

FACTORES CLAVE PARA LA ESTIMACIÓN DEL UMBRAL DE TENSIONES USANDO ENSAYOS SMALL PUNCH MEDIANTE LA APLICACIÓN DE LA TÉCNICA DE CARGA POR ESCALONES

Laura Andrea¹, Borja Arroyo^{1*}, José Alberto Álvarez¹, Federico Gutiérrez-Solana¹

¹ LADICIM – Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales, Universidad de Cantabria, Avda. Los Castros 44, 39005 Santander, Spain

* Persona de contacto: arroyob@unican.es

RESUMEN

Este trabajo analiza la estimación de la tensión umbral de materiales metálicos en ambientes agresivos mediante ensayos Small Punch, a los cuales se les implementa la técnica de ensayos por escalones recogida en la normativa ASTM F1624. La misma permite solventar algunas cuestiones clave como la reducción del tiempo de ensayo necesario o el número de probetas a emplear para la determinación del umbral de tensiones, a la vez que se minimizan las incertidumbres. La implementación de esta técnica, pensada para probetas uniaxiales de dimensiones convencionales, sobre probetas Small Punch supone adaptar ciertas cuestiones, que se abordan en el presente trabajo.

En primer lugar, se lleva a cabo un análisis de viabilidad de la técnica escalonada en caracterizaciones Small Punch, comprobándose que se reproducen los mismos micromecanismos de fallo que en los ensayos normalizados. Seguidamente, es necesario analizar y adecuar los tiempos de exposición de cada uno de los escalones, fijados en la normativa ASTM F1624 para probetas uniaxiales en función de la dureza del material, de manera que se optimice el tiempo de ensayo en probetas Small Punch. Finalmente, es necesario proponer algún tipo de correlación para transformar las cargas umbral obtenidas mediante la aplicación de la técnica escalonada Small Punch en tensiones umbral, cuestión que para los ensayos uniaxiales es directa.

PALABRAS CLAVE: Small Punch test, Umbral de tensiones, Técnica de carga por escalones.

ABSTRACT

This work analyzes the estimation of the threshold stress of metallic materials in aggressive environments through Small Punch tests, to which the step testing technique included in the ASTM F1624 standard is implemented. It allows solving some key issues such as reducing the necessary testing time or the number of specimens to be used to determine the stress threshold, while minimizing uncertainties. The implementation of this technique, designed for uniaxial specimens of conventional dimensions, on Small Punch specimens involves adapting certain issues, which are addressed in this work.

Firstly, a feasibility analysis of the stepwise technique is carried out in Small Punch characterizations, verifying that the same failure micromechanisms are reproduced as in the standardized tests. Next, it is necessary to analyze and adapt the exposure times of each of the steps, set in the ASTM F1624 standard for uniaxial specimens depending on the hardness of the material, so that the test time in Small Punch specimens is optimized. Finally, it is necessary to propose some type of correlation to transform the threshold loads obtained by applying the Small Punch stepwise technique into threshold stresses, a question that is direct for uniaxial tests.

KEYWORDS: Fracture, Structural Integrity, Fatigue.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros de alta resistencia y baja aleación, de amplia utilización en nuestros días, contienen mayores cantidades de elementos de aleación que los aceros al carbono, menos carbono y una microestructura más fina, lo que los hace más susceptibles al ataque ambiental. Por ello, es importante considerar esta susceptibilidad a la corrosión a la hora de seleccionar y utilizar estos materiales en ambientes agresivos, siendo necesario

probar y controlar la evolución de sus propiedades antes de su instalación, así como durante su vida en servicio. En estos materiales existe una tensión umbral en ambientes agresivos; variará según el tipo de aleación y la combinación específica de ambientes agresivos.

