido adherente. La vida a fatiga de las probetas preoxidadas el vacío son superiores a las observadas a los ensayos al aire con un incremento de 2.9 veces para $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ y de 2,2 veces para $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$. Al vacío, la presencia de una capa de óxido reduce la duración de vida de 1,8 veces para $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ y de 1,5 veces para $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ con respecto a los ensayos bajo vacío sin capa de óxido formada.

Las observaciones efectuadas en MO y MEB, muestran que a bajo nivel de deformación ($\Delta\epsilon_t = 0,4\%$) al vacío, la iniciación de las grietas en las probetas preoxidadas prácticamente es

similar a las observadas en las probetas no preoxidadas bajo vacío. Si bien se observa algunas pocas microgrietas iniciadas en la superficie (figura 54a), el origen del daño del material es el resultado de una fisura iniciada cerca de un defecto interno (figura 54b). Por el contrario, para el caso $\Delta\epsilon_f = 1,2\%$, la iniciación de las grietas se efectuará en la superficie de las probetas y la propagación se produce hacia el corazón de la misma (figuras 54 c y d), similar a lo observado para las pruebas realizadas al aire.

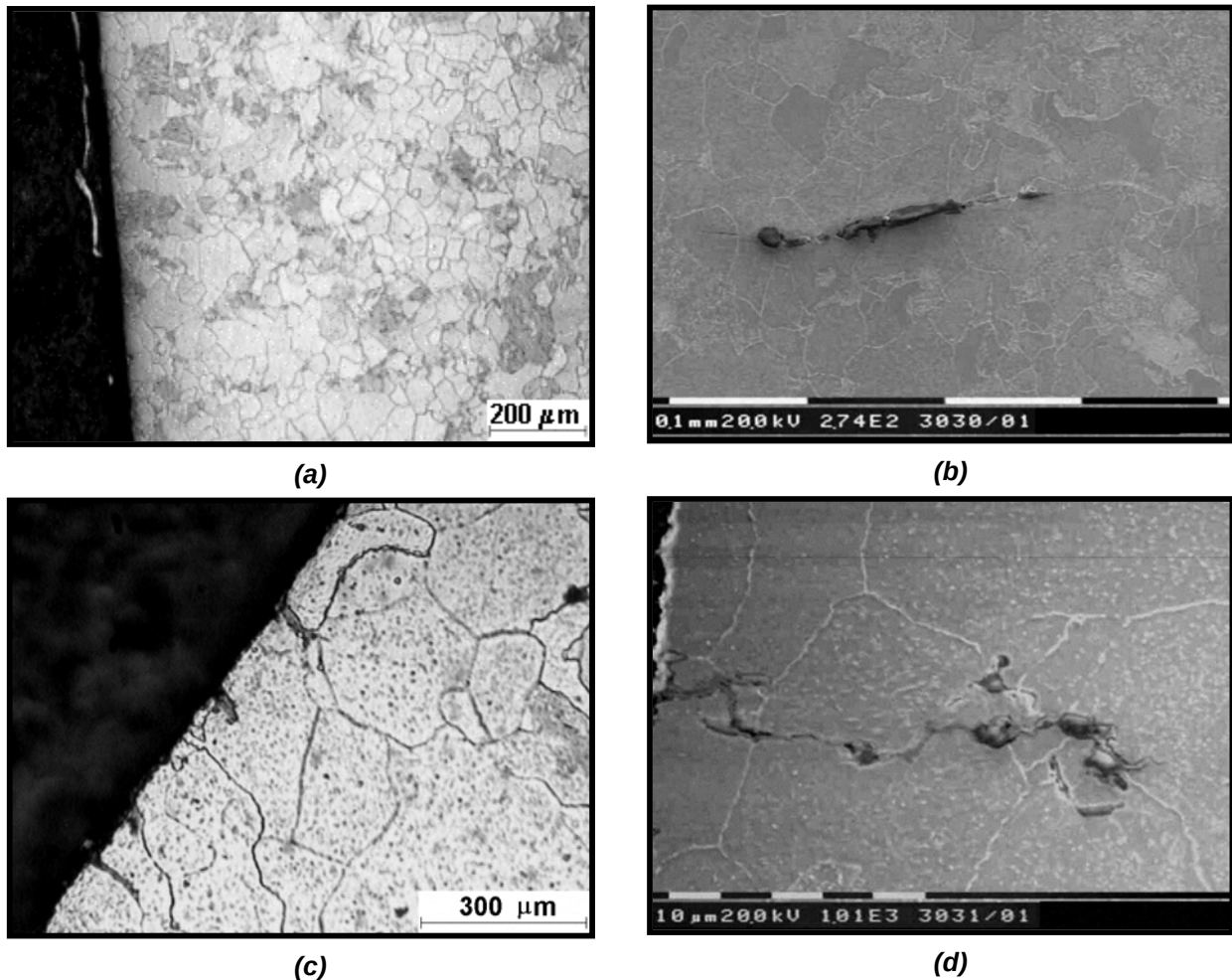


Figura 54. Acero ASTM A387 tipo V85F preoxidada

(a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f = 0,4\%$
(c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f = 1,2\%$

IV.4.2.- Comportamiento del acero V35F preoxidado

Los resultados de los ensayos efectuados en vacío a 565°C sobre el acero V35F preoxidado se muestran en tabla 19 y son comparados con los ensayos realizados al vacío (figura 55).

Tabla 19. Resultados de los ensayos de fatiga oligocíclica a T=565 °C al vacío del acero ASTM A387 tipo V35F preoxidado.

N° ensayo	$\Delta\epsilon_t(\%)$	$\Delta\epsilon_{t/2}(\%)$	$\Delta\epsilon_{p/2}(\%)$	$\Delta\epsilon_{e/2}(\%)$	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Nr
A318	0,400	0,200	0,125	0,075	205,0	11100
A333	0,400	0,200	-	-	199,0	18730
A339	1,200	0,600	0,523	0,077	246,5	1620
A340	1,200	0,600	-	-	246,0	1270

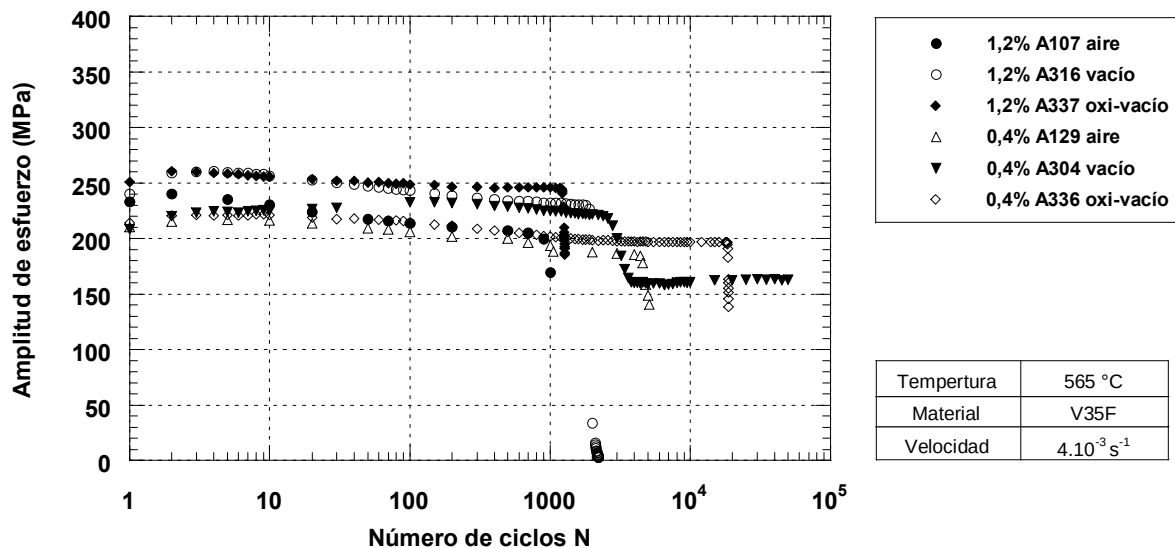
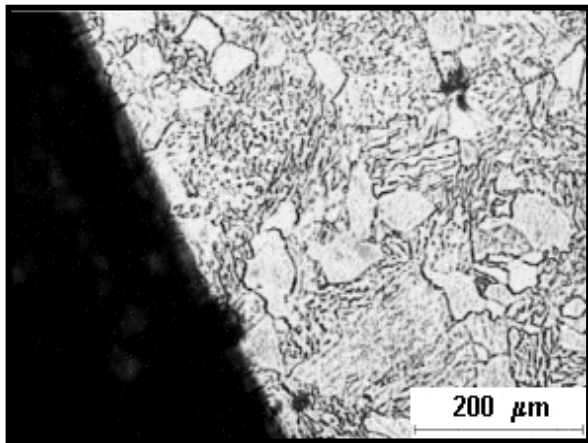


