

Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

**XXXV ENCUENTRO DEL
GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA**

Número 35

Málaga

14, 15 y 16 de marzo de 2018



Anales de Mecánica de la Fractura

Texto de las comunicaciones presentadas en el
**XXXV ENCUENTRO DEL GRUPO ESPAÑOL DE
FRACTURA**

14, 15 y 16 de marzo de 2018

Málaga

©ANALES DE MECÁNICA DE LA FRACTURA
Editado por la Secretaría del Grupo Español de Fractura

“Reservados todos los derechos para todos los países. Ninguna parte de esta publicación, incluido el diseño de la cubierta puede ser reproducida, almacenada o transmitida de ninguna forma, ni por ningún medio, sea electrónico o de cualquier otro, sin previa autorización escrita por parte de la Editorial”

I.S.S.N: 0213-3725
Fecha impresión: Marzo 2018

EFFECTO DE LA VELOCIDAD DE PUNZONADO EN LA APLICACIÓN DEL ENSAYO SMALL PUNCH A LA EVALUACIÓN EN FRACTURA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACEROS	
B.Arroyo, J.A. Álvarez, F. GutiérrezE Solana, J. Sainz, P. González , R. Lacalle.....	374
NEW CTOD CRITERION FOR FATIGUE CRACK PROPAGATION ANALYSIS IN 2024-T351 ALUMINIUM ALLOY	
F. V. Antunes, P. Lopez-Crespo, B. Moreno, P. Prates, D. Camas	380
METODOS Y MODELOS ANALITICOS Y NUMERICOS.....	386
APLICACIÓN DEL CONCEPTO MATERIAL EQUIVALENTE AL ESTUDIO DE LA ROTURA PRODUCIDA POR ENTALLAS EN U	
F.J. Gómez, M.A. Martín-Rengel, J. Ruiz-Hervías, A.R. Torabi	387
SIMULATION OF MIXED-MODE FRACTURE IN CONCRETE THROUGH THE EIGENSOFTENING ALGORITHM	
Pedro Navas, Rena C. Yu, and Gonzalo Ruiz.....	393
MODELO DE FRACTURA EN MODO MIXTO (I Y II) PARA MATERIALES CEMENTICIOS	
F. Suárez, D. A. Cendón, J. C. Gálvez	399
IMPLEMENTACIÓN DE UNA SUBROUTINA EN ABAQUS PARA SIMULACIÓN DE FRACTURA 3D MEDIANTE PHANTOM NODES	
V. F. González-Albuixech, E. Giner	405
ESTUDIO TEÓRICO DE LA INFLUENCIA DE LA POROSIDAD EN EL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES EN EL FRENTE DE GRIETA MEDIANTE XFEM	
R. Hidalgo, J.A. Esnaola, I. Llavori, M. Larrañaga, N. Herrero-Dorca, I. Hurtado, E. Ochoa de Zabalegui,P. Rodríguez, A. Kortabarria.....	411
ASPECTOS ASOCIADOS A LA EXTENSIÓN 3D DE MODELOS DE INTERFASE: CZM Y LEBIM	
L.Távora, J. Reinoso, A. Blázquez, V. Mantic	415
A MODELING FRAMEWORK FOR THE INTERACTION BETWEEN THE PHASE FIELD APPROACH FOR BRITTLE FRACTURE AND THE INTERFACE COHESIVE ZONE MODEL	
J. Reinosoa, M. Paggib.....	421
INFLUENCIA DE LAS INTERFASES ESTRUCTURADAS EN LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE UNIONES ADHESIVAS EN ESPECÍMENES DCB FABRICADOS MEDIANTE IMPRESIÓN 3D: ESTUDIO EXPERIMENTAL Y ANALÍTICO.	
L. García-Guzmán, L. Távora, J. Reinoso, J. Justo, F. París	427
APLICACIÓN DE UN MODELO ESTADISTICO DE EXTREMOS AL COMPORTAMIENTO VISCOELÁSTICO DE MATERIALES	
A. Álvarez Vázquez , F. Pelayo, M. Muñoz Calvente , S. Blasón , M. J. Lamela , A. Fernández Canteli , E. Castillo	433
SIMETRÍA O NO SIMETRÍA EN EL FALLO DE LA INTERFASE FIBRA-MATRIZ. ESTUDIO DE INTERFASES ELÁSTICAS EN EL MARCO DE LA MECÁNICA DE LA FRACTURA FINITA	
Mar Muñoz-Reja, Luis Távora, Vladislav Mantic	439
INFLUENCIA DE LA DISTANCIA CRÍTICA EN EL CRITERIO MTTG EN LOS VALORES DEL ANGULO DE INICIACIÓN DE LA GRIETA EN HORMIGÓN C 50/60	
S. Seitzl, P. Miarka	445
SIMULACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN LA RESPUESTA MECÁNICA DE FIBRAS DE FE	
J. Aldazabal, I. Aldazabal, J. Gil Sevillano,.....	449
ANÁLISIS NUMÉRICO DE FATIGA MULTIXIAL EN UNA UNIÓN SOLDADA A TOPE CONSIDERANDO LAS TENSIONES RESIDUALES	
M. Larrañaga, U. Etxebarria, J. A. Esnaola, A. López-Jauregi, I. Ulacia, D. Ugarte, I. Llavori..	454
ESTIMACIÓN DEL ÁREA PLÁSTICA BI-DIMENSIONAL EQUIVALENTE	
D. Camas, F.V. Antunes, B. Moreno, J. Zapatero.....	458

