

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS
INDUSTRIALES Y DE TELECOMUNICACIÓN**

UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



Proyecto Fin de Grado

**DISEÑO, CONSTRUCCIÓN, VALIDACIÓN Y
PATENTE DE UN EQUIPO PARA LA
REALIZACIÓN DE ENSAYOS SMALL
PUNCH EN CONDICIONES DE SUMERSIÓN
EN DISOLUCIÓN LÍQUIDA**

**(Design, construction, validation and patent of
a device for Small Punch testing in liquid
solution submersion conditions)**

Para acceder al Título de

GRADUADO EN INGENIERÍA MECÁNICA

Autor: Borja Arroyo Martínez

Octubre - 2015

A mis padres

Al abuelo "Manolo"

AGRADECIMIENTOS

Mis primeras palabras de gratitud, como no podría ser de otra forma, son para mis padres, pues ellos son los responsables de que hoy esté yo aquí, y siempre han estado ahí para mí, incluso cuando las cosas no iban tan bien. No tendría suficiente papel para poder agradecer la comprensión que siempre he recibido por su parte, sobre todo por la de mi madre, en cada paso que he ido dando en estos 28 años que llevamos juntos. Nunca olvidaré su cara de asombro cuando les dije que mientras trabajaba quería estudiar Ingeniería Mecánica, seguro que pensaron que estaba loco, pero aún así me apoyaron y creyeron conmigo que sería una realidad.

No con menos intensidad quiero agradecerle a mi recientemente fallecido abuelo "Manolo" todos los buenos ratos que me dio desde mis primeros días de edad; han sido 28 años maravillosos donde hemos podido compartir muchas cosas que desearía que todo nieto pudiera tener con su abuelo. Nunca podré agradecerle el creer en mí día a día, ni el mote de "Ingeniero de 14 carreras" que me puso cuando me embarque en la aventura que culmina con este trabajo, pues rezumaba orgullo por los poros; sólo siento el tiempo que le quité durante sus últimos meses para dedicarlo a esto. Igualmente quiero tener unas palabras para mi abuela Julia, mi tío "Lolo" y mis primos Miriam y Saúl, pues es el resto de la familia que me queda, y también han sabido contribuir con su granito de arena siempre conmigo.

Finalmente agradezco a todo el personal del grupo de Materiales (laboratorio LADICIM) del departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno de los Materiales de la Universidad de Cantabria por haberme dejado trabajar con ellos durante los últimos 5 años. Principalmente a mi director de tesis doctoral (y del presente trabajo) Jose Alberto Álvarez, por compartir las labores investigadoras, docentes y del día a día en general conmigo, y enseñarme con cada una de ellas lecciones importantes. Tampoco deben ser olvidadas otras personas como Estela, Javi, David, Tiberio, Soraya, Israel o Fran por los cafés y tardes en los congresos; Irene por su siempre dedicada labor casi de segunda madre en el trabajo más que de secretaria; Chema y Fede por su trabajo día a día por sacar adelante la parte financiera; Isidro y Jose por los buenos ratos en el laboratorio; Diego, Rober, Sergio y Román por sus respuestas a mis inquietudes, tanto científicas como no; Jesus por las noches trabajando juntos cuando todos se habían ido; Juan, Carlos, Manuel y Alfredo por los consejos y ayudas recibidas cuando estaba en proceso de creación de mis prototipos artesanales o pequeñas "ñapas".

*Para comenzar un gran proyecto hace falta valor;
para terminar un gran proyecto hace falta perseverancia.*

*The key is being proud
... but not too arrogant*

(Frases que me inspiraron en los momentos de flaqueza)

| | | | |
|---------------------|--|-------|------------|
| TÍTULO | Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | | |
| AUTOR | Borja Arroyo Martínez | | |
| DIRECTOR / PONENTE | Jose Alberto Álvarez Laso | | |
| GRADO EN INGENIERÍA | <i>Mecánica</i> | FECHA | 19-10-2015 |

PLABRAS CLAVE

Dispositivo experimental, Diseño de elementos, Evaluación por elementos finitos, Construcción de prototipo, Validación experimental, Patente con examen previo, Ensayo Small Punch sumergido, Ensayos en ambiente adverso, Ensayos a baja velocidad, Protección catódica y Carga catódica, Corrosión bajo tensión y Fragilización por hidrógeno, Metodología experimental.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA / OBJETIVOS

La caracterización mecánica de elementos de responsabilidad empleados en diversos ámbitos es crucial en las pruebas de seguridad y fiabilidad, dado que es la herramienta que permite definir los límites resistentes de los materiales que los constituyen, así como el estudio de la evolución de los mismos con el tiempo y la exposición ante condiciones ambientales adversas en presencia de sollicitaciones.

Uno de los principales problemas presentes en la industria de los hidrocarburos reside en los causados en sus componentes por la corrosión bajo tensión (principalmente en instalaciones off-shore o próximas al mar) y del fenómeno de fragilización por hidrógeno (más problemático en las infraestructuras de transporte). Es habitual la modificación de los condicionantes ambientales (cambios en el PH de las aguas, intensidad de protección catódica, salinidad, temperatura, oscilación de cargas mecánicas imprevistas, ...); por ello se hace necesario controlar la evolución de las propiedades mecánicas de los elementos en servicio de cara a evitar fallos inesperados, pudiendo predecir el fallo y planificando las paradas del servicio.

Existen ocasiones en la que no es posible llevar a cabo ensayos sobre componentes que por sus dimensiones o singularidad sean capaces de satisfacer los estándares convencionales. Una alternativa contrastada y muy estudiada durante las últimas décadas la constituye el ensayo Small Punch. Consiste en punzonar un probeta plana de pequeñas dimensiones deformándola hasta rotura. Este ensayo quasi-no-destructivo, que nació en la década de los 80 para tratar de evaluar los efectos de la irradiación neutrónica, ha alcanzado grandes cotas de desarrollo en el campo de la caracterización mecánica de materiales durante los últimos años.

En la actualidad se encuentra en una fase pre-normativa, contando ya con un código de buena práctica, editado por la Comisión Europea de Normalización (CEN).

El objetivo de este Trabajo de Fin de Grado es el desarrollo de un dispositivo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión líquida, el cual será utilizado en programas experimentales de Corrosión Bajo Tensión y fragilización por Hidrógeno.

Asimismo, se pretende esbozar una metodología experimental, basada en investigaciones previas, para estimar las propiedades en ambiente agresivo empleando el ensayo Small Punch.