Figura 55. Evolución del esfuerzo en función del número de ciclos N al aire y al vacío del acero ASTM A387 tipo V35F preoxidado o no

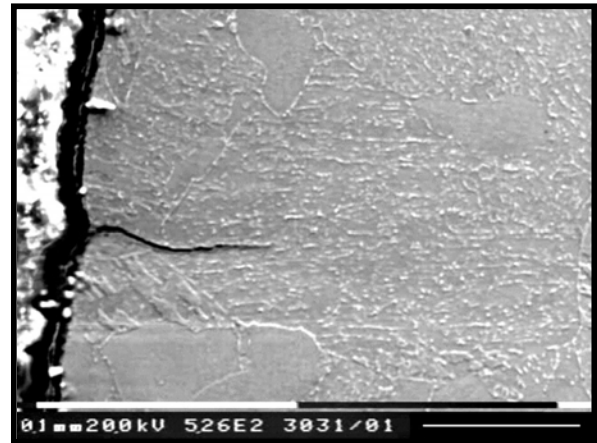
La figura 55 muestra dos comportamientos distintos según el nivel de deformación aplicada. Para los ensayos realizados a $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, la evolución de la amplitud del esfuerzo

durante el ensayo es similar cuando el acero es preoxidado y luego sometido a ciclos de deformación al vacío, o no preoxidado y ensayado al aire. Sólo la duración de la vida a fatiga es modificada; sea 2,5 veces superior en vacío que al aire. Por el contrario, para $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$, los comportamientos del acero preoxidado o no en fatiga en vacío son poco diferentes en comparación con el observado al aire. La duración de vida es 1,6 veces superior en el vacío que al aire.

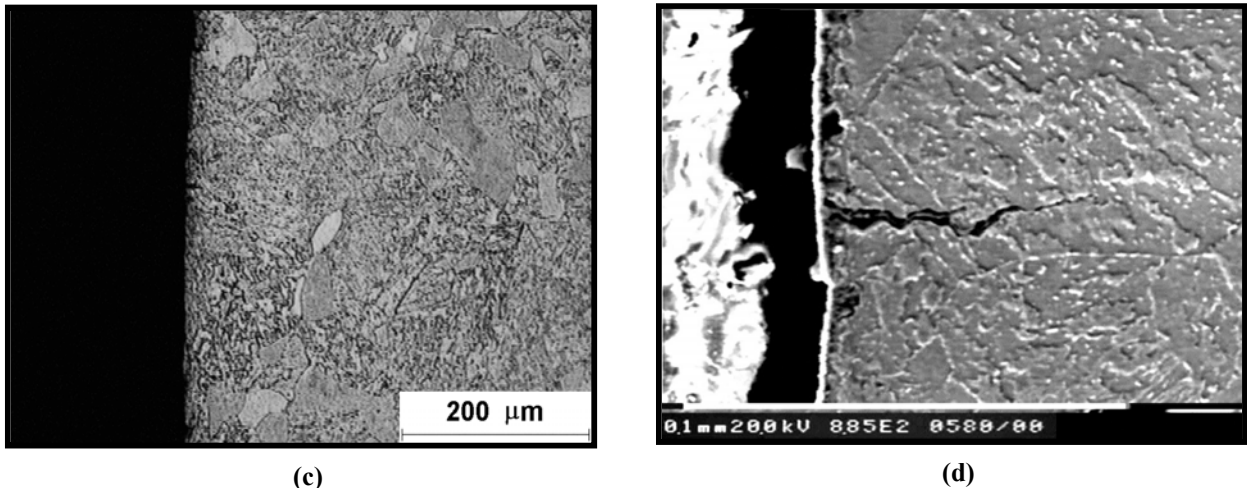
Las fotomicrografías de la figura 56 presentan las densidades de grietas formadas sobre las probetas preoxidadas. No hemos observado diferencias importantes entre los dos niveles de deformación analizados. Esto difiere en cambio de ensayos al aire a $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$, el número de microfisuras es superior al de la prueba a $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$. Estas observaciones demuestran claramente que la capa de óxido es una fuente de microgrietas cuya actividad es, en parte, controlada por un parámetro mecánico y de otra parte por un parámetro químico.