EFFECTO DE LA VELOCIDAD DE PUNZONADO EN LA APLICACIÓN DEL ENSAYO SMALL PUNCH A LA EVALUACIÓN EN FRACTURA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACEROS

B. Arroyo^{1*}, J.A. Álvarez¹, F. Gutiérrez-Solana¹, J. Sainz², P. González¹, R. Lacalle³

¹LADICIM (Laboratorio de la División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales), Universidad de Cantabria. ETS Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Av/Los Castros 44, 39005, Santander, España

²CENTRO TECNOLÓGICO DE COMPONENTES – Parque Científico y Tecnológico de Cantabria (PCTCAN), C/ Isabel Torres N°1, 39011, Santander, España

³INESCO INGENIEROS - CDTUC fase 3, módulo 9, ETS Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Av/Los Castros 44, 39005, Santander, España

RESUMEN

En este artículo se han analizado diferentes técnicas de ensayo de probetas Small Punch (SPT) entalladas para estimar las propiedades a fractura en ambiente agresivo comparando los micromecanismos de fallo a diferentes velocidades. Se han comparado muestras pre-fragilizadas y ensayadas al aire a velocidades convencionales (0.01 y 0.002 mm/s) con probetas pre-fragilizadas ensayadas en ambiente a la misma velocidad (0.01 y 0.002 mm/s) y a una velocidad muy lenta (5E-5 mm/s). Los resultados experimentales se han completado con un conjunto de probetas ensayadas en ambiente agresivo bajo cargas estáticas. Para finalizar el estudio se ha realizado una simulación numérica para obtener una velocidad de desplazamiento del punzón que produce un crecimiento del CTOD en el fondo de entalla equivalente al correspondiente crecimiento en el frente de fisura de una probeta C(T) para una sollicitación dada. Como conclusión, se recomienda ensayar probetas Small Punch entalladas en ambiente agresivo a velocidades muy bajas, sobre E-6 mm/s, al caracterizar escenarios de fragilización por hidrógeno permitiendo que la interacción material-ambiente gobierne el proceso.

PALABRAS CLAVE: Fragilización Por Hidrógeno, Small Punch, Carga Estática, Ensayo Small Punch Baja Velocidad.

ABSTRACT

In this paper, different techniques to test notched Small Punch (SPT) samples for the estimation of the fracture properties in aggressive environments are studied, based on the comparison of the micromechanisms at different rates. Pre-embrittled samples subsequently tested in air at conventional rates (0.01 and 0.002 mm/s) are compared to embrittled ones tested in environment at the same rates (0.01 and 0.002 mm/s) and at a very slow rate (5E-5 mm/s); a set of samples tested in environment under static loads that produce very slow rates complete the experimental results. To close the study, numerical simulations based on obtaining a punch rate that produces an equivalent CTOD growing rate in the edge of the notch to the one at the crack tip of a C(T) specimen for a given sollicitation rate is carried out. As a conclusion, is recommended to test SPT notched specimens in environment at very slow rates, of around E-6 mm/s, when characterizing in Hydrogen Embrittlement (HE) scenarios, in order to allow the interaction material-environment to govern the process.

KEYWORDS: Slow Rate Small Punch Test, Hydrogen Embrittlement, Punch Rate, Static Load Test, Small Punch

1. INTRODUCCIÓN

Un aspecto crítico para los aceros de alta resistencia es su resistencia a la Corrosión Bajo Tensión (SCC) y a fenómenos de Fragilización por Hidrógeno (HE) los cuales conducen a la degradación de las propiedades mecánicas del material cuando se enfrentan a ambientes agresivos [1,2]. El efecto del hidrógeno es especialmente significativo para ambientes acuosos bajo protección catódica (como en las plataformas off-shore) o en presencia de H₂S (por ejemplo en las tuberías de transporte de gas). Tanto la SCC como la HE tienen como resultado fracturas frágiles en presencia de un ambiente agresivo y una tensión mantenida. Ambos fenómenos son dependientes de la velocidad de deformación y pueden desaparecer para niveles elevados de dicha velocidad mientras que, para velocidades muy bajas, el hidrógeno produce un efecto fragilizador [3].

Las recomendaciones de varios grupos de investigación en las últimas décadas se recogen en la norma ISO-7539 [4], en la cual se establecen requerimientos del tamaño de la probeta, velocidades de ensayo pero no especifica el procedimiento a seguir en numerosas aplicaciones. También existen situaciones particulares donde no se puede utilizar la norma para realizar caracterizaciones de materiales, como por ejemplo componentes en servicio, debido a la imposibilidad de mecanizar probetas de dimensiones adecuadas o con el espesor requerido. Estas situaciones están normalmente presentes en las uniones soldadas. Para encontrar una solución a estos escenarios, se han desarrollado los ensayos en miniatura, que precisan una probeta de dimensiones mucho menores que las que la norma exige. Entre estas técnicas alternativas, el ensayo Small Punch Test (SPT) es una de las más

importantes [5]. El ensayo SPT se basa en el punzonado de una probeta de dimensiones reducidas que permite estimar parámetros como por ejemplo límite elástico, tensión de rotura, y también tenacidad a fractura de materiales metálicos. En los últimos años, varios autores han probado la validez del ensayo SPT para caracterización en condiciones de HE y SCC [5-12]. Las velocidades han de ser muy lentas o cuasi estáticas para reproducir de manera precisa los micromecanismos que tienen lugar en los fallos por HE [5,11], o incluso realizar los ensayos en ambiente bajo cargas estáticas [11,12], aunque este proceso demanda mucho tiempo.

