

Método innovador de ensayos de impacto en altas temperaturas aplicado en aceros al carbono

Innovative method of impact testing in high temperatures applied in carbon steels

Pedro Antonio Ferreirós^{1,2}, Paula Regina Alonso¹,
Gerardo Héctor Rubiolo^{1,3}

¹ Comisión Nacional de Energía Atómica – Centro Atómico Constituyentes (CNEA-CAC) e Instituto Sabato (UNSAM-CNEA), Av. General Paz 1499, B1650KNA, San Martín, Buenos Aires, Argentina

e-mail: ferreiros@cnea.gov.ar, pralonso@cnea.gov.ar

² Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional General Pacheco (UTN-FRGP), Av. Hipólito Yrigoyen 288, B1617FRP, Gral. Pacheco, Buenos Aires, Argentina

³ Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Godoy Cruz 2290, C1425FQB, Buenos Aires, Buenos Aires, Argentina.

e-mail: rubiolo@cnea.gov.ar

RESUMEN

En el presente trabajo, se aplica un método innovador de ensayos de impacto en altas temperaturas sobre probetas Charpy de espesor reducido y entalla tipo V. La innovación reside en el método de calentamiento de la probeta, el cual es realizado in-situ sobre una máquina de impacto tipo Charpy por medio de corriente eléctrica alterna a través de la probeta. Las probetas son calentadas en pocos segundos ($v=32$ °C/s) y mantenidas a la temperatura de ensayo por un circuito eléctrico controlado por un termopar ubicado sobre la probeta. Se ensayan tres tipos de aceros; de contenidos de carbono bajo, medio y alto (perlítico). La energía al impacto fue medida en el rango de fracturas dúctil, desde la temperatura ambiente hasta 820 °C, por lo tanto para los aceros utilizados el rango de temperaturas ensayado contiene la transformación de fase eutectoide (A_{C1}) y para el acero de medio carbono contiene además la temperatura del límite $\gamma+a / \gamma$ (A_{C3}). Se concluye a partir del análisis de los ensayos que la energía de impacto es sensible a las transformaciones de fase. A su vez, por debajo de A_{C1} , al incrementar la temperatura se produce un descenso progresivo en la energía absorbida hasta alcanzar un mínimo a temperaturas intermedias y posteriormente un máximo previo a la transformación de fase. Si bien el ímpetu inicial para el desarrollo de esta nueva tecnología fue estimar la transición frágil dúctil que se produce a alta temperatura para algunas aleaciones metálicas, la amplia gama de temperaturas, elevada velocidad de ensayo y simplicidad del equipamiento, proveen una nueva herramienta de investigación para estudios a diferentes temperaturas, especialmente en materiales que presentan una activación de mecanismos de fragilización en intervalos de temperatura acotados.

Palabras clave: Ensayo de impacto, alta temperatura, tenacidad al impacto, aceros al carbono.

ABSTRACT

In this paper, an innovative method of impact tests at high temperature on sub-size Charpy V notched specimens is applied. The innovation lies in the method of heating the specimen, which is performed in situ on a Charpy impact machine type by alternating electrical current through the specimen. The specimens are heated in a few seconds ($v=32$ °C/s) and held at the test temperature by an electrical circuit controlled by a thermocouple located on the specimen. Three types of steels are tested; with low, medium and high carbon content (perlitic). The impact energy was measured in the range of ductile fractures, from room temperature to 820 °C, therefore, for the used steels the range of tested temperature contains the eutectoid phase transformation (A_{C1}) and for the medium carbon steel is includes also has the limiting temperature $\gamma+a / \gamma$ (A_{C3}). It is concluded from tests analysis that the impact energy is sensitive to phase transformations. In turn, below A_{C1} the raise of temperature produced a progressive decrease in the energy absorbed up to a minimum at intermediate temperatures and then up to a maximum prior to phase transformation. Although the initial impetus for the development of this new technology was to estimate the brittle ductile transition that occurs at high tem-

perature for some metal alloys, the wide range of temperatures, high test speed and simplicity of equipment, provides a new research tool for studies at different temperatures, especially on materials having embrittlement activation mechanisms at specific temperature intervals.