(a)



(b)



(c) (d)
Figura 56. Acero ASTM A387 tipo V35F preoxidado

(a), (b) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f = 0,4\%$
 (c), (d) Fotomicrografías óptica y electrónica de barrido después de fatiga al vacío $\Delta\epsilon_f = 1,2\%$

El análisis del comportamiento en fatiga oligocíclica al vacío de las piezas de acero ASTM A387 grado 22 preoxidadas, antes de la carga cíclica, pone en evidencia dos aspectos fundamentales:

- La importancia de la reducción de los niveles de oxígeno en el medio para evitar la activación del mecanismo de la corrosión a alta temperatura .
- Una capa de óxido de bajo espesor que afecta poco la evolución y los valores del esfuerzo en el curso del ensayo, pero reduce la vida a fatiga en comparación con las probetas libres de capas de óxidos.

De acuerdo a los análisis anteriores los tipos de óxidos encontrados son Fe_2O_3 , Fe_3O_4 y pequeñas cantidades de CrO_2 probablemente por el bajo contenido de cromo en la composición química de la aleación. Si analizamos el coeficiente de Pilling-Bedworth para los óxidos de hierro (entre 1,5 y 2,1) la película formada por éste tiene la característica de ser una película

resistente a la oxidación y si observamos el comportamiento a fatiga del material que fue preoxidado, se observa que ésta se incrementó significativamente con respecto al comportamiento al aire. El hecho de haber dejado la muestra precalentando sin ninguna sollicitación cíclica, nos hace pensar que la película de óxido fue aumentando de espesor de manera homogénea creando una capa protectora sobre la probeta. Esta capa tendría una superficie con una topografía suave que de alguna manera minimiza los concentradores de esfuerzos si lo comparamos con la condición de aire.

En el caso de la condición al aire (corrosión a altas temperaturas asistida por cargas cíclicas) el mecanismo sugerido es: exposición de la superficie metálica a alta temperatura seguida del crecimiento de una capa de óxido que continuamente se está regenerando por el papel de las cargas cíclicas que actúan como un acelerador del desprendimiento de la capa formada. Este desprendimiento de material se produce de forma desordenada en donde se encontrarán zonas con una o varias capas de óxido y otras con la superficie desnuda, produciendo una topografía irregular las cuales son generados de concentradores de esfuerzos y, por lo tanto, iniciadores de grietas por fatiga.