Para obtener la tensión umbral se suelen utilizar las normas ISO 7539 [1] y ASTM E1681 [2], que describen el uso de ensayos de deformación lenta o ensayos bajo carga constante. Pero la principal desventaja de estas

técnicas es la necesidad de un cierto número de probetas cilíndricas y un consumo de tiempo muy elevado, de hasta 10.000 h por ensayo [2-4]. Esta duración se puede reducir de manera interesante siguiendo la norma ASTM F1624 [5], que permite obtener la tensión umbral en unos pocos días y con un mínimo de 3 muestras ensayadas en el medio ambiente. Es válida para aceros de durezas superiores a iguales a 33HRC, y consiste en utilizar escalones de carga constantes e incrementales cada cierto tiempo hasta que se produzca la rotura de la probeta.

Aunque esta metodología ha representado un gran avance, todavía requiere el uso de probetas de tamaño convencional, que en ocasiones pueden ser difíciles de obtener a partir de componentes en servicio, o en caracterizaciones locales como uniones soldadas. Es en esos escenarios donde el ensayo Small Punch (SPT) se convierte en una alternativa.

Recientemente se ha demostrado la aplicación de ASTM F1624 SPT para estimar cargas umbral en escenarios de fragilización por hidrógeno [3,4]. Sin embargo, teniendo en cuenta que las muestras cilíndricas estándar (es decir, Ø8-12 mm) no tendrán las mismas condiciones de difusión de hidrógeno que las de SPT de 0,5 mm de espesor, parece lógico que la duración de los escalones tampoco sea la misma, sino considerablemente más corta. En los primeros trabajos [3] se utilizaron duraciones arbitrarias operativamente convenientes para demostrar la validez de la metodología. Finalmente, una vez clarificada la capacidad del SPT para la determinación de cargas umbrales, se requiere de expresiones para transformarlas en tensiones umbrales. Estas cuestiones son las que se abordan en el presente trabajo.

2. METODOLOGÍA ASTM F1624 [5]

Este ensayo consiste en la media del tiempo para la iniciación del agrietamiento subcrítico en aceros expuestos a ambientes agresivos. Consiste en imponer progresivamente escalones de carga que se incrementan después de un tiempo determinado (definido en función del acero) hasta la rotura de la probeta. Se puede encontrar una explicación esquemática en la Figura 1, que describe la metodología resumida.

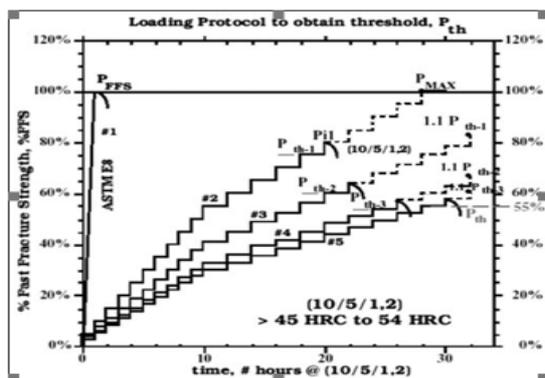


Figura 1. Técnica de carga escalonada ASTM F1624.

DEFINICIÓN DE P_{FFS} : El primer paso consiste en el ensayo de una probeta de tracción al aire según la normativa ASTM E8 [13], cuya carga máxima definirá la carga P_{FFS} , un límite superior a partir del que el perfil de los escalones de carga será definido.

En general, cuanto mayores sean las propiedades de tracción del acero y, por tanto, su dureza, mayores serán los efectos de fragilización por ambiente sobre él [6]. En base a esto, la norma ASTM F1624 [5] no incluye aceros con dureza inferior a 33HRC, y define tres perfiles de carga escalonada diferentes en función de la dureza, representados por un código numérico entre paréntesis (ver Tabla 1). Esto permite reducir los tiempos de ensayos en aceros de muy alta resistencia (> 54HRC) mientras que deja más tiempo para que el hidrógeno provoque sus efectos en materiales más blandos (33≤45HRC).