En este artículo se ha llevado a cabo una revisión de las técnicas del ensayo SPT así como su aplicación a los escenarios de HE, realizando ensayos desde muestras pre-fragilizadas al aire con velocidades convencionales hasta ensayos de muestras sumergidas en ambiente agresivo bajo carga estática pasando por ensayos sumergidos a diferentes velocidades de punzonamiento (0.01 mm/s-5E-5 mm/s). Posteriormente, se ha realizado una simulación numérica basada en el concepto de CTOD para obtener un orden de magnitud para la velocidad de punzonamiento que reproduce las condiciones presentes en la norma convencional de ensayos de mecánica de la fractura.

2. MATERIALES

El material usado en este estudio es un acero Cr-Ni-Mn de alta resistencia el cual se emplea para eslabones de anclas de gran tamaño en estructuras off-shore. Se obtiene mediante procesos de temple y revenido, dando lugar a una microestructura martensítica revenida en barras, que después son forjadas. Se han obtenido probetas compactas de fractura, de acuerdo a [13], y probetas entalladas de Small Punch [5,14] del material para su estudio. También se han mecanizado probetas de tracción para determinar el comportamiento mecánico del material recibido [13,15,16], obteniendo los resultados que se muestran en la Tabla 1. El contenido de hidrógeno del material según se ha recibido ha sido medido mediante la técnica de extracción en caliente en un analizador Leco^R, obteniendo un valor de 0,84ppm.

Tabla 1. *Propiedades mecánicas del acero.*

PARÁMETRO		VALOR
Límite elástico	(MPa)	920
Tensión de rotura	(MPa)	1015
Módulo de Young	(MPa)	205
Parámetros de Ramber-Osgood	N	15,5
	α	1,15
$J_{0,2}$	(kJ/m)	821
$KJ_{0,2}$	(MPa·m ^{0.5})	410
Contenido de H ₂	(ppm)	0,84

3. SIMULACIÓN DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO

Se ha empleado una condición ambiental conocida como carga catódica (CC) o polarización catódica. Produce una fragilización en el acero por la acción del hidrógeno que penetra y queda atrapado en él.

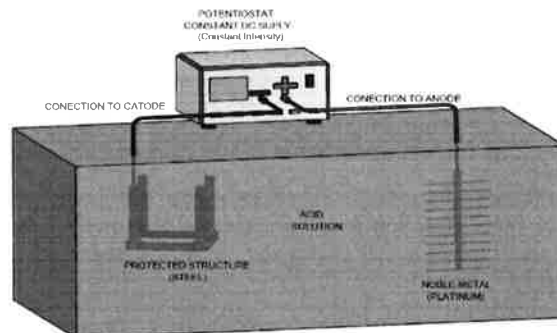


Figura 1. *Método de carga catódica [5,11].*

La Figura 1 representa un esquema de la metodología empleada en este trabajo [5,11]. Consiste en la interconexión, a través de un electrolito ácido, de un metal noble (platino) con el acero, el cual quedará protegido debido a la corriente interpuesta [1,17,18]. En este estudio se ha propuesto una solución 1N H₂SO₄ en agua destilada añadiendo 10 gotas de CS₂ y 10mg de As₂O₃ disueltos por litro de disolución [7,10,11,17,18,19]. La solución de As₂O₃ ha sido preparada mediante el método Pessouyre [17,19]. Como ánodo se ha utilizado una red de platino. El pH se ha controlado de tal forma que permanezca entre 0,65 y 0,80 durante los ensayos y la temperatura entre 20°C y 25°C. Se ha empleado una intensidad de corriente para la fragilización de 5mA/cm². El contenido en hidrógeno del material tras la exposición ha sido 5,86 ppm (frente a 0,84 ppm en el estado de recepción).

4. EL ENSAYO SMALL PUNCH (SPT)

El ensayo Small Punch se empezó a desarrollar a principio de los años 80 en el contexto de la industria nuclear [20], donde la cantidad limitada de material para los programas de vigilancia y la dificultad de manejar volúmenes grandes de material irradiado, hacía prácticamente imposible realizar ensayos de caracterización convencionales. Permite ensayar estructuras en servicio mediante la extracción de una muestra pequeña de material que no comprometa la integridad del componente [22]. Este ensayo consta de un código europeo de buenas prácticas (CWA 15627) editado por CEN en 2007 [14] a partir del cual se basa la futura norma europea que está en estado de revisión [21].

Se ha utilizado con éxito en ensayos para determinar las propiedades a tracción [23] y a fractura [24], para caracterizar situaciones de fragilización por irradiación neutrónica [25], estudio de la temperatura de transición dúctil-frágil de materiales metálicos [26], o fenómenos de fragilización por hidrógeno o corrosión bajo tensión. [5-12]. Consiste en el punzonamiento de una probeta plana de pequeñas dimensiones deformándola hasta la rotura, mientras se registran la fuerza aplicada y el desplazamiento del punzón. El resultado es una curva como las mostradas en la Figura 2 [27], donde para situaciones frágiles la curva no presenta Zona III, pasando de un comportamiento como placa a la inestabilidad plástica final, dando lugar a una rotura en estrella y menor desplazamiento del punzón (Figura 2.b).