Keywords: Impact test, high temperature, impact toughness, carbon steels.

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de impacto son herramientas poco costosas utilizadas para la selección de materiales y la evaluación cualitativa de su tenacidad [1-5]. En particular el ensayo Charpy consiste en romper una probeta estándar con entalla usando el martillo de un péndulo y medir la energía perdida por el martillo. Más alta la energía perdida, más tenaz es el material de la probeta. En los aceros ferríticos, la energía perdida por el péndulo al romper la probeta disminuye con temperatura decreciente con un cambio sustancial en la pendiente para un rango de temperaturas específico. En el extremo inferior del rango la energía perdida es mínima porque la fractura del material se produce por mecanismos de clivaje completamente frágiles, por lo contrario, en el extremo superior del rango la fractura se produce por mecanismos de hoyuelos dúctiles y la energía perdida es considerablemente mayor. En la región de transición, la fractura es de forma mixta [6]. Esta transición así determinada se denomina transición dúctil-frágil por energía de impacto [7] y llevó a la introducción del concepto de temperatura de transición dúctil-frágil. Sin embargo, existen una variedad de criterios para definir la transición y cada uno de ellos debe ser afectado por la tensión de fluencia del material y el tamaño de la muestra, con lo cual la determinación de una temperatura de transición dúctil-frágil para los aceros ferríticos resultaba una metodología algo oscura. La introducción de la teoría de mecánica de la fractura permitió avanzar en el esclarecimiento de este tema, se observó que la tenacidad a la fractura representada por el parámetro K_{Ic} no es constante con la temperatura para los aceros ferríticos en el rango de la transición dúctil-frágil. Más aún, se muestra que las curvas de transición de la tenacidad a la fractura de la mayoría de los aceros ferríticos pueden trasladarse en temperatura y tenacidad para describir una curva maestra [8]. Este hecho permite definir una temperatura de referencia para cada acero ferrítico con unos pocos ensayos de propagación de fisura en muestras compactas de tracción o de flexión con entalla simple [9].

Más allá de los aceros ferríticos, la transición dúctil-frágil se produce en altas temperaturas en otros sistemas de aleaciones metálicas tales como aleaciones de aluminio γ -Ti [10], aleaciones de tungsteno [11, 12], aleaciones WC-Co [13], aleaciones Mo-Si-B [14], aleaciones de Fe-Al [15,16], aleaciones base NiAl [17], etc. Todos estos materiales están o estuvieron en una etapa de diseño y por lo tanto la caracterización de la transición dúctil-frágil a través de la tenacidad a la fractura sería costosa y sofisticada comparada con otra caracterización cualitativa más económica y simple como la tenacidad al impacto. Sin embargo, poco uso se ha hecho del ensayo Charpy a elevadas temperaturas sobre estos sistemas de aleaciones debido a la gran dispersión de resultados vinculados principalmente a las dificultades que entraña la creación de condiciones idénticas de temperatura en ensayos sobre un gran número de muestras. El tiempo requerido para la transferencia de la muestra del horno a los soportes de la máquina de ensayo de impacto es diferente en cada caso individual. En consecuencia, la temperatura de la muestra en el momento del impacto también es diferente en cada caso individual [18], incluso si un termopar unido a la superficie de la muestra se utiliza debido a que la temperatura interna de la muestra difiere considerablemente con respecto a la temperatura de la superficie [19].