DEFINICIÓN DE P_{th} : Como recoge la Tabla 1, se define para cada una de las probetas a ensayar una secuencia de 20 escalones hasta una carga máxima anticipada cuyas magnitudes y duraciones son función de la dureza del acero objeto de estudio. En el primer ensayo la carga máxima anticipada es directamente la carga P_{FFS} obtenida en el ensayo al aire, mientras que en el resto se obtiene como la carga de rotura de la secuencia anterior incrementada en el 10%. Se van ensayando las sucesivas probetas bajo sus respectivos perfiles de escalones hasta el momento en que la diferencia entre las cargas de fallo arrojadas por dos sucesivas difiera menos del 5%, identificando dicha carga, o tensión si es el caso, como el umbral P_{th} . En cada probeta, al verse disminuida la carga máxima también lo hará la velocidad de sollicitación.

Tabla 1. Perfil de escalones en función del acero.

Dureza (HRC)	Escalón	Carga escalón (% P_{max})	Tiempo escalón (h)	Código perfil carga
33 a <45	1 to 10	5	2	(10/5/2.4)
	11 to 20	5	4	
45 a 54	1 to 10	5	1	(10/5/1.2)
	11 to 20	5	2	
>54	1 to 20	5	1	(10/5/2.4)



Figura 2. Ensayos convencionales según ASTM F-1624.

3. MATERIALES Y METODOLOGÍA

3.1. Materiales y ambientes fragilizantes

En este trabajo se presentan las conclusiones extraídas durante una experimentación de varios años sobre varios materiales; los siguientes son los que han ocupado la mayor parte del programa experimental:

- Acero S420 de media resistencia, con dureza de 35HRC, de uso en vasijas a presión y estructuras off-shore con microestructura ferrítico-perlítica.
- Acero X80 de media resistencia, con dureza de 33HRC, de empleo en fabricación de tuberías de gas o petróleo con microestructura ferrítico-perlítica.
- Acero ARNE de herramienta templado y revenido de alta resistencia, con dureza de 50HRC, con microestructura de martensita revenida.
- Acero ARNE de herramienta templado y revenido de alta resistencia, con dureza de 60HRC, con microestructura de martensita revenida.

Para reproducir las condiciones ambientales acontecidas en los procesos industriales, donde la fragilización por hidrógeno generalizada, o ya bien su intensidad en zonas locales, provocan daño desde el punto de vista metalúrgico [15] se ha empleado un sistema de polarización catódica. El electrolito empleado ha consistido en una disolución de 1N de H₂SO₄ en H₂O destilada, la cual ha sido preparada según el método propuesto por Pressouyre empleado en [7, 8, 9], conteniendo además 10mg de As₂O₃ y 10 gotas de CS₂ por litro de disolución. El pH fue controlado en el rango 0,65 - 0,80 y la temperatura entre 20°C y 25°C. En la Figura 3 se presenta un esquema del sistema empleado, donde la probeta (acero) opera como electrodo de trabajo, un electrodo saturado de calomel como referencia y una rejilla de platino el contraelectrodo. La disolución acuosa se mantuvo en constante agitación para evitar burbujas de H₂ o depósitos locales. Para generar varias agresividades de ambiente se han empleado tres niveles de agresividad de polarización catódica, que han sido de 1, 5 y 10 mA/cm².

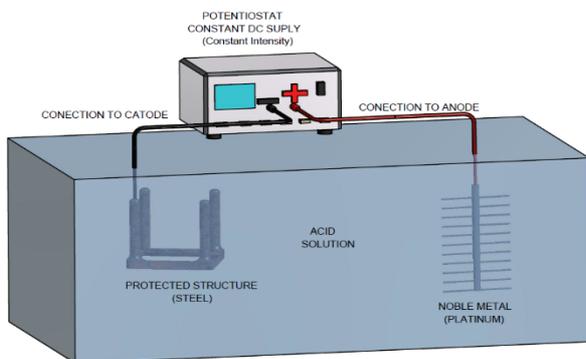


Figura 3. Sistema de polarización catódica empleado.