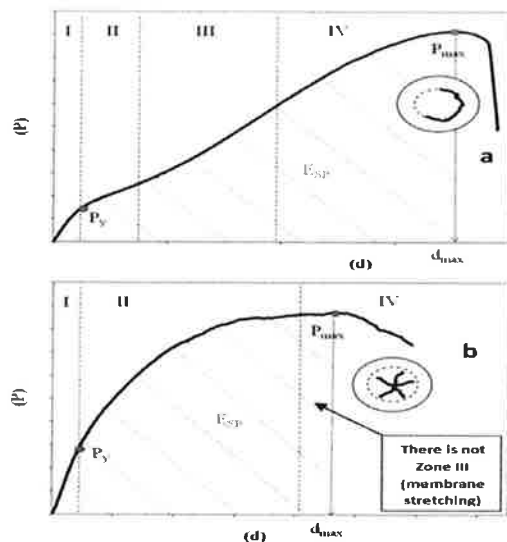


Figura 2. Curvas Fuerza-Desplazamiento de un ensayo SPT [27]. a) Materiales dúctiles; b) Materiales frágiles.

Cuando se caracterizan materiales en condiciones de fragilización por hidrógeno, la velocidad del ensayo es un parámetro a tener en cuenta [3,5,12] pues de ella dependerá el micromecanismo de fallo. En los procesos subcríticos en ambiente agresivo son muy empleadas las velocidades de ensayo muy bajas o casi estáticas [4] siendo los Slow Strain Rate Test (SSRT) y los ensayos bajo carga constante los más utilizados [28], para que el hidrógeno disponga de suficiente tiempo para difundir a las nuevas zonas fisuradas que se generan durante el ensayo [29,30]. Las últimas investigaciones de SPT en condiciones de fragilización por hidrógeno [5,11,12] muestran que deben emplearse ensayos bajo carga estática o a velocidad de punzonamiento muy lenta para permitir al hidrógeno causar todo su poder fragilizante. En [11] se presenta la tipología de curva SPT desplazamiento del punzón frente al tiempo para ensayos en ambiente bajo carga estática (Figura 3).

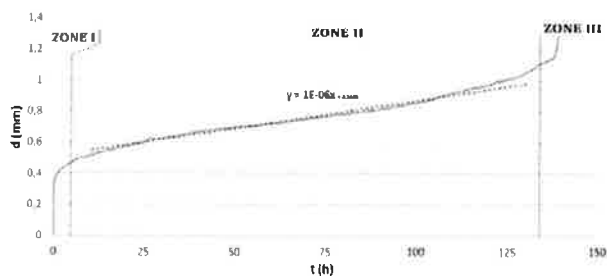


Figura 3. Curva SPT (desplazamiento-tiempo) para carga estática en ambiente [12].

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En primer lugar, se han realizado ensayos de fractura en ambiente agresivo (polarización catódica a $5\text{mA}/\text{cm}^2$) para determinar los micromecanismos mediante imágenes del microscopio electrónico de barrido (SEM), así como el valor de K_{IEAC} . Previo al ensayo, las muestras se sometieron a una exposición de 48 h en el mismo ambiente y condiciones agresivas que el del ensayo para

absorber hidrógeno. Dos velocidades de desplazamiento han sido empleadas en este estudio para analizar su efecto. Un ensayo se ha realizado a $6\text{E}-9\text{m/s}$ y el otro se ha realizado diez veces más rápido, a $6\text{E}-8\text{m/s}$, siguiendo las recomendaciones de la norma ISO-7539 [4]. La metodología propuesta por ASTM E-1820 [13] se ha utilizado para el cálculo de K_{IEAC} . La Figura 4 representa la realización de un ensayo.

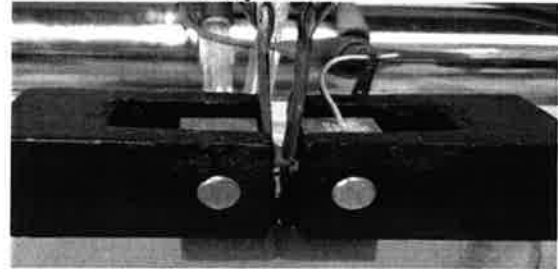


Figura 4. Ensayo a fractura realizado en ambiente.

La geometría empleada para las probetas de SPT [5,14,24,31] se representa en la Figura 5. Es una probeta plana de $10\text{mm} \times 10\text{mm}$ de sección y $0,5 \pm 0,01\text{mm}$ de espesor incluyendo una entalla lateral mecanizada mediante electroerosión de radio $0,15\text{mm}$. La orientación de la entalla en la probeta Small Punch y en la probeta compacta es la misma para reproducir la misma situación en ambos casos. Antes del ensayo, las probetas Small Punch han sido sometidas a una carga de hidrógeno exponiendo a las mismas al ambiente fragilizante durante 2 horas, suficiente para considerar una completa difusión del hidrógeno en el material [5]. Después de la carga de hidrógeno, se ha realizado el ensayo. Para el caso de SPT se han empleado cuatro condiciones de ensayo para estudiar diferentes situaciones y diferentes velocidades del punzón en cada una de ellas.

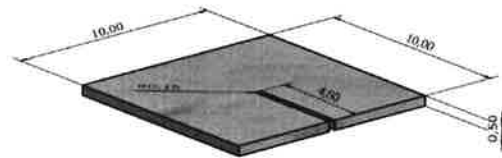


Figura 5. Probetas entalladas para el ensayo SPT.