Cuando se ensayan probetas Charpy con entalla en V de tamaño inferior al estándar [20], las pérdidas de calor son inaceptablemente grandes para un intervalo de tiempo obtenido manualmente al transferir el espécimen hasta la máquina de ensayos. Para superar esto, algunos laboratorios han construido sistemas de transferencia robóticos que son a menudo poco fiables y costosos. Una alternativa a la transferencia robótica es calentar la muestra en el soporte de la muestra hasta el momento del impacto. Bajo esta alternativa diseñamos un dispositivo de calentamiento por corriente in-situ, capaz de adosarse a una máquina de impacto comercial. En el presente trabajo se pretende validar la temperatura a la cual se realiza el ensayo en el dispositivo innovador. Con este objetivo se utilizaron tres tipos de aceros al carbono comerciales, sobre los cuales sus temperaturas de transformación eutécticoide son ampliamente conocidas y se pretende someterlos a ensayos de impacto desde temperatura ambiente hasta aproximadamente 820 °C, para ver, en el caso que la discontinuidad en la tenacidad al impacto medida por el dispositivo sea sensible a la transformación eutécticoide, si las transformaciones son registradas a las temperaturas correctas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En esta sección se presenta primero el funcionamiento e instrumentación de una máquina de ensayos de impacto Charpy con un dispositivo innovador diseñado para ensayos en alta temperatura y luego se presentan

los restantes equipos y materiales utilizados para validar la tecnología de calefacción de alta temperatura in-situ.

El concepto innovador del ensayo es el calentamiento de la probeta ubicada sobre el soporte de la máquina hasta el momento del impacto por medio de una corriente eléctrica alterna circulando a través de la muestra. El dispositivo diseñado para ensayos Charpy en altas temperaturas con calentamiento in-situ se presenta esquemáticamente en la Figura 1. El dispositivo posee dos brazos accionados neumáticamente que sujetan la probeta contra el soporte de la máquina de ensayos. En el extremo de los brazos, aislados eléctricamente y conectados a un circuito eléctrico, se ubican terminales de cobre. Los terminales presionan y toman contacto con los extremos de la probeta, a su vez constan de un circuito de refrigeración por agua que los mantiene a temperatura ambiente. El tope y soporte de muestra de la máquina de ensayos se encuentran cubiertos con pintura epoxi para lograr el aislamiento eléctrico de la probeta. El circuito eléctrico de calentamiento, consiste en un transformador de alta corriente y baja tensión, cuya tensión de CA de entrada es manejada por un controlador de temperatura dirigido por un termopar soldado en la probeta.

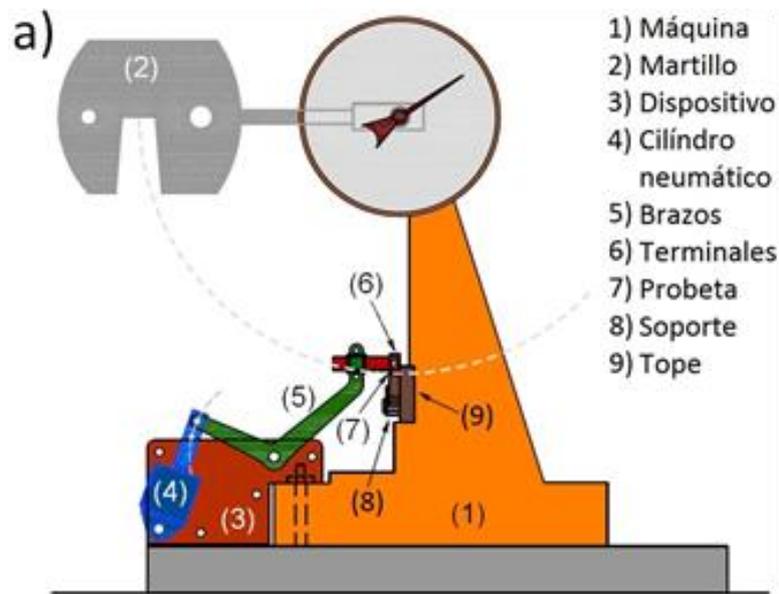


Figura 1: Esquema del equipamiento mecánico adicionado en una máquina Charpy para ensayos en alta temperatura.