3.2. Aplicación de la metodología ASTM F1624 al SPT

Al aplicar la técnica de ASTM F1624 aplicada al SPT para obtener la carga límite, la esencia se conserva pero hay que hacer algunas modificaciones. La propuesta indica seguir los siguientes pasos:

1. Se realiza un ensayo SPT en aire según [10], para obtener la carga de rotura rápida $P_{FFS-SPT}$, definida por la máxima carga alcanzada en el ensayo SPT, P_{max} .
2. Seguidamente, las probetas son expuestas al medio ambiente durante 2 h antes de los ensayos mecánicos. Este tiempo es resultado de investigaciones previas [3, 11] para asegurar la saturación y una difusión estacionaria.
3. Se aplican sucesivamente escalones de carga en tantas muestras como sean necesarias hasta obtener la carga límite (aquella en la que la diferencia entre dos cargas límite consecutivas sea <5%), definiéndose la carga límite en el medio, P_{th} , como el valor obtenido en el último ensayo. Al menos 3 muestras deben ser utilizadas en el medio como mínimo, incluso si las dos primeras ya convergían por debajo del 5%. La muestra está permanentemente sumergida en el medio para que el hidrógeno no difunda fuera de la muestra. La diferencia básica con las indicaciones de la normativa es el tiempo de duración de los escalones, que evidentemente será más corto, pero es algo de lo que se tratará en el epígrafe de resultados y análisis.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Duración óptima de los escalones de carga SPT

Se llevó a cabo un estudio para determinar la duración óptima de los escalones de carga para cada uno de los rangos de dureza anteriormente definidos. Se eligieron tiempos con duraciones de 1/4, 1/6 y 1/8 de los indicados por ASTM F1624 para los ensayos convencionales, según muestra la tabla siguiente.

Tabla 2. Duraciones de escalones SPT estudiadas

Dureza (HRC)	Escalón	Tiempos 1/8	Tiempos 1/6	Tiempos 1/4
33 a <45	1-10	30'	20'	15'
	11-20	60'	40'	30'
45 a 54	1-10	15'	10'	7'
	11-20	30'	20'	15'
>54	1-20	15'	10'	7'

El estudio se llevó a cabo sobre tres de los aceros: S420 (35HRC) y los dos ARNE (50HRC y 60HRC), y en cada caso se emplearon tres niveles de agresividad de 1, 5 y 10 mA/cm². Los resultados obtenidos se presentan en las figuras y en la tabla siguiente.

Puede verse que en los tres aceros, y para todos los ambientes estudiados, los tiempos 1/6 de los propuesto por ASTM F-1624 resultaron ser los óptimos. Al emplear tiempos más largos (1/4 de propuesto por ASTM F1624) no se apreciaban reducciones en los valores de las cargas umbral obtenidas, mientras que para tiempos más cortos (1/8 de propuesto por ASTM F1624) los valores de carga umbral se hacían mayores, lo que implica que la exposición aplicada no era suficiente para que el ambiente pueda generar todo su poder fragilizante, y por tanto no se estaba dejando que fuera la interacción material-ambiente la que gobernase el proceso, además de obtenerse resultados del lado de la inseguridad.