También, se pretende construir el dispositivo anteriormente mencionado, calibrarlo y validarlo, incorporando las mejoras que se estimen oportunas. Tras todo ello se estima que será factible la solicitud de una patente nacional con examen previo sobre el prototipo.

Una vez hecho lo anterior se validará la metodología experimental planteada utilizando el equipo construido. Con ello se podrán delimitar las líneas de trabajo futuro al respecto.

DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO

En primer lugar se repasan los conceptos básicos de los fenómenos de Corrosión Bajo Tensión y fragilización por Hidrógeno, además hace una pequeña revisión normativa de los ensayos mecánicos en ambientes adversos, analizando los aspectos que deben reunirse para el fin perseguido.

Posteriormente se realiza una revisión del estado del conocimiento de las técnicas de ensayo Small Punch y de las metodologías existentes para correlacionar los resultados de este ensayo con las propiedades mecánicas del material. Asimismo se propone una nueva metodología para la estimación de las propiedades en ambiente agresivo empleando el ensayo Small Punch, que una vez construido el equipo será validada junto con él.

En una segunda instancia, con el fin de aprovechar una infraestructura existente, se idea un dispositivo capaz de llevar a cabo ensayos de punzonado a pequeña escala en dirección horizontal, sumergiendo la probeta en una disolución líquida mientras se aplican velocidades de sollicitación de muy baja entidad. Se diseña el dispositivo en cuestión mediante un software 3D, asegurando el cumplimiento de todos los requerimientos necesarios, validando el diseño con un pequeño análisis mediante simulación por elementos finitos. Asimismo dan unas directrices de montaje y se ha estimado su coste y plazo de ejecución.

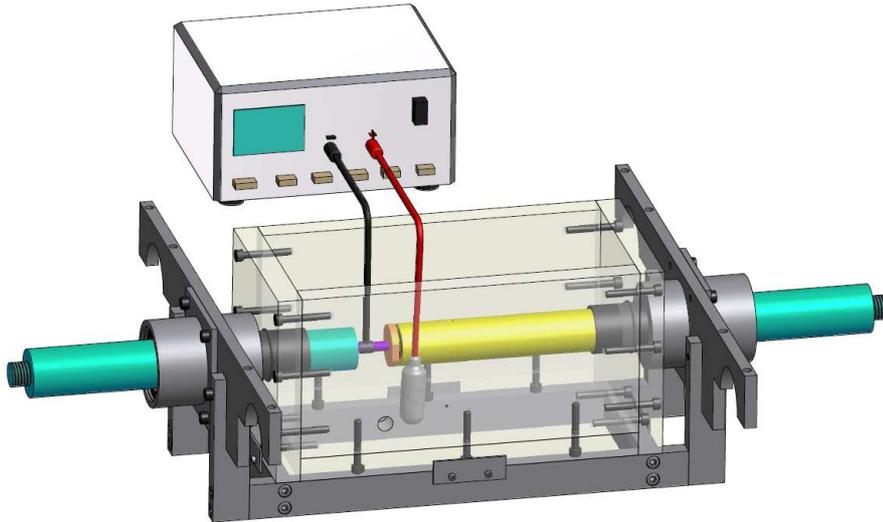


Figura 1. Equipo diseñado.

Un tercer paso es la construcción del equipo y su posterior montaje, dando cabida a algunas modificaciones encaminadas a un mejor funcionamiento del prototipo. Tras ello se compara el coste final con el presupuesto inicialmente calculado, observando que, pese a las modificaciones, no presenta desviaciones excesivas.

Se valida el correcto funcionamiento del equipo mediante la obtención de algunos resultados experimentales. Con ello se demuestra la aplicabilidad del ensayo Small Punch sobre probetas pre-entalladas para la determinación del parámetro de iniciación de grietas en ambientes agresivos con presencia de Hidrógeno; se comprueba que la metodología en la que se lleva a cabo el ensayo sumergido en el ambiente agresivo a baja velocidad de sollicitación es más consistente que las técnicas de pre-fragilización y el posterior ensayo al aire. Con todo ello se deja ver la utilidad del equipo construido.

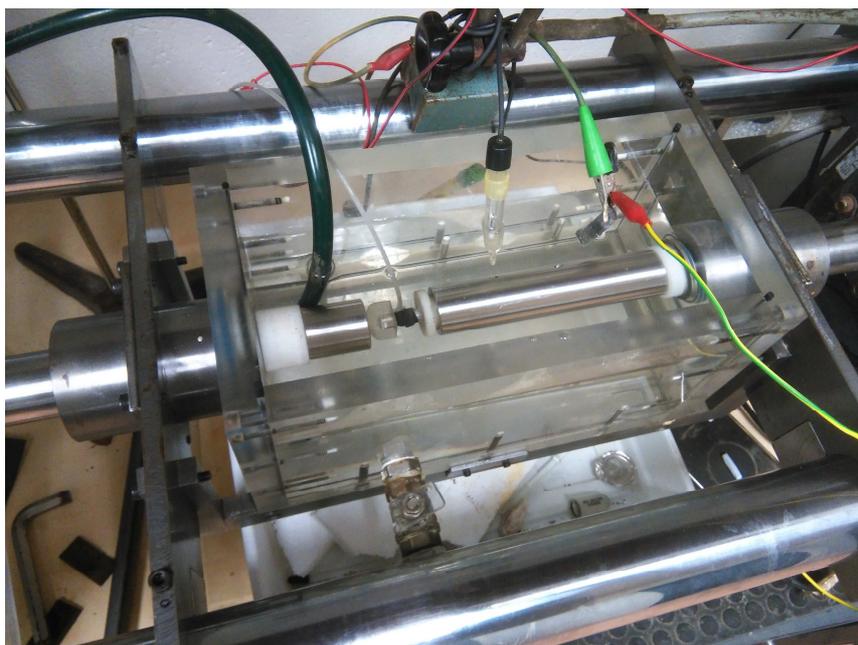


Figura 2. Equipo construido durante un ensayo.

Finalmente se esboza como fue solicitada y concedida recientemente una patente nacional con examen previo, así como algunas otras formas de difusión de resultados como ponencias en congresos o publicaciones. También se marcan las líneas para el trabajo futuro en este campo de investigación.

CONCLUSIONES / PRESUPUESTO

Se ha diseñado, modificado, construido y validado satisfactoriamente un prototipo para la realización de ensayos Small Punch sumergidos en ambiente agresivo a baja velocidad, con el objetivo de llevar a cabo ensayos en condición de corrosión bajo tensión y fragilización por hidrógeno.