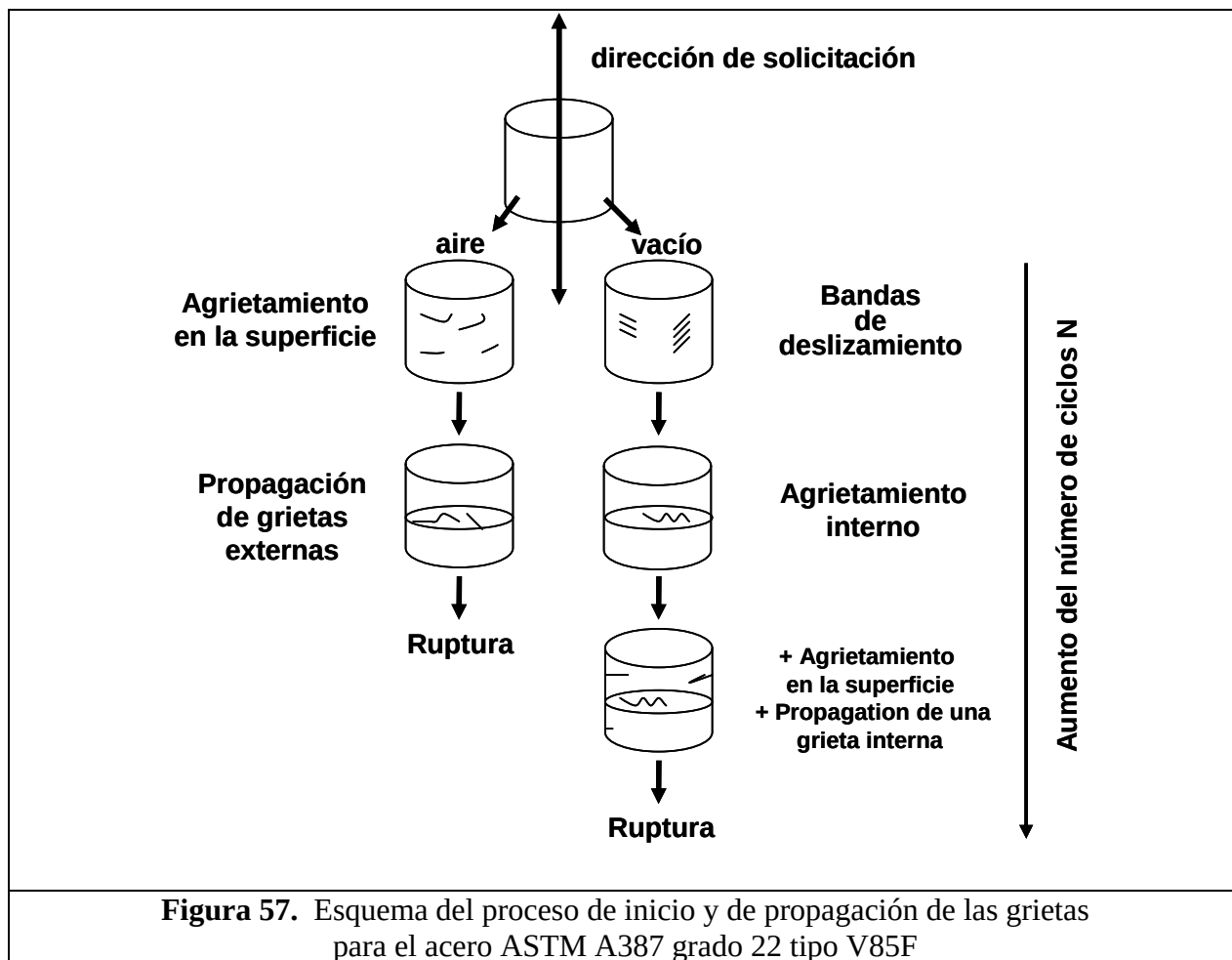
Si observamos la diferencia tan remarcada entre la condición al aire y la condición al vacío, podemos inferir que el mecanismo de fatiga en el caso de vacío se limita a la generación del par intrusión-extrusión sobre la superficie producto del movimiento de las dislocaciones. En cambio en el caso de las probetas al aire, el papel de la capa de óxido es preponderante en la formación de las grietas en la superficie.