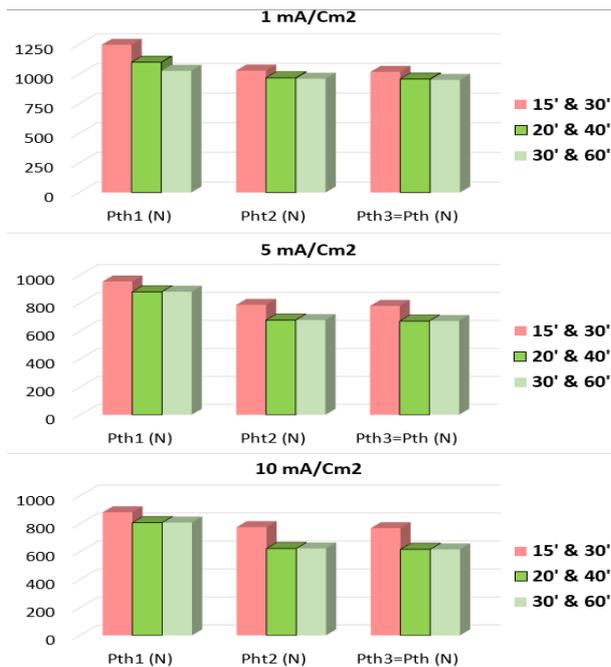


Figura 4. Tiempos de escalones SPT en S420.

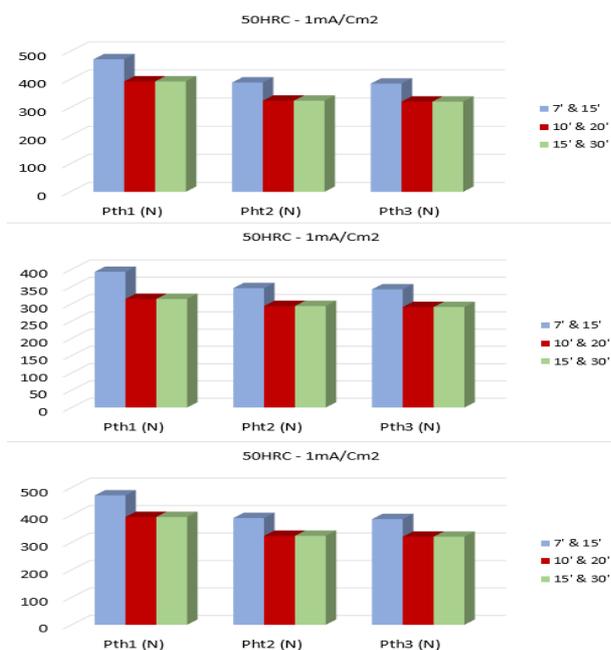


Figura 5. Tiempos de escalones SPT en ARNE 50HRC.



Figura 6. Tiempos de escalones SPT en ARNE 60HRC.

4.2. Reproducción de los micromecanismos

Una vez comprobado que existe un tiempo óptimo de escalones, que además en todos los ambientes está en la misma proporción que el propuesto en ASTM F1624 (1/6), y que da lugar a la estimación de una carga umbral, parece lo natural comprobar que los micromecanismos que se presentan entre la caracterización en base a ensayos con probetas uniaxiales según ASTM F1624 y sus homólogos en base a ensayos SPT son los mismos.

Las figuras siguientes presentan micrografías SEM tomadas en todos los ambientes de los aceros S420 y X80 en la última probeta de secuencia de ensayo, es decir en la que arroja el valor tomado como carga umbral o tensión umbral. Se eligen estos aceros, a modo ilustrativo (ya que poner todos los resultados sería demasiado extenso para el trabajo), por ser los de menor dureza y quedar prácticamente al límite de validez de ASTM F1624, al ser este tipo de materiales de media resistencia donde más dudas podría suscitar la validez de la propuesta.

A pesar de todo ello, en todos los casos la técnica SPT (derecha) reproduce los mismos mecanismos apreciados en la caracterización convencional según ASTM F1624 (izquierda). En ambos materiales, el nivel de menor agresividad presenta mecanismos típicos de fragilización por hidrógeno con presencia de microhuecos, tanto en las probetas uniaxiales como en las ensayadas según la propuesta SPT. A medida que el ambiente se hace más agresivo el mecanismo se hace aún más frágil, con una marcada intergranularidad, que se deja ver tanto en las probetas uniaxiales como en las SPT, capaces de marcar los bordes de grano tan bien como las ASMT F1624.