- Probetas pre-fragilizadas ensayadas al aire a una velocidad del punzón convencional de $0,01\text{mm/s}$ [14,21] y a otra cinco veces más lenta de $0,002\text{mm/s}$, para comparar el efecto de la velocidad. Las probetas se han cargado en hidrógeno, e inmediatamente después han sido extraídas, secadas y ensayadas al aire.
- Probetas fragilizadas y ensayadas en continua exposición al ambiente a una velocidad convencional de $0,01\text{mm/s}$ y a la de $0,002\text{mm/s}$, cinco veces menor. Las muestras se han cargado y ensayado en un dispositivo específico que se ha diseñado, construido y patentado [32]. En esta ocasión la fuerza se aplica en la dirección horizontal, como se representa en la Figura 6.
- Probetas fragilizadas ensayadas en continua exposición al ambiente a una velocidad muy baja, 500 veces menor que la velocidad convencional, es decir, $5\text{E}-5\text{mm/s}$. Esta velocidad ya ha sido empleada por otros autores [5,6,9,10]. Estos ensayos también se han llevado a cabo en el dispositivo que representa la Figura 6

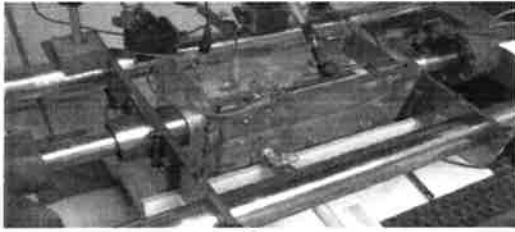


Figura 6. Probetas SPT ensayadas en ambiente.

• Probetas fragilizadas y ensayadas en una exposición continua con el ambiente bajo una carga estática. Varias probetas fueron ensayadas bajo cargas constantes decrecientes, hasta detenerse en aquella que no fue capaz de producir el agrietamiento a partir de la entalla. Esto provoca sucesivamente menores velocidades medias del descenso del punzón en la zona II de la curva. Para este ensayo, se ha diseñado un dispositivo que se representa en la Figura 7.

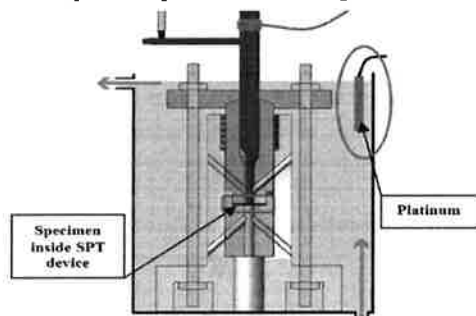


Figura 7. Esquema del dispositivo experimental SPT en ambiente bajo carga estática.

6. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

La Figura 8 y Figura 9 muestran el registro Carga-COD y la fractografía de probetas C(T) ensayadas en ambiente. Aplicando [13,16], se han obtenido valores de $K_{IEAC}=32,62\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ y $K_{IEAC}=30,08\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ para velocidades de ensayo de 6E-8m/s y 6E-9m/s respectivamente. La forma de las curvas tiende a máximos de carga y de COD menores al disminuir la velocidad. Hay una ligera influencia en la tenacidad a fractura a pesar de desarrollarse micromecanismos de fallo similares, (Figura 9), sin embargo el ensayo a menor velocidad desarrolla un proceso más frágil durante la propagación, que explica la diferente las diferencias entre ambas curvas. En la Figura 9 se aprecia un claro efecto del ambiente en el material como resultado de la rotura frágil, transgranular y una separación de los bordes de grano por la fractura en modo mixto. También se puede observar una ligera situación de mayor fragilidad en la situación del ambiente más agresivo.

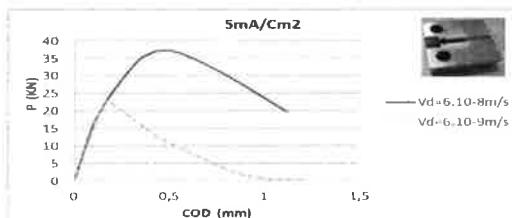


Figura 8. Curva experimental Catga-COD de un ensayo convencional a fractura.

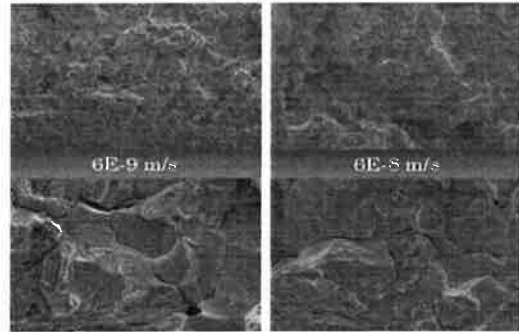


Figura 9. Imágenes del SEM de la superficie de rotura de un ensayo convencional a fractura.

La Figura 10 y Figura 11 representan las curvas y la fractografía de los ensayos Small Punch pre-fragilizados ensayados al aire a velocidades convencionales (0,01mm/s y 0,002mm/s). Se ha superpuesto en el gráfico la curva del material sin fragilización (línea negra). Se observa que la exposición al ambiente causa una importante fragilización en el material, lo que se traduce en una pérdida de propiedades mecánicas. La forma de la curva, que es la típica forma de materiales dúctiles (línea negra) presenta ahora una tipología totalmente frágil. Comparando las curvas de los ensayos a 0,01mm/s y a 0,002mm/s así como la fractografía, no se aprecian claras diferencias. En la Figura 11 se observan fracturas frágiles en modo mixto para ambas velocidades pero parecen menos frágiles que la fractografía de la Figura 9, correspondiente a un ensayo convencional a fractura.