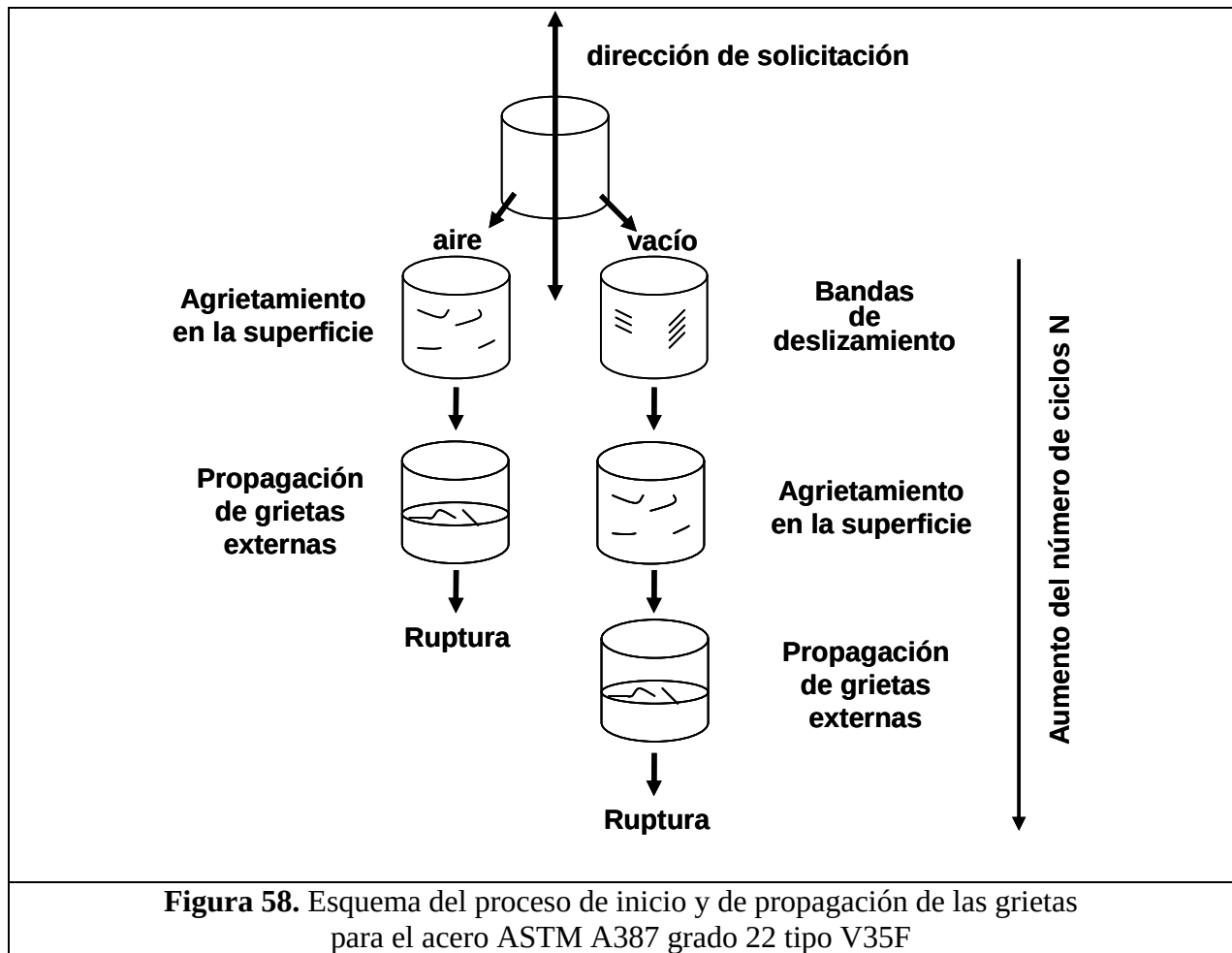
El hecho de haber utilizado una cámara de vacío en la cual se obtuvo una presión de 10^{-4} atm pone en evidencia el hecho de que al reducir la presión parcial de oxígeno, aumenta la vida a fatiga del material por lo que la influencia de la corrosión a alta temperatura es limitada.

CONCLUSIONES

- o Los exámenes metalograficos realizados muestran que la microestructura del acero ASTM A387 grado 22 es sensible a los tratamientos térmicos. Hemos demostrado sobre dos tipos de muestra, que el acero estudiado posee fracciones volumétricos de ferrita y de bainita variables según el proceso de elaboración, la composición química y su historia térmica.
- o Los ensayos de fatiga oligocíclica a 565 °C al vacío, ponen en evidencia el papel de la microestructura y el ambiente para el acero ASTM A387 grado 22 frente a los daños por fatiga. Así como la bainita, como elemento estructural del material, aumenta la vida a fatiga e impide la aparición de las grietas internas.
- o El efecto de la corrosión a alta temperatura se traduce por una disminución importante de la vida a fatiga de 5 y 3,5 veces (baja y alta amplitud de deformación respectivamente) para el acero V85F y de 6 y 2,6 veces para el caso del V35F.
- o La capa de óxido que se forma durante los ensayos de fatiga al aire es frágil y agrietable, lo que genera una rugosidad superficial que actúa como concentradores de esfuerzo que disminuye la vida a fatiga del material.

- o Las grietas por fatiga al vacío en el material mayoritariamente ferrítico se inician cerca de los defectos internos situados en el interior de la probeta y se propagan de manera transgranular. En el acero ferrito – bainítico, la iniciación de las fisuras no se produce que en la superficie de la probeta de manera transgranular.
- o Los análisis han demostrado que una capa de óxido que se forma durante los ensayos expuestos a corrosión a alta temperatura, es mucho más perjudicial que la que se forma por el efecto de una preoxidación.
- o El daño por fatiga de un acero ASTM A387 grado 22 depende en gran medida de su microestructura y del medio al cual está expuesto y puede ser ilustrado de la manera representada en las figuras 57 y 58.