El procedimiento del ensayo se describe a continuación: La probeta con el termopar de control (T_c) se ubica en la máquina y manualmente se activa un circuito neumático, el cual sujeta con ambos brazos los dos extremos de la probeta (ver Figura 2). La T_c se conecta al controlador de temperatura y en el controlador se selecciona la temperatura del ensayo. El controlador maneja un circuito de alta corriente y baja tensión, el cual aplica una corriente alterna a través de la probeta. Una vez alcanzada y estabilizada la temperatura del ensayo, se acciona manualmente la caída del martillo (péndulo). Un sensor óptico situado en la trayectoria pendular del martillo interrumpe la corriente eléctrica y libera la sujeción de la muestra. Por último, el martillo impacta contra la probeta simplemente apoyada. La posición del sensor óptico fue establecida para que transcurra un tiempo de 0,1 s desde la interrupción de la corriente eléctrica hasta el impacto de la probeta.

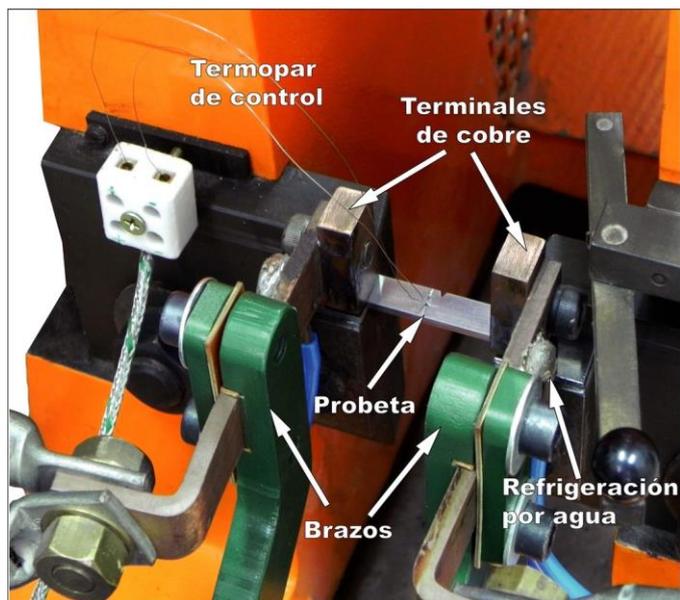


Figura 2: Fotografía de la sujeción de probeta Charpy con el dispositivo de calentamiento in-situ.

La máquina de impacto Charpy utilizada es Otto Wolpert-Werke PW 5 S5 de capacidad 50 Joule y velocidad de impacto $3,8 \text{ ms}^{-1}$. Los materiales ensayados fueron aceros al carbono AISI 1010, 1045 y 1080 en el estado recocido. Probetas de impacto Charpy con entalla en V se mecanizaron a partir de chapas de 4,76 mm de espesor. Las dimensiones de la probeta (2,5x10x55 mm) y geometría de la entalla se realizaron según la recomendación de la norma ASTM E23-07 [20] para tamaños de muestra inferior al estándar. La orientación de las muestras ensayadas respecto a la microestructura de laminación fue longitudinal-transversal (LT). Los termopares utilizados fueron del tipo K (Chromel / alumel) de alambre 0,1 mm de diámetro. Para evitar modificar la zona de fractura, el termopar de control (T_c) fue soldado por soldadura de punto a 3 mm hacia uno de los laterales desde la zona de la entalla. La diferencia de temperaturas entre la T_c y la zona central de propagación de la fisura, fue estimada por modelos térmicos. El contenido de C y S de los aceros fue medido en un equipo Leco CS200. Observaciones microestructurales se realizaron en un microscopio electrónico de barrido (SEM) Philips Quanta 200.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El comportamiento del flujo plástico en aceros al carbono ha recibido la mayor atención en el pasado sobre mezclas ferrita + perlita [21, 22]. La tensión de fluencia y deformación a máxima fuerza (ϵ_m) en función de la temperatura fueron obtenidas con el ensayo de tracción a bajas velocidades de deformación por los autores mencionados. Para todo el contenido de carbono hasta la composición eutectoide (0,77% en peso de C), el comportamiento global de la tensión de fluencia y ϵ_m es a disminuir con la temperatura presentando una discontinuidad situada alrededor de la temperatura de transformación de fase eutectoide. En el caso de ϵ_m , la discontinuidad es un incremento agudo cuya intensidad aumenta con el volumen de perlita. Por otro lado, el comportamiento en la discontinuidad de la tensión de fluencia es más complejo. Debido a que la resistencia de la fase austenita es mayor que la de la fase ferrita y menor que la perlita, la transición brusca de la tensión de fluencia ocurre a la temperatura eutectoide donde una mezcla de ferrita + perlita puede aumentar o disminuir la tensión de fluencia según sea el contenido de perlita. A partir de estos resultados se puede suponer que la tenacidad al impacto de estos aceros podría mostrar una discontinuidad en el mismo intervalo de temperatura. Por lo tanto, nos proponemos estudiar esta propiedad del material utilizando nuestra tecnología de calentamiento in situ en la máquina de impacto Charpy.