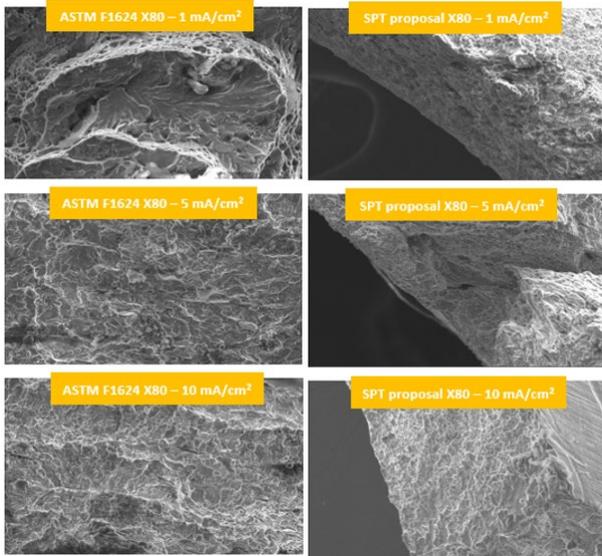


Figura 6. Fractografía ASTM F1624 y SPT en S420.

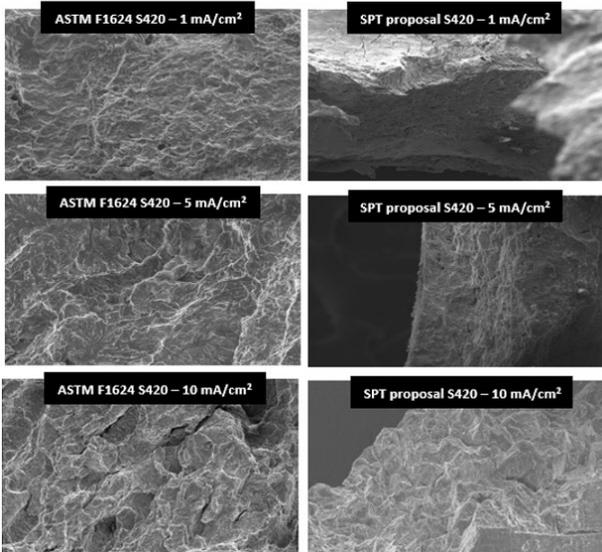


Figura 7. Fractografía ASTM F1624 y SPT en X80.

4.3. Estimación de tensión umbral con SPT

Una vez validada la capacidad de la técnica de carga por escalones aplicada al ensayo SPT para la estimación de cargas umbral en este último, el devenir natural, sin menospreciar la utilidad de la estimación de cargas umbral, sugiere la necesidad de su transformación en tensiones umbral, ya que este es el parámetro de interés ingenieril para la realización de cálculos.

A modo de ejemplo, la figura siguiente muestra la evidente relación entre las tensiones umbral obtenidas mediante ASTM F1624 y las cargas umbral obtenidas mediante la propuesta SPT para los ambientes estudiados en los aceros S420 y X80. Ello hace que la anteriormente citada necesidad de transformar estas cargas en tensiones umbral tome viabilidad.

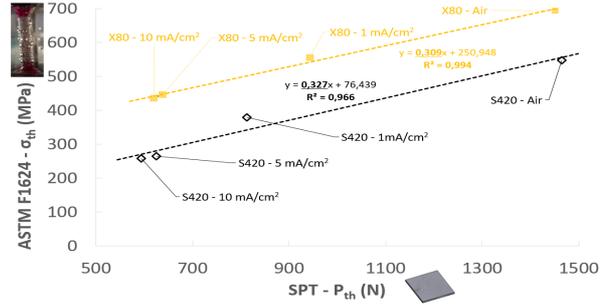


Figura 8. Relación entre las tensiones umbral obtenidas mediante ASTM F1624 y las cargas umbral obtenidas mediante la propuesta SPT para los ambientes estudiados en los aceros S420 y X80.