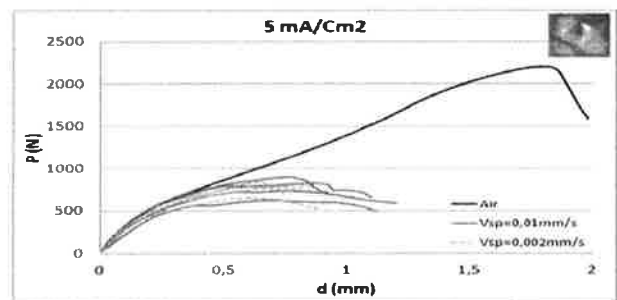


Figura 10. Curvas de probetas SPT pre-fragilizadas ensayadas al aire a velocidades convencionales.

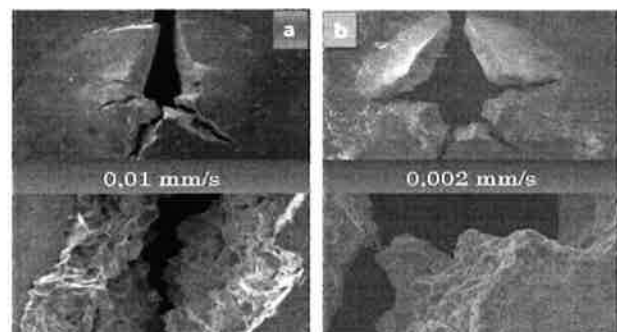


Figura 11. Imágenes de SEM de SPT pre-fragilizadas y ensayada al aire a velocidades convencionales.

Hay una competición entre dos efectos que tienen lugar. Por un lado, la menor velocidad de descenso del punzón da un mayor tiempo para que el hidrógeno atrapado en el material difunda hacia las nuevas áreas fisuradas y sus zonas cercanas con plasticidad, causando el efecto fragilizador. Por otro lado, la menor velocidad del

descenso del punzón implica un mayor tiempo de ensayo, y con ello una mayor difusión de hidrógeno fuera de la muestra por su pequeño espesor (0,5mm). Dicho efecto dual competidor dependerá de la microestructura del material y del hidrógeno atrapado en él [33].

Una alternativa que evita la situación anterior es realizar ensayos SPT en muestras expuestas a una fuente continua de hidrógeno, sumergiendo las probetas en el ambiente. La Figura 12 y Figura 13 presentan las curvas y la fractografía de ensayos SP con probetas fragilizadas ensayadas en ambiente con velocidades convencionales (0,01mm/s y 0,002mm/s), la línea negra presenta el material original sin exponer a ambiente. En este caso, el ambiente produce una importante fragilización, reflejada en las curvas SPT la típica forma frágil y un descenso de las propiedades en comparación con el material original. A pesar de que la curva de 0,01mm/s no se diferencia mucho de los ensayos SPT pre-fragilizados (Figura 10), existe una clara diferencia entre las dos velocidades. Las curvas para la velocidad más lenta (0,002mm/s) muestran una evidente reducción de las propiedades mecánicas (menos carga máxima y desplazamiento) comparándolas con la velocidad más rápida (0,01mm/s) y con la misma velocidad en probetas pre-fragilizadas. En consecuencia, puede afirmarse que los ensayos sumergidos en el ambiente tienen una mayor influencia en la fragilización.

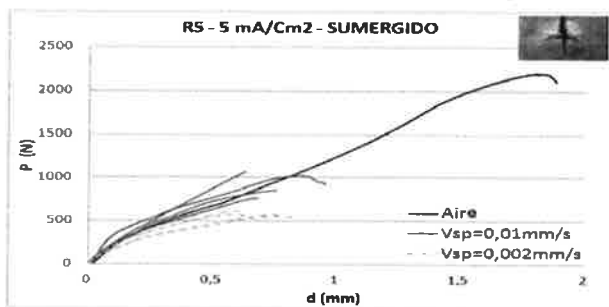


Figura 12. Curva SPT fragilizadas ensayadas en ambiente a velocidades convencionales.

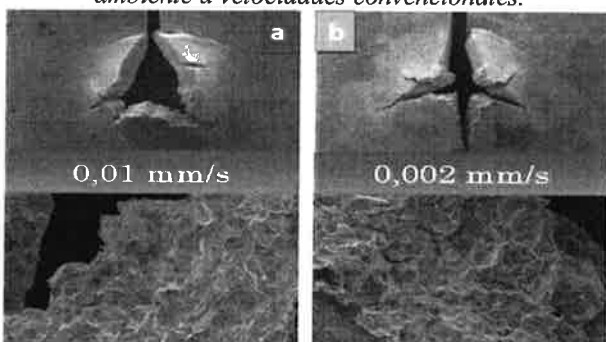


Figura 13. Imágenes de SEM de SPT fragilizadas ensayadas en ambiente a velocidades convencionales.

Se aprecian un modo mixto de fractura en la fractografía para ambas velocidades (0,01mm/s y 0,002mm/s) con ligeras diferencias entre ambas. La menor velocidad muestra una fragilización debido a una mayor transgranularidad y la separación de los bordes de grano también mayores. Parece que sumergiendo las muestras fragilizadas durante el ensayo y reduciendo la velocidad del punzón para permitir difundir a las zonas plásticas el

hidrógeno es la manera para reproducir de manera más precisa los micromecanismos que tienen lugar.

La Figura 14 y la Figura 15 presentan las curvas y fractografía de los ensayos SPT realizados sobre probetas SP fragilizadas ensayadas en ambiente a velocidades muy bajas (5E-5mm/s) [6]. Para comparar se ha pintado en negro el ensayo de la probeta de material sin fragilizar.