Se ha propuesto y validado una metodología para la estimación del parámetro de fractura mediante ensayos Small Punch en condiciones de influencia de hidrógeno; asimismo se han esbozado las líneas de trabajo futuro en este sentido.

Se ha tramitado una patente nacional con examen previo sobre el prototipo anteriormente mencionado. Igualmente se han llevado a cabo algunas publicaciones donde se hace uso del mismo.

El presupuesto final ha sido el resultado de la suma de los importes del mecanizado de los elementos principales para su construcción, el coste de los accesorios auxiliares que deben comprarse, y los costes de mano de obra de montaje, verificación y puesta a punto del equipo. Los importes son los que siguen. El plazo de ejecución se estimó en un mes aproximadamente.

| Concepto | Importe (€) |
|---------------------------------|-----------------|
| Mecanizado | 2.990,00 |
| Elementos auxiliares | 179,63 |
| Montaje y verificación | 125,00 |
| IMPORTE TOTAL SIN I.V.A. | 3.294,63 |
| I.V.A. (21%) | 691,87 |
| TOTAL | 3.986,50 |

Tabla 1. Presupuesto total

Una vez construido el equipo se comparó su coste final con el presupuesto inicialmente calculado. Este ascendió a 3.688,25 €, es decir 393,62 € más elevado (hablando de cantidades sin I.V.A.), lo que supone un 12% más. Puede parecer una desviación alta, pero realmente es algo razonable para la construcción del prototipo, ya que por un lado la partida de mecanizado (que supone un 70% del presupuesto) tenía bastante incertidumbre en el presupuesto de partida, y por otro lado fueron introducidas algunas modificaciones a la hora de la construcción que inicialmente no estaban contempladas. El plazo de ejecución se ciñó al inicialmente previsto.

BIBLIOGRAFÍA

- 1 LACALLE CALDERÓN, ROBERTO, Tesis Doctoral: "Determinación de las propiedades de tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos *Small Punch*". Santander: Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales, Universidad de Cantabria, Mayo de 2012.
- 2 GALVELE, J.R., "Corrosión Bajo Tensión, estado actual de conocimiento", Anales de mecánica de la fractura, Vol. 18, (2001).
- 3 NATIONAL PHYSICAL LABORATORY, "Guides to Good Practice in Corrosion Control, Stress Corrosion Cracking".
- 4 R. E. RICHER, J. L. FINK and E. ESCALANTE, "Evidence of film-induced cleavage by electrodeposited rhodium".
- 5 M. WOLLMAN, "Structural Integrity: stress corrosion cracking, corrosion fatigue", Universidad Politécnica de Madrid, Mayo 2012.
- 6 <http://www.analisisdefractura.com/picaduras/corrosion-bajo-tension/>
- 7 UNE-EN ISO 7539. Corrosión de metales y aleaciones. Ensayos de corrosión bajo tensión.
- 8 National Association of Corrosion Engineers (NACE). Stress Corrosion Cracking Test Methods.
- 9 ASTM G-39, "Standard Practice for Preparation and Use of Bent-Beam Stress Corrosion Test Specimens", ASTM, Philadelphia, PA, 1979.
- 10 CWA 15627:2007. Small Punch Test Method for Metallic Materials. European Committee for Standardization, 2007.
- 11 MANAHAN, M. P., ARGON, A. S. y HARLING, O. K. "The Development of a Miniaturized Disk Bend Test for the Determination of Postirradiation Mechanical Properties". Journal of Nuclear Materials 103-104. 1981, págs. 1545-1550.
- 12 ESKNER, M. y SANDSTRÖM, R., "Mechanical Property Evaluation by Small Punch Test", Journal of Testing and Evaluation, Vol. 32, Nº 4, 2009.
- 13 FLEURY, E. y HA, J. S., "Small Punch Tests to Estimate the Mechanical Properties of Steels for Steam Power Plant: I. Mechanical Strength", International Journal of Pressure Vessels and Piping 75, págs. 699 – 706, 1998.
- 14 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, págs. 342-351, 2015.
- 15 Tao Bai, Peng Chen, Kaishu Guan, "Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility of stainless steel 304L with surface nanocrystallization by small punch test", Material Science & Engineering A, 561 (2013) 498-506.
- 16 B. ARROYO, J.A. ÁLVAREZ, R. LACALLE, F. GUTIÉRREZ-SOLANA, T.E. GARCÍA "Environmental effects on R5 steel under cathodic protection and cathodic charge. Characterization using the Small Punch Test", Proceedings of the 2nd SSTT, Austria, 2014.
- 17 B. ARROYO, J.A. ÁLVAREZ, R. LACALLE, T.E. GARCÍA, F. GUTIÉRREZ-SOLANA "Capacidad del ensayo Small Punch para la determinación del parámetro de iniciación de grietas en condiciones de fisuración inducida por hidrógeno", XXXII Encuentro del Grupo Español del Fractura, Zamora, 2015.
- 18 ASTM E 1820-01, "Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness", Annual book of ASTM Standards, 2001.
- 19 STEVENS, M.F., "Effect of microstructure and trapping on the hydrogen embrittlement susceptibility of a Titanium bearing HSLA steel", Doctoral Thesis, Carnegie Mellon University, 1984.
- 20 ASTM E 4, "Standard Practices for Force Verification of Testing Machines"