En vista de esta buena correlación, cuando se estudian en detalle los valores numéricos obtenidos de los ensayos realizados en el presente trabajo, se puede afirmar que, para los ensayos según propuesta SPT, las cargas umbral obtenidas, P_{th-SP} , son en todos los casos menores que la carga máxima del ensayo SPT realizado al aire, P_{max} , pero mucho mayores que la carga de tránsito elástico-plástico del material al aire, P_y , es decir:

$$P_y < P_{th-SPT} < P_{max} \quad (1)$$

Tal como se presenta en la Figura 8, una proporcionalidad constante entre la reducción en las tensiones umbral de tracción y las fuerzas umbral de ensayos SPT debido a la fragilización en ambos materiales está representada por las pendientes casi idénticas antes mencionadas. Esto indica que el fenómeno debería depender entonces del componente plástico de la carga ($P_{th}-P_y$). En consecuencia, se puede proponer una expresión para estimar la tensión umbral, σ_{th-SPT} , a partir de una carga umbral de ensayo SPT, P_{th-SP} , que es la suma de un componente elástico, σ_{el} , y otro plástico, σ_{pl} :

$$\sigma_{th-SPT} = \sigma_{el-SP} + \sigma_{pl-SP} \quad (3)$$

Donde σ_{el-SP} es el componente elástico, que se determinará a partir de la carga elástico-plástica del ensayo SPT al aire, P_y , que marca el inicio de los fenómenos plásticos. Y, por otro lado, según la teoría elástica de placas [10] la tensión máxima en la superficie inferior de una placa circular de espesor " h_0 " empotrada en todo su contorno y sometida a una carga vertical centrada en el centro de la placa, " P_y ", responde a la expresión:

$$\sigma_{el-SPT} = \frac{3}{2 \cdot \pi \cdot h_0^2} \cdot P_y \quad (4)$$

Por su parte, σ_{pl} es el componente plástico, que se puede obtener de acuerdo con numerosos enfoques en la literatura [3] para obtener tensiones a partir de cargas Small Punch; en este caso la componente plástica de la carga (" $P_{th-SP} - P_y$ "), y el espesor de la probeta, " h_0 ". Para este caso se propone la siguiente estructura, que implica un coeficiente de correlación adimensional, " α ":

$$\sigma_{pl-SP} = \frac{\alpha}{h_0^2} \cdot (P_{th-SP} - P_y) \quad (5)$$

A partir de esto, introduciendo " P_y " y " P_{th-SP} " en N y " h_0 " en mm, se propone la expresión (6) para el mejor ajuste de los datos experimentales ($\alpha = 0.0806$ y $R^2 = 0.960$). Los resultados obtenidos de su aplicación se presentan en la Figura 9, donde se puede observar que los resultados se encuentran dentro del intervalo de error de $\pm 10\%$, el cual se acepta como la incertidumbre general en la mecánica de la fractura, principalmente en la mecánica local de la fractura como los procesos subcríticos observados.

$$\sigma_{th-SPT} = \frac{3}{2 \cdot \pi \cdot h_0^2} \cdot P_y + \frac{0.0806}{h_0^2} \cdot (P_{th-SPT} - P_y) \quad (6)$$

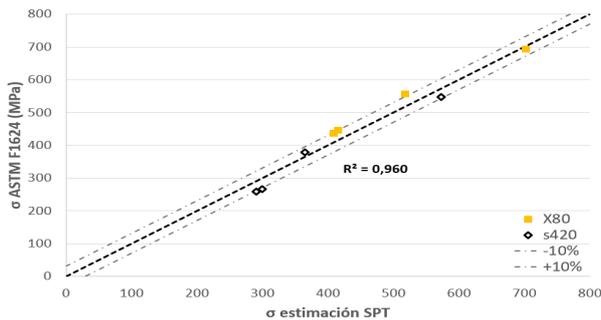


Figura 9. Mejor ajuste para la tensión umbral obtenida mediante la aplicación de la expresión (6)

Esta expresión, validada para los aceros de menor dureza, y en proceso de hacerlo en la actualidad para los aceros ARNE de 50HRC y 60HRC, ha demostrado que la tensión umbral puede ser estimada en base únicamente a ensayos Small Punch. Sin embargo, para su funcionamiento requiere del uso de un coeficiente de ajuste, α , que para estos aceros de durezas 33 y 35 HRC se ha determinado único y de valor 0.0806, pero cuyo valor variará previsiblemente para otros valores de dureza. Sería interesante llegar a obtener la dependencia del valor del coeficiente α con la dureza.