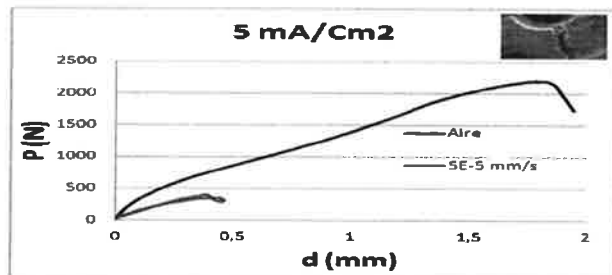


Figura 14. Curva SPT fragilizadas ensayadas en ambiente a velocidad muy baja.

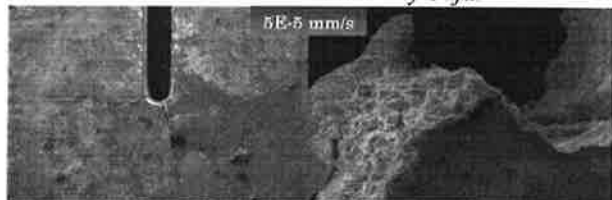


Figura 15. Imágenes SEM de SPT fragilizada ensayada en ambiente a velocidad muy baja.

Para estudiar los efectos de las velocidades muy bajas se han ensayado probetas sumergidas en ambiente bajo carga estática. La Figura 16 representa el registro del desplazamiento-tiempo y la Figura 17 muestra las macrografías de las muestras ensayadas con esta metodología.

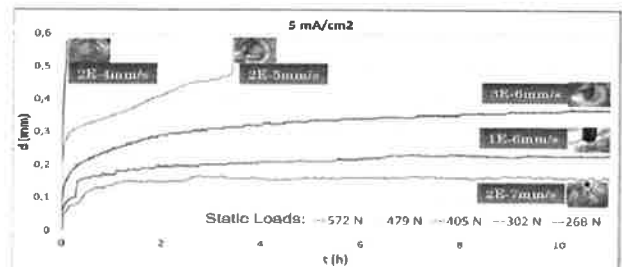


Figura 16. Curva Desplazamiento-Tiempo de SPT fragilizadas ensayadas en ambiente bajo carga estática.



Figura 17. Detalle de SPT fragilizadas ensayadas en ambiente bajo cargas estáticas ("e" no se agrietó).

Las cargas determinadas producen una velocidad de descenso del punzón que variará a medida que se vayan generando nuevas zonas fisuradas debido a la exposición de ambiente agresivo y cargas aplicadas [11]. Las dos cargas mayores han producido la rotura en 5 minutos y menos de 4 horas, correspondiendo con velocidades de

E-4mm/s y E-5mm/s. El resto de muestras han mostrado una cuasi-estable zona II, obteniendo velocidades entre E-6mm/s y E-7mm/s. En las velocidades entre E-6mm/s y E-7mm/s, el hidrógeno ha tenido el tiempo suficiente para ejercer su capacidad fragilizadora por lo que los micromecanismos deberían de ser similares a los de la Figura 15. Por ello, se puede afirmar que el ensayo Small Punch Con cargas estáticas es un método apropiado para reproducir la fragilización por hidrógeno. La desventaja de este método es la necesidad de varias probetas para encontrar aquella que no produce fisura desde la entalla.

7. CONCLUSIONES

Se ha llevado a cabo un análisis de las curvas obtenidas de probetas SPT entalladas y de sus micromecanismos en diferentes condiciones. Probetas pre-fragilizadas se han ensayado al aire a velocidades de 0,001mm/s y 0,002mm/s, y probetas fragilizadas se han ensayado en ambiente a velocidades desde 0,01mm/s hasta cargas estáticas (llegando a E-7mm/s). Se puede concluir:

- Son necesarias velocidades muy lentas para llevar a cabo ensayos SP para caracterizaciones en ambiente. Esto hace necesario una continua exposición de la muestra al ambiente fragilizador, por ejemplo sumergiéndolo durante el ensayo completo.
- Velocidades a partir del entorno de 5E-5 mm/s muestran similares micromecanismos que los ensayos convencionales de mecánica de la fractura en probetas C(T) para el mismo ambiente.
- Las cargas estáticas desarrollan velocidades entre E-6mm/s y E-7mm/s como resultado de la variación de la flexibilidad del sistema asistida por el ambiente. Esta técnica requiere de varias probetas y tiempo abundante para analizar cada condición ambiental.

Se recomienda la realización de ensayos SP con probetas entalladas, fragilizadas y sumergidas en ambiente para situaciones de fragilización por hidrógeno, a velocidades en torno a E-6mm/s, 10.000 veces más lento que el ensayo convencional al aire [14,21]. Estas directrices aseguran reproducir los micromecanismos actuantes durante procesos reales.

AGRADECIMIENTOS

Al MINECO financiación para proyectos coordinados MAT2011-28796-C03 y MAT2014-58738-C3-3-R entre UC, UniOvi y UBU.