- 21 ASTM E 74, "Practice for Calibration of Force Measuring Instruments for Verifying the Force Indication of Testing Machines", Annual Book of ASTM Standards, Vol 07.01.
- 22 ASTM G 129, "Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking", Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.02.
- 23 ASTM E 8, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.
- 24 <http://www.cathodicprotection101.com/proteccion-catodica.htm>
- 25 ASTM D 1141, "Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water", Annual Book of ASTM Standards.
- 26 ÁLVAREZ, J.A., "*Fisuración inducida por hidrógeno de aceros soldables microaleados: Caracterización y modelo de comportamiento*", Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria 1998.
- 27 G.M. PREYSSOURE, PHD Thesis, Carnegie Mellon University, 1997.
- 28 <http://es.wikipedia.org/wiki/Polimetilmetacrilato>
- 29 STURM, ROMAN and GRUM, JANEZ, "Accelerated Test Determination of Creep Properties for Different P24 Steel Weldment", Ostrava: Metallurgical Journal LXIII, 2010. Determination of Mechanical Properties of Materials by Small Punch and other Miniature Testing Techniques. Págs. 44-49.
- 30 HYO-SUN YU, EVI-GYUN NA, and SE-HI CHUNG, "Assessment of stress corrosion cracking susceptibility by a small punch test"
- 31 JEROME ISSELIN, AKIRA KAI, KAZUHIKO SAKAGUCHI and TETSUO SHOJI, "Assessment of the Effects of Cold Work on Crack Initiation in a Light Water Environment Using the Small Punch Test", Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 39A, Mayo 2008.
- 32 TAO BAI, PEN CHEN and KAISHU GUAN, "Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility os stainless Steel 304L with surface nanocrystallization by small punch test", Materials Science & Engineering A 561 (2013) 498 – 506.
- 33 <http://oa.upm.es/3786/1/Picazo-E15.pdf>
- 34 [http://www.skf.com/pe/products/linear-motion/linear-guides-and-tables/linear-ball-](http://www.skf.com/pe/products/linear-motion/linear-guides-and-tables/linear-ball-bearings/linear-ball-bearing-lbc/index.html)
- 35 [bearings/linear-ball-bearing-lbc/index.html](http://www.skf.com/pe/products/linear-motion/linear-guides-and-tables/linear-ball-bearings/linear-ball-bearing-lbc/index.html)
- 36 http://www.epidor.com/documentos/B-JuntasToricas_JuntasEQ.pdf
- 37 http://www.sanmetal.es/docs/SANMETAL_TORICAS.pdf
- 38 ANDRÉS ÁLVAREZ, D., Trabajo Fin de Máster: "Diseño de una máquina para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de fluencia", Universidad de Cantabria, Octubre de 2012.
- 39 D. A. VERMILYEA; Stress-Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron-Base Alloys (R. W. Staehle, J. Hockmann, R. D. McCright, and J. E. Slater, eds.), NACE, Houston (1977).
- 40 R. W. STAEHLE Stress-Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron-Base Alloys (R. W. Staehle, J. Hockmann, R. D. McCright, and J. E. Slater, eds.), NACE, Houston (1977).
- 41 R. N. PARKING; Corrosión, Sci. , 20 (1980), pág. 147.
- 42 P. L. ANDERSEN; Corrosion, 47 (1991) págs. 9-17.
- 43 R. C. NEWMAN K. SIERADZKI, and H. S. ISAACS; Metall. Trans.A, 13A(1982)p.2015.
- 44 MERINO GUTIÉRREZ, S., Trabajo Fin de Grado: "Determinación del parámetro umbral de tensiones empleando ensayos Small Punch en condiciones de fragilización por hidrógeno", Universidad de Cantabria, Junio de 2015.

ÍNDICE

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS | 5 |
| 1.1 | INTRODUCCIÓN | 5 |
| 1.2 | OBJETIVOS | 7 |
| 2 | CORROSIÓN BAJO TENSIÓN Y FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO | 9 |
| 2.1 | INTRODUCCIÓN | 9 |
| 2.2 | MECANISMOS DE FALLO INDUCIDO POR EL AMBIENTE | 10 |
| 2.2.1 | Camino preferente y disolución anódica | 11 |
| 2.2.2 | Fragilización por Hidrógeno | 11 |
| 2.2.3 | Clivaje inducido..... | 12 |
| 2.3 | OCURRENCIA DE CBT Y FH | 13 |
| 2.4 | AMBIENTES CAUSANTES DE CBT | 15 |
| 2.5 | EL EFECTO DEL POTENCIAL ELECTRODO | 15 |
| 2.6 | DEPENDENCIA DE LA ALEACIÓN | 17 |
| 2.7 | EFEECTO DE LA TENSION..... | 18 |
| 3 | ENSAYOS EN AMBIENTE ADVERSO | 21 |
| 3.1 | INTRODUCCIÓN | 21 |
| 3.2 | ENSAYOS DE TRACCIÓN UNIAXIAL | 21 |
| 3.3 | ENSAYOS DE FLEXIÓN..... | 24 |
| 3.4 | ENSAYOS CON PROBETAS EN FORMA DE U..... | 26 |
| 3.5 | ENSAYOS CON PROBETAS EN FORMA DE C..... | 27 |
| 4 | EL ENSAYO SMALL PUNCH | 29 |
| 4.1 | INTRODUCCIÓN | 29 |
| 4.2 | PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 30 |
| 4.2.1 | Dispositivos experimentales..... | 30 |
| 4.2.2 | Probetas empleadas | 32 |
| 4.2.3 | Procedimiento de ensayo al aire o convencional | 33 |
| 4.2.4 | Resultados de los ensayos | 34 |
| 4.3 | DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE TRACCION MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH..... | 37 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 4.4 | DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH..... | 38 |
| 4.4.1 | Determinación de la tenacidad mediante probetas pre-entalladas | 40 |
| 4.4.2 | Metodología para la estimación del parámetro de fractura..... | 41 |
| 5 | ESTIMACIÓN DE LAS PROPIEDADES EN AMBIENTE AGRESIVO USANDO EL ENSAYO SMALL PUNCH | 45 |
| 5.1 | INTRODUCCIÓN | 45 |
| 5.2 | ANTECEDENTES DEL EMPLEO DEL SPT EN AMBIENTE | 46 |
| 5.3 | METODOLOGÍA PARA LA ESTIMACIÓN MEDIANTE SPT DE LAS PROPIEDADES EN AMBIENTE AGRESIVO, KJ_{th} | 46 |
| 5.3.1 | Obtención de KJ_{th-B} a partir de J_{Ic} para ensayos en ambiente..... | 47 |
| 5.3.2 | Comparación de KJ_{th-B} frente a los ensayos convencionales | 48 |
| 5.4 | CONCLUSIONES..... | 53 |
| 6 | REQUERIMIENTOS PARA EL DISEÑO DEL EQUIPO..... | 55 |
| 6.1 | INTRODUCCIÓN | 55 |
| 6.2 | MÁQUINA DE ENSAYO DONDE ACOPLAR EL DISPOSITIVO | 55 |
| 6.2.1 | Mordazas..... | 57 |
| 6.2.2 | Selección de rango de velocidades de deformación | 57 |
| 6.3 | ASPECTOS AMBIENTALES..... | 58 |
| 6.3.1 | Composición de las soluciones a emplear | 58 |
| 6.3.2 | Potencial del electrodo..... | 62 |
| 6.3.3 | Temperatura | 62 |
| 6.3.4 | Efecto del PH..... | 63 |
| 6.3.5 | Cámara ambiental | 63 |
| 6.3.6 | Utillaje Small Punch adaptado | 64 |
| 6.4 | RESUMEN DE REQUISITOS PRINCIPALES | 66 |
| 7 | DISEÑO DE LOS ELEMENTOS DEL EQUIPO | 67 |
| 7.1 | CONDICIONES INICIALES..... | 67 |
| 7.2 | ESTRUCTURA SOPORTE | 68 |
| 7.2.1 | Cepos | 69 |
| 7.2.2 | Subestructura | 71 |
| 7.2.3 | Cubos para alojar rodamientos | 71 |
| 7.3 | CÁMARA AMBIENTAL..... | 73 |
| 7.4 | DISEÑO DE ADAPTACIÓN DEL ÚTILLAJE SPT EXISTENTE | 76 |