RECOMENDACIONES

- o Realizar estudios referentes al inicio y la propagación de grietas cortas y su influencia con la microestructura.
- o Estudiar la evolución de las densidades de grietas para cada tipo de acero tanto al aire como al vacío y correlacionarlo con la corrosión a alta temperatura.
- o Ejecutar ensayos en un medio rico en gas Argón para establecer las posibles diferencias de todos los ambientes estudiados.
- o Efectuar estudios más detallados sobre la cinética de corrosión que gobiernan estos sistemas.

BIBLIOGRAFIA

- Abdel-Latif, A., Corbett, J. y Taplin, D. (1982). Analysis of carbides formed during accelerated aging of 2.25Cr-1Mo steel. *Metal Science*, 16, pp.90-96.
- Abduluyahed, A. y Kurzydłowsky K. (1998). Tensile properties of a type 316 stainless steel strained in air and vacuum. *Materials Science and Engineering A*. 256, pp.34-38.
- AFNOR A36-602. *Norme Afnor A36-302, Pieces Forgées*
- Ahila, S., Ramakrishna S. y Radhakrishnan V. (1994). High temperature stability of 2.25Cr-1Mo steel during creep. *Materials at High Temperatures*, 12, 1, pp. 5-11.
- Argillier, S. y Vogt, J. (1998). *Analyse des mécanismes de plasticité cyclique à chaud d'aciers de type 10CD910*. [S.l.]: [s.n.].
- ASTM A387/A387M – 99. *Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Chromium- Molybdenum*. Annual book of ASTM standards.
- ASTM E3-11-99. *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*. Annual book of ASTM standards.
- Azery, Z. y Pluvinaud, G. (1994). Utilisation d'un modèle probabiliste pour l'évaluation des différents stades de croissance de fissures et de l'endommagement en fatigue oligocyclique à chaud. *Matériaux et Techniques*, 8-9, pp.33-38.
- Badeshia, H. (1992). *Bainite in Steels*. Cambridge. Cambridge University Press, [S.l.]: [s.n.].
- Baker, R. y Nutting, J. (1959). The tempering of 2¼Cr-1Mo steel after quenching and normalizing: *Journal of The Iron Steel Institute*, 192, pp.69-107.

Benvenuti, A., Botempi, P., Corti, S., y Ricci, N. (1996). Assesment of material thermal history in elevated temperature components. *Materials Characterization*, 36, pp.276-278.

Béranger, G. (1994). Oxydation. *Le Livre de l'Acier* (pp.382-406). Paris: Lavoisier Tec-Doc.

Birks, N. y Meier, G. (1983). *Introduction to high temperature oxidation of metals*. London: E. Arnold.

Brinkman, C., Booker, M., Strizak, J. y Corwin W. (1975). Elevated temperature fatigue behavior of 2¼Cr-1Mo steel. *Journal of Pressure Vessel Technology*, 1, pp.252-257.

Challenger, K., Miller, A., y Brinkman C. (1981). An explanation for the effects of hold periods on the elevated temperature fatigue behavior of 2¼Cr-1Mo steel. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 103, pp.7-14.

Chopra, O. y Crowda C. (1974). Substructural development during strain cycling of alpha-iron. *Philosophical Magazine A*, 30, pp.583-591.

Duquette, D. (1978). Environmental Effects I. General fatigue resistance and crack nucleation in metals and alloys. *Fatigue and Microstructure* (pp.335-363). USA: American Society of Metals.

Giauque, G. (1994). *Le Livre de l'acier*. Paris: Lavoisier Tec-Doc, pp.5-10.

Gope, N., Chartterjee, A., Mukhherjee, T., y Sarma D. (1993). Influence of long-term aging and superimposed creep stress on the microstructure of 2.25Cr-1Mo. *Metallurgical Transactions*, 24, pp. 315-326.

Grinberg, N. (1982). The effect of vaccum on fatigue crack growth. *International Journal of Fatigue*, pp.83-95.

Holzman, M., Vlach, B. y Man, J. (1988). Plastic deformation and fracture behaviour of 2¼Cr-1Mo pressure-vessel steel with bainitic and bainitic-ferrite microstructure. *Acta Technica CSAV*, 1, pp.37-56.