El contenido de C, S y el valor de dureza de los tres aceros que utilizamos en el estudio de la tenacidad al impacto en alta temperatura se muestran en la Tabla 1. La microestructura observada por SEM en los aceros se presenta en la Figura 3. Estas microestructuras son típicas de los aceros al carbono en la condición de recocido. En estas imágenes, la ferrita aparece de color gris oscuro, mientras que la cementita (Fe_3C) contenida en las colonias de perlita aparece de color blanco. El espesor de la ferrita en las colonias de perlita disminuye a medida que aumenta el contenido de carbono.

Tabla 1: Contenidos de C, S y dureza de los aceros utilizados.

ACERO AL CARBONO	C (% PESO)	S (% PESO)	HR _B
AISI 1010	0,11 ±0,01	0,0093 ±0,0009	89
AISI 1045	0,47 ±0,03	0,037 ±0,004	70
AISI 1080	0,78 ±0,06	0,0061 ±0,0006	98

Para preservar la microestructura de partida, el ciclo de calentamiento en todos los ensayos de Charpy fueron realizados con una etapa inicial a velocidad de calentamiento de 32 °C/s, seguido por un tiempo de mantención a la temperatura del ensayo de 6 s antes de impactar la probeta con el martillo. Este ciclo de calentamiento corto es posible únicamente con el método de calefacción utilizado.

La variación en la energía al impacto Charpy con la temperatura en los aceros al carbono ensayados se presenta en la Figura 4 (note que cada punto de las curvas fue realizado con un único ensayo). Las barras de error muestran el intervalo de confianza de temperaturas en el volumen donde se produce la fractura.

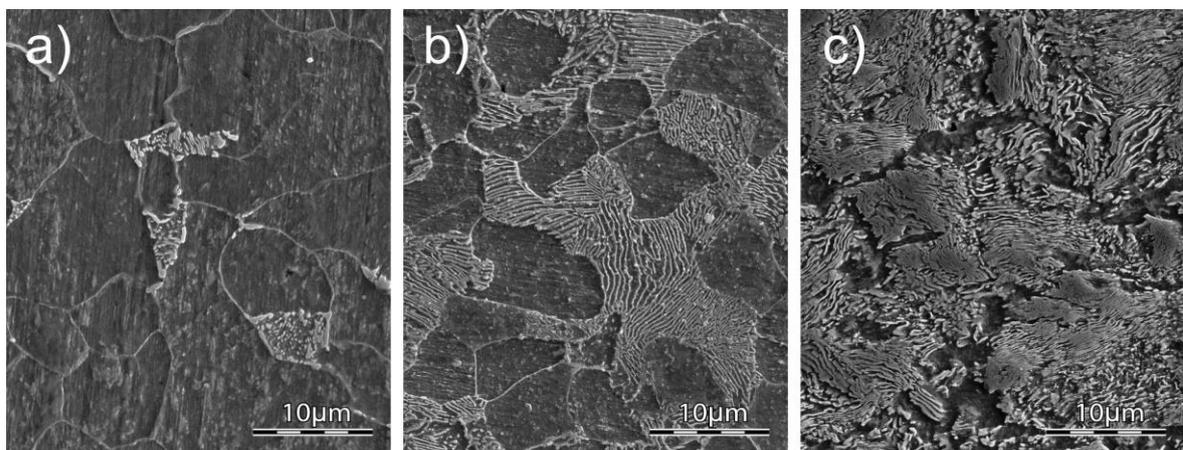


Figura 3: Microestructura en la condición de recocido para los aceros: a) AISI 1010; b) AISI 1045 y c) AISI 1080. La cementita (Fe₃C) contenida en la perlita se observa de color blanco.