| | | |
|-----------|---|------------|
| 7.5 | DISPOSITIVO COMPLETO..... | 79 |
| 7.6 | COMPROBACIÓN MEDIANTE SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS | 81 |
| 7.7 | ESPECIFICACIONES DE MONTAJE DEL DISPOSITIVO | 84 |
| 7.7.1 | Componentes del dispositivo | 84 |
| 7.7.2 | Montaje de la cámara ambiental | 84 |
| 7.7.3 | Montaje de la estructura soporte..... | 85 |
| 7.7.4 | Colocación del utillaje Small Punch | 89 |
| 7.7.5 | Colocación del resto de equipamientos..... | 91 |
| 8 | PRESUPUESTO Y PLAZO DE EJECUCIÓN | 93 |
| 8.1 | COSTES DE MECANIZADO Y FABRICACIÓN..... | 93 |
| 8.2 | COSTE DE ELEMENTOS AUXILIARES | 94 |
| 8.3 | COSTE DE MANO DE OBRA DE MONTAJE Y VERIFICACIÓN | 95 |
| 8.4 | RESUMEN DEL PRESUPUESTO..... | 96 |
| 8.5 | PLAZO DE EJECUCIÓN | 96 |
| 9 | CONSTRUCCIÓN, VALIDACION Y PATENTE | 97 |
| 9.1 | VARIACIONES RESPECTO AL DISEÑO ORIGINAL..... | 97 |
| 9.2 | COSTE FINAL DE CONSTRUCCIÓN VS PRESUPUESTO..... | 102 |
| 9.3 | CALIBRACIÓN..... | 104 |
| 9.4 | VALIDACIÓN DEL EQUIPO | 107 |
| 9.5 | SOLICITUD DE PATENTE Y PUBLICACIONES | 112 |
| 10 | CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO | 115 |
| 10.1 | CONCLUSIONES..... | 115 |
| 10.2 | TRABAJO FUTURO..... | 116 |
| 10.2.1 | Optimización de la metodología planteada | 116 |
| 10.3 | Estudio de la fragilización por hidrógeno mediante ensayos Small Punch bajo carga estática..... | 117 |
| | BIBLIOGRAFÍA..... | 119 |
| | ANEXO 1: INFORME DE LA SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS | 123 |
| | ANEXO 2: PLANOS PARA EL MECANIZADO | 137 |
| | ANEXO 3: NOTIFICACIÓN DE CONCESIÓN Y PATENTE CON EXAMEN PREVIO | 161 |

1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 INTRODUCCIÓN

La caracterización mecánica de elementos de responsabilidad empleados en diversos ámbitos es crucial en las pruebas de seguridad y fiabilidad, dado que es la herramienta que permite definir los límites resistentes de los materiales que los constituyen, así como el estudio de la evolución de los mismos con el tiempo y la exposición ante condiciones ambientales adversas en presencia de sollicitaciones.

El desarrollo tecnológico experimentado en las últimas décadas va acompañado con un ingente consumo de materias primas, especialmente de petróleo y gas. Las fuentes de suministro convencionales, tanto terrestres como off-shore, se encuentran al límite de sus capacidad obligando a recurrir a los yacimientos en aguas profundas. Estas condiciones cada vez más exigentes han puesto a prueba los aceros convencionales y estimulado el desarrollo de otros tipos más adecuados a los nuevos retos para las instalaciones de extracción y transporte de estas materias primas.

Uno de los principales problemas presentes en la industria de los hidrocarburos reside en los causados en sus componentes por la corrosión bajo tensión (principalmente en instalaciones off-shore o próximas al mar) y del fenómeno de fragilización por hidrógeno (más problemático en las infraestructuras de transporte).

Los ambientes a los que se ven expuestos los materiales en estas situaciones provocan una merma en sus propiedades mecánicas, que unida a la aplicación de las sobrecargas de uso lleva a su deterioro y, en ocasiones, fallo en servicio. De cara a tener un adecuado control del material y las condiciones ambientales, tanto en la fase de diseño como en la de explotación de las instalaciones se requiere a ensayos de laboratorio según las normativas correspondientes.

Si bien la obtención de las propiedades mecánicas bajo ciertos condicionantes ambientales en la fase de diseño no presenta mayores complicaciones, en la fase de explotación puede ser más difícil. El problema reside en la habitual modificación de los condicionantes ambientales (cambios en el PH de las aguas, intensidad de protección catódica, salinidad, temperatura, oscilación de cargas mecánicas imprevistas, ...); por ello se hace necesario

controlar la evolución de las propiedades mecánicas de los elementos en servicio de cara a evitar fallos inesperados, pudiendo predecir el fallo y planificando las paradas del servicio.

Existen ocasiones en la que no es posible llevar a cabo ensayos sobre componentes que por sus dimensiones o singularidad sean capaces de satisfacer los estándares convencionales. Una alternativa contrastada y muy estudiada durante las últimas décadas la constituye el ensayo Small Punch [1].

El Ensayo Small Punch, o miniatura de punzonado, consiste en punzonar un probeta plana de pequeñas dimensiones deformándola hasta rotura. Este ensayo quasi-no-destructivo, que nació en la década de los 80 para tratar de evaluar los efectos de la irradiación neutrónica, ha alcanzado grandes cotas de desarrollo en el campo de la caracterización mecánica de materiales durante los últimos años. En la actualidad se encuentra en una fase pre-normativa, contando ya con un código de buena práctica, editado por la Comisión Europea de Normalización (CEN).

La principal ventaja de este ensayo es que permite caracterizar materiales metálicos extrayendo muestras muy pequeñas, aspecto clave cuando es imposible obtener probetas de dimensiones acordes a los estándares convencionales, ya sea por motivos de integridad estructural, escasez de material, o imposibilidad de manipulación de muestras. Asimismo el proceso es relativamente rápido, sencillo y económico. Hasta el momento ha sido empleado con éxito en la caracterización de las propiedades de materiales metálicos en tracción, y más recientemente, en la estimación de sus propiedades en fluencia y en fractura mediante el empleo de probetas modificadas con entallas [1].