5. CONCLUSIONES

La metodología de ensayo por escalones incrementales propuesta en ASTM F1624 ha quedado validada para su aplicación a ensayos Small Punch, pudiendo llegarse a estimar el valor de la carga umbral en ambiente.

Para ello, en ensayos SPT se emplearán 2h de fragilización de muestras, y unos tiempos de escalones iguales a 20' y 40' para los escalones 1-10 y 11-20 en aceros entre 33 y 44 HRC, 10' y 20' para los escalones 1-10 y 11-20 en aceros entre 45 y 54 HRC, y 10' para los 20 escalones en aceros de dureza superior a 55HRC, es decir 1/6 de los estipulados en ASTM F1624 para ensayos sobre probetas uniaxiales.

El estudio fractográfico llevado a cabo ha demostrado que en la propuesta SPT se dan los mismos

micromecanismos que en los ensayos según ASTM F1624. Por ello se ha propuesto la siguiente correlación experimental para estimar tensiones umbrales a partir de cargas umbrales, donde α es un coeficiente de ajuste experimental a ajustar en función de la dureza del acero.

$$\sigma_{th-SPT} = \frac{3}{2 \cdot \pi \cdot h_0^2} \cdot P_y + \frac{0.0806}{h_0^2} \cdot (P_{th-SPT} - P_y)$$

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación aportada mediante proyectos de las convocatorias de Plan Nacional, así como a la Universidad de Cantabria y al Gobierno de Cantabria por la financiación aportada mediante las convocatorias de Proyectos Puente.

REFERENCIAS

- [1] Iso, 7539, Parts 1 to 9, Corrosion of Metals and Alloys, 2011.
- [2] ASTM E1681-03, Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment Assisted Cracking of Metallic Materials, 2013.
- [3] Arroyo, B.; Andrea, L.; Gutiérrez-Solana, F.; Álvarez J.A.; González, P. Threshold stress estimation in hydrogen induced cracking by Small Punch test based on the application of the incremental step loading technique. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 2020, vol.110, nº102839
- [4] Arroyo, B.; Andrea, L.; Gutiérrez-Solana, F.; Álvarez J.A. Time optimization of step loading technique in hydrogen embrittlement small punch tests. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 2022, vol.117, nº103206
- [5] ASTM F1624-18, Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique, 2018.
- [6] J.J. González, F. Gutiérrez-Solana, J.M. Varona, The effects of microstructure, strength level, and crack propagation mode on stress corrosion cracking behavior of 4135 steel, Metallurgical and Materials Transactions A, vol.27A, pp. 281-290, (1996).
- [7] Arroyo B., Álvarez J.A., Lacalle R., Uribe C., García T.E., Rodríguez C., "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.
- [8] Bernstein I.M., Pressouyre G.M., "Role of traps in the microstructural control of hydrogen embrittlement of steels", Noyes Publ, Park Ridge, NJ, Pittsburgh, (1988).
- [9] Álvarez J.A., Gutiérrez-Solana F., "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).
- [10] EN 10371:2021, "Metalic materials - Small punch test method", European standards ICS 77.040.10, (2021).
- [11] T.E. García, B. Arroyo, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, J.A. Álvarez, "Small punch test methodologies for the análisis of the hydrogen embrittlement of structural steels", Theoretical Applied Fracture Mechanics vol. 86, pp. 89-100, 2016.