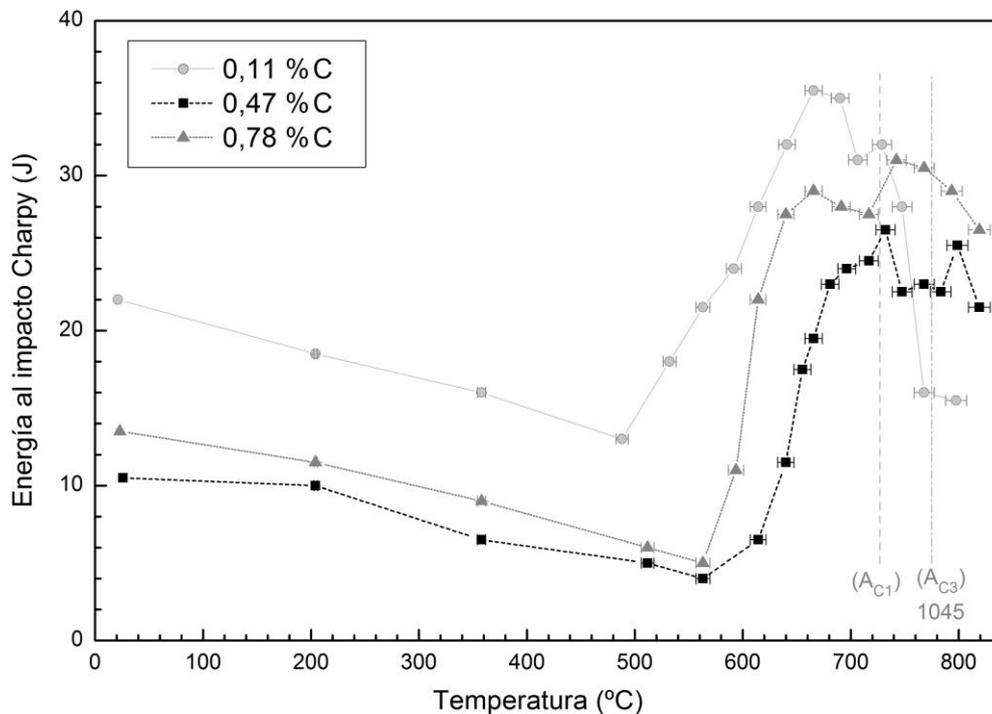


Figura 4: Energía al impacto Charpy sobre aceros con diferentes contenidos de C. Las temperaturas eutéctoides A_{C1} y de austenización A_{C3} para el acero 1045, se muestran con líneas verticales [23].

Independientemente del contenido de carbono, la resistencia al impacto disminuye lentamente desde la temperatura ambiente hasta los 500, 560 °C y luego comienza un fuerte ascenso hasta la temperatura eutectoide (Figura 4). Este comportamiento muestra que las mezclas de ferrita + perlita son altamente resistentes a la rotura a temperaturas cercanas a la temperatura eutectoide de forma similar a lo observado en ensayos de tracción en [22]. Debido a que en el presente trabajo, los mecanismos que actúan para incrementar o reducir la tenacidad en los aceros en el rango de temperaturas inferiores a la A_{C1} , escapan de los objetivos buscados, los mismos no serán aquí tratados. Por el contrario, para los tres aceros la temperatura de transformación del constituyente eutectoide ($A_{C1} = 727$ °C, [23]) se encuentra dentro del rango de temperaturas donde se registró una discontinuidad en la curva de tenacidad al impacto. Este efecto es simple de interpretar ya que la microestructura cambia a la temperatura A_{C1} . Adicionalmente, para el acero 1045, se tiene la transformación austenítica A_{C3} a 775 °C y la curva de tenacidad al impacto para este acero también registró una discontinuidad en ese entorno de temperaturas. Por lo tanto, nuestros resultados lograron detectar un cambio en la tenacidad al impacto en la temperatura eutectoide A_{C1} y permiten validar la tecnología de calentamiento in situ para ser utilizada en la estimación cualitativa de temperaturas de transición dúctil-frágil a temperaturas elevadas en otros sistemas metálicos.