Conviene hacer hincapié en que, si bien las estimaciones de las propiedades mecánicas empleando el ensayo Small Punch arrojan resultados muy satisfactorios, este ensayo en ningún momento sustituirá a los ensayos convencionales. Sino que más bien trata de ofrecer una alternativa segura y de calidad en aquellas situaciones donde los primeros no podrán ser llevados a cabo, pudiéndose obtener un parámetro con el que puedan ser llevados a cabo los análisis correspondientes, tomando para ello los pertinentes coeficientes de seguridad en cada caso.

1.2 OBJETIVOS

El objetivo de este Trabajo de Fin de Grado es el desarrollo de un dispositivo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión líquida, el cual será utilizado en programas experimentales de Corrosión Bajo Tensión y fragilización por Hidrógeno.

Asimismo, se pretende esbozar una metodología experimental, basada en investigaciones previas [1], para estimar las propiedades en ambiente agresivo empleando el ensayo Small Punch.

También, se pretende construir el dispositivo anteriormente mencionado, calibrarlo y validarlo, incorporando las mejoras que se estimen oportunas. Tras todo ello se estima que será factible la solicitud de una patente nacional con examen previo sobre el prototipo.

Una vez hecho lo anterior se validará la metodología experimental planteada utilizando el equipo construido. Con ello se podrán delimitar las líneas de trabajo futuro al respecto.

2 CORROSIÓN BAJO TENSIÓN Y FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO

2.1 INTRODUCCIÓN

En los últimos años, se ha visto incrementado el uso de materiales alternativos como polímeros o materiales compuestos. A pesar de su creciente uso y difusión, los metales siguen siendo un elemento muy importante a nivel estructural, tanto en ámbitos industriales, de edificación y cualquier tipo de obra civil. Dicha importancia es debido a sus numerosas cualidades que los hacen óptimos para la labor que desempeñan, ya sea por su resistencia, rigidez, dureza o tolerancia a las altas temperaturas.

A pesar de poseer excelentes cualidades, los metales son susceptibles a los llamados efectos de corrosión. Los metales nobles, como el oro y el platino están exentos de esos fenómenos, pero su uso para estos casos es inusual. Los efectos de corrosión se pueden presentar de muy diversas formas, pero la que aquí se va a exponer es aquella que interacciona la corrosión y el esfuerzo mecánico, que producirá el fallo del material debido al agrietamiento producido. Éste fenómeno es conocido como Corrosión Bajo Tensión.

Por lo tanto, la CBT es un fenómeno, por el cual un sólido, expuesto a la acción de ciertos medios corrosivos, se fractura a valores de tensión muy inferiores a los de diseño. Se presenta como resultado de la acción simultánea de tres factores:

- Material susceptible a la corrosión bajo tensión.
- Medio ambiente corrosivo.
- Presencia de tensiones de tracción.

La Figura 2.1 define las condiciones necesarias, pero no suficientes, para que se produzca la CBT. Por la mera presencia de un medio ambiente corrosivo y esfuerzos de tracción no garantiza que se produzca la fisuración del material.

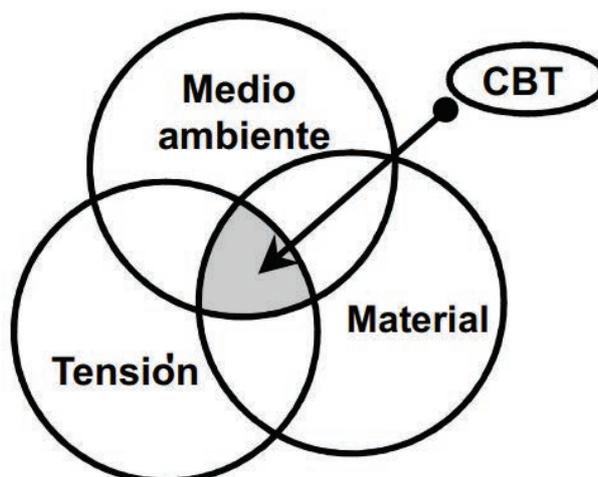


Figura 2.1. Condiciones necesarias, pero no suficientes, para producir Corrosión Bajo Tensión en un material [2].

La Corrosión Bajo Tensión puede ocurrir a través de diversos mecanismos; en diversas ocasiones, cuando la fisuración se produce a raíz de alguno de éstos fenómenos se denomina por su nombre [3]. Cuando la fisuración es el resultado de la fragilización por hidrógeno, se puede usar el término “*fragilización por hidrógeno*” en vez de Corrosión Bajo Tensión. Otros procesos de CBT que son específicos, adquieren su propio nombre; “*season cracking*” como ejemplo de la fisuración del latón en ambientes con fuerte presencia de amoníaco; “*caustic cracking*” a la fisuración del acero en contacto con álcalis fuertes, etc.

La CBT es una forma de corrosión muy peligrosa; produce una importante pérdida de la resistencia mecánica con una pérdida de metal muy pequeña. El daño producido por este proceso no es detectable en inspecciones rutinarias y la CBT puede desencadenar mecanismos rápidos de fractura asociados y estrepitosos fallos de componentes y estructuras. Son numerosas las pérdidas ocasionadas como consecuencia de la CBT, incluyendo rotura de tuberías de transmisión de gas de alta presión, explosión de calderas, destrucción de centrales eléctricas o refinerías de petróleo.

2.2 MECANISMOS DE FALLO INDUCIDO POR EL AMBIENTE

Los mecanismos básicos de corrosión bajo tensión que han sido identificados son [3]:

- Camino preferente y disolución anódica.
- Fragilización por hidrógeno.
- Clivaje inducido.

2.2.1 Camino preferente y disolución anódica

Este proceso implica una corrosión acelerada a través de un camino más susceptible de lo normal, con la mayor parte del material en estado pasivo. El camino activo más común es el borde de grano, donde la segregación de elementos impuros puede hacer que la pasivación suceda con mayor dificultad, aunque también este camino puede consistir en plano de deslizamiento o zonas de precipitación de fases intermetálicas [6].

Este proceso puede ocurrir con ausencia de tensiones dando lugar a corrosión intergranular distribuida por todo el componente. El efecto de la aplicación de tensiones es principalmente para abrir las grietas, de este modo se permite una difusión más fácil de la corrosión de productos lejos del frente de fisura y permitiendo que dicho frente se corroa más rápido.

Este modelo se ha aplicado a numerosos sistemas tanto a grietas intergranulares y transgranulares especialmente a aceros ferríticos en soluciones de carbonatos y bicarbonatos [38] y aceros inoxidable sensibilizados [39-42].