Hecht, R. y Weertman J. (1998). The effect of environment on high-temperature hold time fatigue behavior of annealed 2.25 pct Cr 1pct Mo steel. *Metallurgical Transactions A*, 29A, pp.2137-2145.

Majumdar, D. y Chung, Y. (1983). Surface deformation and crack initiation during fatigue of vacuum melted iron: environmental effects. *Metallurgical Transactions A*, 14A, pp. 1421-1425.

Marshall, P. (1983). The influence of environment on fatigue. *Fatigue at High Temperature* (pp. 259-303). London: Applied Science Publishers.

Mendez, J. (1999). On the effects of temperature and environment on fatigue damage processes in Ti alloys and in stainless steel. *Materials Science and Engineering*, A263, pp.187-192.

Murphy, M. y Branch, G. (1971). Metallurgical Changes in 2.25CrMo steels during creep-rupture test. *Journal of the Iron and Steel Institute*, pp.546-561.

Normas APA 2017.

Otero Huerta, E. (2012). *Corrosión y degradación de materiales*. Madrid: Síntesis, pp.276-290.

Parameswaran, P., Vijayalakshmi, M., Shnakar, P. y Raghunathan, V. (1992). Influence of carbon content on microstructure and tempering behavior of 2¼Cr-1Mo steel. *Journal of Materials Science*, 27, pp.5426-5434.

- Petit, F. y Goward G. (1983). Oxidation-corrosion-erosion mechanisms of environmental degradation of high temperature materials. *Coatings for high temperature applications* (pp.1-32). London: Applied Science Publishers.
- Pilling, J. y Ridley N. (1982). Tempering of 2.25 Pct Cr- 1Pct Mo low carbon steel. *Metallurgical Transactions A*,13A, pp.557-563.
- Pizzo, P. y Mandurrigo, G. (1981). Age softening characteristics of annealed 2¼Cr-1Mo steel in the temperature range 424 to 704 °C. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 103, pp.62-70.
- Polak, J., Helesic, J. y Klesnil M. (1988). Effect of elevated temperatures on the low cycle fatigue of 2.25Cr-1Mo steel. Part I: Constant amplitude straining. *Low Cycle Fatigue* (pp.43-57). USA. ASTM.
- Remy, L. (1992). Oxidation effects in high temperature creep and fatigue on engineering alloys. *Corrosion - Deformation Interactions CDI'92* (pp.425-459). France: Les Editions de Physique.
- Snowden, K. U. (1961). Effect of air pressure on the fatigue of lead and aluminum. *Nature*, 189, pp. 53-54.
- Tsujii,N., Abe, G., Fukaura, K., y Sunada, H. (1995). Effect of testing atmosphere on low cycle fatigue of hot work tool steel at elevated temperature. *ISIJ International*, 35, pp. 920-926.
- Vandershaege, A. y Gabrel J. (1999). *Les matériaux pour les centrales thermiques*.
- Verkin, B. y Grinberg N. (1979). The effect of vaccum on the fatigue behaviour of metals and alloys. *Materials Science and Engineering A*, 41, pp. 149-181.

- Vogt, J., Argillier, S., Massoud, J., y Prunier, V. (2000). Fatigue damage evaluation of a power plant component from analysis for the dislocation structures. *Engineering Failure Analysis*, 7, pp.301-310.
- Wada, T. (1985). Changes in microstructure and tensile strenght of Cr-Mo steels after long term service exposure. *8502-052 Metals/Materials Technologies Series*, ASM, Metal Park, pp.91-101.
- Wang, R., Mughrabi, S., McGovern, S. y Rapp, M. (1984). Fatigue of copper single crystals in vaccum and air I: Persistent slip bands and dislocation microstructures. *Materials Science and Engineering A*, 65, pp.219-263.
- Yoshida, T., Umaki, H. y Nakashiro, M. (1996). High-temperature fatigue life assessment of 2.25Cr-1Mo steel by microstructural observation. *c494/020/96*. pp.1-10
- Yukitoshi, T. y Nishida K. (1972). The effect of heat treatement on the creep rupture strenght of a low carbon 2¼Cr-1Mo steel. *Transactions ISIJ*, 12, pp.283-290
- Yukitoshi, T. y Yoshikawa Y. (1973). High temperature properties of steel tubing. *Sumitomo Research*, [S.l.]: [s.n.].