4. CONCLUSIONES

El dispositivo desarrollado para el calentamiento de la probeta in situ en el ensayo de impacto Charpy, ofrece ventajas técnicas significativas sobre el método de transferencia convencional desde un horno y a su vez ventajas económicas significativas frente a métodos de transferencia robóticos complejos. La tecnología de calentamiento in-situ reduce significativamente la incertidumbre asociada a las pérdidas térmicas durante la transferencia de probetas de ensayo desde el horno a la máquina de ensayo, y también garantiza una correcta ubicación de la probeta en la máquina de ensayos. Las mediciones de la energía absorbida al impacto en los ensayos con probetas de tamaño menor al estándar por el método de calentamiento in situ han demostrado ser sensibles respecto a la temperatura de transformación de fase eutectoide ampliamente conocida en los aceros al carbono ferríticos/perlíticos.

Aunque el ímpetu inicial para el desarrollo de esta nueva tecnología fue estimar la transición dúctil-frágil que se produce a alta temperatura, en algunos sistemas de aleación metálica, encontramos que la similitud del ensayo combinada con la elevada velocidad de calentamiento de probetas proporciona nuevas herramientas de investigación para el estudio de, por ejemplo, la fragilización a temperaturas intermedias en metales y aleaciones las cuales han sido un área de intensa investigación desde 1912 [24].

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ing. A. F. Iorio (Gcia. Materiales, CAC-CNEA) por brindarnos amablemente un espacio en su laboratorio de ensayos y adicionalmente suministrarnos la máquina de impacto Charpy en la cual se utilizó el dispositivo de ensayos de alta temperatura.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] TÓTH, L., ROSSMANITH, H.-P., SIEWERT, T.A., “Historical background and development of the charpy test”, *European Structural Integrity Society*, v. 30, pp. 3-19, 2002.
- [2] WALLIN, K., NEVASSMAA, P., PLANMAN, T., *et al.*, “Evolution of the charpy-V test from a quality control test to a materials evaluation tool for structural integrity assessment”, In: *From Charpy to Present Impact Testing*, D. François and A. Pineau (Eds.), Elsevier Science Ltd., pp. 57-68, 2002
- [3] SIEWERT, T.A., MANAHAN, M.P., MCCOWAN, C.N., *et al.*, “The History and Importance of Impact Testing”. In: Siewert, T.A., Manahan, M.P. Sr., (eds), *Pendulum Impact Testing: A Century of Progress*, ASTM STP 1380, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA., pp. 3-16, 2000.
- [4] KRASOWSKY, A.J., KASHTALYAN, Yu.A., KRASIKO, V.N., “Brittle-to-ductile transition in steels and the critical transition temperature”, *Int. J. Fracture*, v. 23, pp. 297-315, 1983.
- [5] BAYRAKTAR, E., KAPLAN, D., SCHMIDT, F., *et al.*, “State of art of impact tensile test (ITT): Its historical development as a simulated crash test of industrial materials and presentation of new “ductile/brittle” transition diagrams”, *J. Mater. Process. Technol.*, v. 204, pp. 313-326, 2008.
- [6] BHADOSHIA, H.K.D.H., HONEYCOMBE R.W.K., “The Embrittlement and Fracture of Steels” In: *Steels: Microstructure and Properties (4th ed.)*, Elsevier, UK, p. 306, 2017.
- [7] CHEN, J.H., CAO, R., “Global fracture toughness related to the micromechanism of cleavage fracture”, In: *Micromechanism of Cleavage Fracture of Metals*, Butterworth-Heinemann, p. 272, 2015.