REFERENCIAS

- [1] J.M. Hamilton, "The challenges of Deep-Water Arctic Development", *International Journal of Offshore and Polar Engineering*, **21** (4), (2011), 241-247.
- [2] G.P. Tiwari, A. Bose, J.K. Chakravarty, S.L. Wadekar, M.K. Totlani, R.N. Arya, R.K. Fotedar, "A study of internal hydrogen embrittlement of steels", *Materials Science and Engineering A*, **286** (2000) 269-281.
- [3] J. Rehrl, K. Mraczek, A. Pichler, E. Werner, "Mechanical properties and fracture behavior of hydrogen charged AHSS/UHSS grades at high- and low strain rate tests", *Materials Science & Engineering A*, **590** (2014) 360-367.
- [4] ISO 7539:2011; Parts 1 to 9 "Corrosion of metals and alloys".
- [5] B. Arroyo, Caracterización mecánica de aceros de alta y media resistencia en condiciones de fragilización por hidrógeno mediante ensayos Small Punch, Tesis, Universidad de Cantabria, 2017.
- [6] B. Tao, G. Kaishu, "Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility of stainless steel 304L welded joint by small punch test", *Material and Design*, **561 52** (2013), 849-860.
- [7] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I. Peñuelas, B. Arroyo, "Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test", *Materials Science & Engineering A*, **626** (2015), 342-351.
- [8] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I.I. Cuesta, "Effect of hydrogen embrittlement on the tensile properties of CrMoV steels by means of the small punch test", *Materials Science & Engineering A*, **664** (2016), 165-176.
- [9] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, "Study of the energy for embrittlement damage initiation by SPT means. Estimation of KEAC in aggressive environments and rate considerations", *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, **86** (2016), 61-68.
- [10] T.E. García, B. Arroyo, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, J.A. Álvarez, "Small punch test methodologies for the analysis of the hydrogen embrittlement of structural steels", *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, **86** (2016), 89-100.
- [11] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, C. Uribe, T.E. García, C. Rodríguez, "Analysis of key factors of hydrogen environmental assisted cracking evaluation by small punch test on medium and high strength steels", *Materials Science and Engineering A*, **691** (2017), 180-194.
- [12] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, P. González, F. Gutiérrez-Solana, "Using Small Punch tests in environment under static load for fracture toughness estimation in hydrogen embrittlement", *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, **272**, Issue 1, (2017), Article number 012033.
- [13] ASTM E-1820-01, "Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness", Annual Book of ASTM Standards, 2001.
- [14] CWA 15627, "Small Punch test method for metallic materials, Part A: Code of practice for Small Punch creep testing, Part B: Code of practice for Small Punch testing for tensile and fracture behavior", Documents of CEN WS21, Brussels, 2007.
- [15] ASTM E-8-11, "Standard test methods for testing of metallic materials".
- [16] ASTM E399-12, "Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials".
- [17] J.A. Álvarez, Fisuración inducida por hidrógeno de aceros soldables microaleados. Caracterización y modelo de comportamiento, Tesis, Universidad de Cantabria, 1998.
- [18] J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, "An elastic-plastic fracture mechanics based methodology to characterize cracking behaviour and its applications to environmental assisted processes", *Nuclear engineering and design*, vol. **188**, Pp. 185-202, 1998.
- [19] G.M. Pressouyre, Tesis, Carnegie Mellon University, 1997.
- [20] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling, "The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties", *Journal of Nuclear Materials*, **103 & 104**, 1981, pp. 1545-1550.
- [21] EN Standard Working Draft WI, "Metallic materials - Small punch test method" Documents of ECIS/TC 101, AFNOR, 2018.
- [22] J.S. Ha, E. Fleury, "Small Punch test to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I Mechanical Strength", *Internacional Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol **75**, 1998, pp. 699-706.
- [23] M. Eskner, R. Sandstrom, "Mechanical property using the small punch test", *Journal of Testing and Evaluation*, vol **32**, N° 4, January 1995, pp. 282-289.
- [24] R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, "Use of small punch notched specimens in the determination of fracture toughness", *ASME 2008 Pressure Vessels and Piping Conference*, **66** (2008), 1363-1369.
- [25] D. Finarely, M. Roedig, F. Carsughi, "Small Punch Tests on Austenitic and Martensitic Steels Irradiated in a Spallation Environment with 530 MeV Protons", *Journal of Nuclear Materials* **328**, 2004, pp. 146-150.
- [26] M.C. Kim, Y.J. Oh, B.S. Lee, "Evaluation of ductile-brittle transition temperature before and after neutron irradiation for RPV steels using Small Punch tests", *Nuclear Engineering and Design* **235**, 2005, pp. 1799-1805.
- [27] R. Lacalle, Determinación de las propiedades en tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos Small Punch. Tesis, Universidad de Cantabria, 2012.
- [28] A.J. Sedriks, Stress corrosion cracking test methods, National association of corrosion engineers, 1989.
- [29] G.M. Pressouyre, "A clasification of hydrogen traps in Steel", *Metallurgical transactions A*, **10** (1979), 1571-1573.
- [30] F. Gutiérrez-Solana, A. Valiente, J.J. González, J.M. Varona, "Strain-based fracture model for stress corrosion cracking of low-alloy steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, **27A** (1996), 291-304.
- [31] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, "Analysis of the small punch test capability to evaluate the response of high strength steels facing HIC or SCC", *American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division* (Publication) PVP, Volume **6B-2016**, (2016), Code 125172.
- [32] B. Arroyo, J.A. Álvarez, "Dispositivo para la realización de un ensayo de punzonado en condiciones de sumersión en un solución líquida", Patente, Universidad de Cantabria, 2015.
- [33] G.M. Pressouyre, I.M. Bernstein, "An example of the effect of hydrogen trapping on hydrogen embrittlement", *Metallurgical transactions*, vol. **12**, n° A, pp. 835-844, 1981.