- [8] WALLIN, K., “Fracture toughness transition curve shape for ferritic structural steels”, *Proceedings of the Joint FEEG/ICF International Conference on Fracture of Engineering Materials and Structures*, Singapore, 6-8 August 1991, pp.83-88
- [9] ASTM Standard E1921-03, “Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0 , for Ferritic Steels in the Transition Range”, *ASTM*, West Conshohocken, PA, pp 1-20, 2003 [10] APPEL, F., PAUL, J.D.H., OEHRING, M., *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, John Wiley & Sons, Weinheim, Germany, pp.125-401, 2011.
- [10] APPEL, F., HEATON PAUL, J.D., OEHRING, M., *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, 1 ed., Weinheim, Germany, John, Wiley & Sons, 2011.
- [11] LANG, S., YANG, Q., SUN, N., *et al.*, “Microstructure, basic thermal–mechanical and Charpy impact properties of W-0.1 wt.% TiC alloy via chemical method”, *J. Alloys Compd.*, v. 660, pp. 184-192, 2016.
- [12] TEJADO, E., CARVALHO, P.A., MUNOZ, A., *et al.*, “The effects of tantalum addition on the microtexture and mechanical behaviour of tungsten for ITER applications”, *J. Nucl. Mater.*, v. 467, pp. 949-955, 2015.
- [13] MILMAN, Y.V., “The Effect of Structural State and Temperature on Mechanical Properties and Deformation Mechanisms of WC-Co Hard Alloy”, *J. Superhard Mater.*, v. 36, pp. 65-81, 2014.
- [14] ZHANG, L., PAN, K., LIN, J., “Fracture toughness and fracture mechanisms in Mo_5SiB_2 at ambient to elevated temperatures”, *Intermetallics*, v. 37, pp. 49-54, 2013.
- [15] KREIN R., PALM M., HEILMAIER M., “Characterization of microstructures, mechanical properties, and oxidation behaviour of coherent A_2+L_2 Fe–Al–Ti”, *J. Mater. Res.*, v. 24, pp. 3412-3421, 2009.
- [16] RISANTI D., DEGES J., FALAT L., *et al.*, “Dependence of the brittle-to-ductile transition temperature (BDTT) on the Al content of Fe–Al alloys”, *Intermetallics*, v. 13, pp. 1337-1342, 2005.
- [17] CHEN, R.S., GUO, J.T., ZHOU, W.L., *et al.*, “Brittle-to-ductile transition of a multiphase intermetallic alloy based on NiAl”, *Intermetallics*, v. 8, pp. 663-667, 2000.
- [18] KUMAR, K.S., PANG, L., “Effect of temperature and strain rate on the mechanical properties of Fe-40Al-0.6C”, *Mater. Sci. Eng. A*, v. 258, pp. 153-160, 1998.
- [19] PANG, L., KUMAR, K.S., “On the impact toughness of Fe-40Al-based B2 aluminides”, *Intermetallics*, v. 8, pp. 157-163, 2000.
- [20] ASTM Standard E23-07a, “Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials”, *ASTM*, West Conshohocken, PA, pp. 1-28, 2007.
- [21] WRAY, P.J., “High Temperature Plastic-Flow Behavior of Mixtures of Austenite, Cementite, Ferrite, and Pearlite in Plain-Carbon Steels”, *Metall. Trans.*, v. 15A, pp. 2041-2058, 1984.
- [22] WRAY, P.J., “Tensile Failure Behavior of Plain Carbon Steels at Elevated Temperatures”, *Metall. Trans.*, v. 15A, pp. 2059-2073, 1984.
- [23] OKAMOTO, H. “The C-Fe (Carbon-Iron) System”, *J. Phase Equilib.*, v. 13, pp. 543-565, 1992.
- [24] ZHENG, L., SCHMITZ, G., MENG, Y., *et al.*, “Mechanism of Intermediate Temperature Embrittlement of Ni and Ni-based Superalloys”, *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, v. 37, pp. 181–214, 2012.