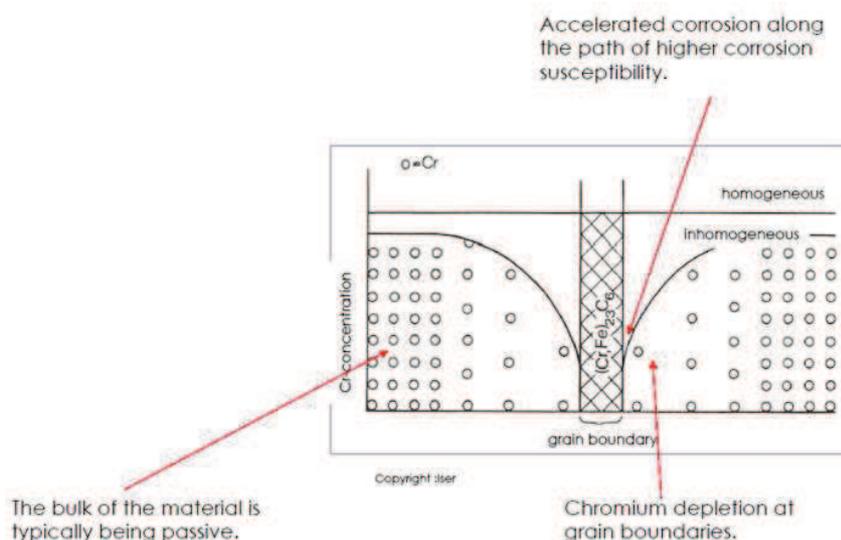


Figura 2.2. Mecanismo del proceso Camino Preferente y disolución anódica [5].

2.2.2 Fragilización por Hidrógeno

El hidrógeno se disuelve en todos los metales en un determinado grado; al tener un tamaño muy reducido encaja perfectamente entre los átomos de la red cristalina de los metales. De

esta manera se puede difundir mucho más rápido que átomos de mayor tamaño. Por ejemplo, el coeficiente de difusión del hidrógeno en aceros ferríticos a temperatura ambiente es similar al coeficiente de difusión de la sal en agua [3].

El hidrógeno tiende a ser atraído a regiones de alta tensión de tracción triaxial donde la estructura metálica está dilatada. De este modo, es estirado a regiones al frente de las grietas o muescas que están bajo tensión.

El hidrógeno disuelto favorece la fractura del metal, probablemente haciendo más fáciles los clivajes o asistiendo en el desarrollo de intensas deformaciones plásticas locales. Estos efectos producen la fragilización del metal; la rotura puede ser intergranular o transgranular. La velocidad de crecimiento de grieta es relativamente rápida, por encima de 1 mm/s en los casos más extremos.

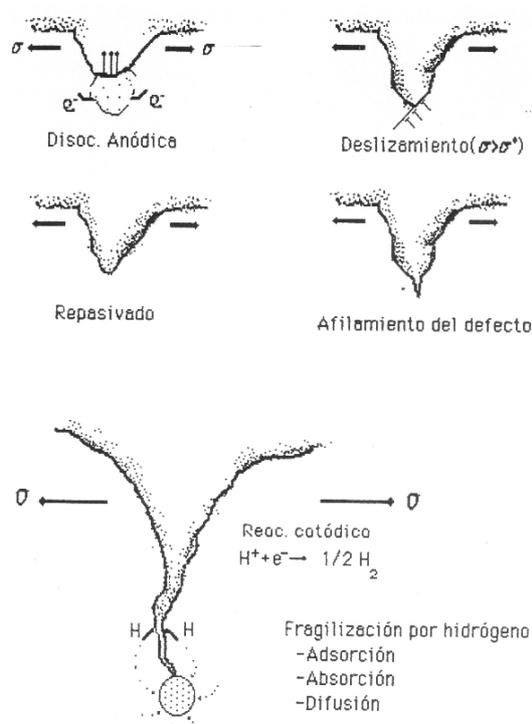


Figura 2.3. Mecanismo de Fragilización por Hidrógeno.

2.2.3 Clivaje inducido

Si normalmente un material dúctil se recubre con una película frágil, la aleación sometida a tensiones mecánicas produce escalones de deslizamiento que rompen dicha película protectora, entonces la grieta iniciada en esa película puede propagarse a través del material dúctil una pequeña distancia (alrededor de $1\mu\text{m}$) antes de ser detenida por el enromamiento dúctil. Si el recubrimiento frágil se ha formado por un proceso de corrosión,

entonces se puede volver a formar en la punta de la grieta enromada y el proceso se puede repetir.

Los recubrimientos frágiles que son más propensos a producir clivajes son aquellos que están formados por capas de aleaciones (por ejemplo, el latón). El proceso de escisión de película inducida normalmente produce una fractura transgranular.

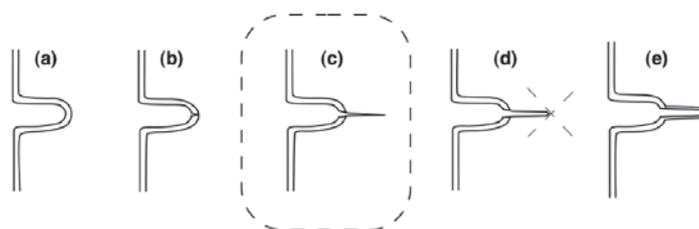


Figura 2.4. Diagrama esquemático de los pasos esenciales del proceso de clivaje inducido [4].

2.3 OCURRENCIA DE CBT Y FH

La Corrosión Bajo Tensión es un proceso evitable, y para la mayoría de los metales en muchos ambientes éste proceso no va a suceder. Se pueden identificar combinaciones específicas de metales y ambientes que son susceptibles a que este proceso de lugar. A medida que la ciencia avanza, estas combinaciones van siendo cada vez mayores, sobre todo a medida que se van utilizando materiales más eficientes incrementando las tensiones soportadas y utilizando menor cantidad de material. La Tabla 1 muestra algunas combinaciones de metales y ambientes que comúnmente están más asociadas a Corrosión Bajo Tensión [3]:

| Material | Medio Ambiente | Concentración | Temperatura | Modo |
|-------------------------|--------------------------------------|---------------|-------------|------|
| Acero al carbono | Hidróxidos | Alta | Alta | I |
| | Nitratos | Moderada | Moderada | I |
| | Carbonatos/bicarbonatos | Baja | Moderada | I |
| | Amoniaco líquido | - | Baja | T |
| | CO/CO ₂ /H ₂ O | - | Baja | T |
| | Agua con gas | - | Muy alta | T |
| Aceros de baja aleación | Agua | - | Moderada | T |
| Aceros fuertes | Agua ($y > 1200$ MPa) | - | Baja | M |
| | Cloruros ($y > 800$ MPa) | - | Baja | M |

| | | | | |
|--|---|--------------|------------------|--------|
| | Sulfuros ($\gamma > 600\text{MPa}$) | - | Baja | M |
| Acero inoxidable austenítico (incluyendo sensibilizados) | Cloruros Hidróxidos | Alta Alta | Alta Muy alta | T M |
| Austenítico sensibilizado | Agua con gas | - | Muy alta | I |
| Acero inoxidable | Tiosulfato o politionato | Baja | Baja | I |
| Acero inoxidable dúplex | Cloruros | Alta | Muy alta | T |
| Martensítico inoxidable | Cloruros + H_2S | Alta | Moderada | T |
| | Cloruros + H_2S | Moderada | Baja | T |
| Aceros Alta resistencia | Vapor de agua | - | Baja | T |
| | Cloruros | Baja | Baja | I |
| Aleaciones de aluminio | Cloruros | Alta | Baja | T |
| Aleaciones de titanio | Metanol | - | Baja | T |
| Aleaciones de cobre (excluyendo Cu-Ni) | N_2O_4 | - | Baja | T |
| | Soluciones de amoníaco y otras nitrogenadas | Baja | Baja | I |

Tabla 2.1. Combinaciones de metales y ambientes [3].

Notas aclaratorias respecto a la tabla:

- La tabla muestra los sistemas de CBT que están bien establecidos y que son de importancia práctica. La ausencia de una combinación metal/ambiente no significa que la CBT no se haya observado.
- Raramente hay temperaturas bien definidas o concentraciones límites para la CBT; los valores dados en la tabla son un mero indicador. Como una aproximación se pueden considerar los siguientes valores:

| | Concentración | Temperatura |
|----------|------------------------|-----------------------------------|
| Baja | Hasta 10^{-2} M | Ambiente |
| Moderada | Hasta 1 M | Por debajo de 100°C |
| Alta | Alrededor de 1 M | Alrededor de ebullición |
| Muy alta | Cerca de la saturación | Por encima de ebullición |

Tabla 2.2. Valores aproximados de temperatura - concentración [3].

- El modo de fractura está clasificada en:
 - I (intergranular): Cuando la grieta propaga alrededor de los bordes de grano.
 - T (transgranular): Cuando la grieta propaga a través de los granos.

- M (mixta): Cuando la propagación de la grieta es una combinación de los dos modos o cuando el modo de fractura puede variar dependiendo de las condiciones.

2.4 AMBIENTES CAUSANTES DE CBT

Los procesos de fragilización por hidrógeno, a diferencia del resto de mecanismos, no tienen una influencia marcada del medio ambiente. Todo lo que se necesita son condiciones que permita que se forme hidrógeno por medio de la reacción catódica para entrar dentro del material.

Los otros dos mecanismos de CBT son mucho más particulares, y para que éstos ocurran, se tienen que dar unas condiciones específicas del ambiente. Esto es debido a que la rotura depende de la posibilidad de reacciones de corrosión específicas en el frente de fisura, con otras reacciones sucediendo en las paredes de la grieta y en la superficie del elemento. Solamente con unos pequeños cambios en el medio ambiente una u otra parte de estos requisitos no se van a cumplir, y la rotura no se producirá.

Cuando existen unos requisitos de un medio ambiente específico es algo beneficioso, ya que significa que la CBT es relativamente particular, lo que hace que la existencia de fracturas es algo impredecible, ya que unas leves diferencias en las condiciones de servicio, pueden producir una diferencia muy notable en el comportamiento.

2.5 EL EFECTO DEL POTENCIAL ELECTRODO

El potencial electromecánico de una aleación puede tener una marcada influencia para que la CBT aparezca. Para la fragilización por hidrógeno de aceros de altas resistencias, un potencial más negativo tendera a incrementar la velocidad de evolución del hidrógeno, y por ende la susceptibilidad de que se produzca la fragilización por hidrógeno.

La figura 2.5 muestra la cantidad de hidrógeno que entra en el acero como en función del potencial aplicado. La CBT de las aleaciones de aluminio de alta resistencia se piensa que también es debido a la fragilización por hidrógeno, pero en este caso el efecto dominante es el carácter protector de la película pasiva del óxido de aluminio. Tan pronto como el agua entra en contacto con el aluminio, reaccionará fácilmente para producir hidrógeno, ya que el aluminio es un metal muy reactivo).

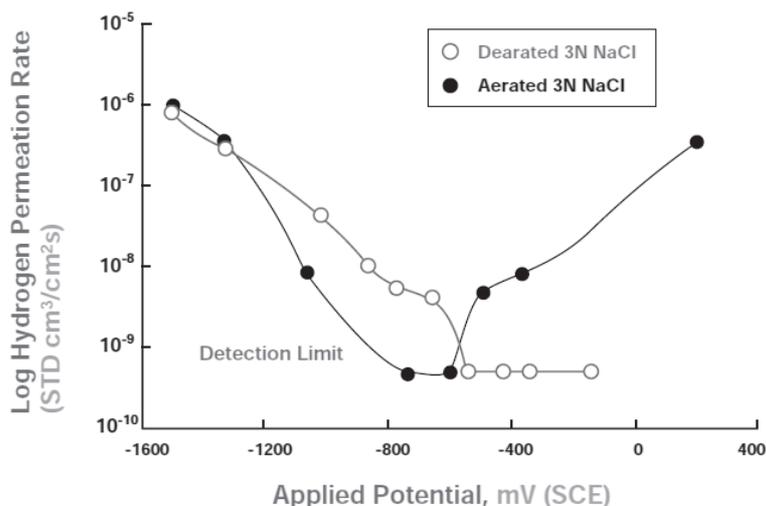


Figura 2.5. Efecto del potencial en la entrada de hidrógeno al metal [3].

Los procesos de CBT que no involucran hidrógeno, ocurren típicamente en un rango limitado de potenciales. Frecuentemente sucede que el agrietamiento ocurre en las regiones de potenciales de transición entre activo y pasivo o entre pasivo y picaduras. En estas regiones la superficie del componente estará en la región pasiva, mientras que el frente de fisura estará en la región activa o en un estado de picaduras.

En servicio el potencial de electrodo no está controlado directamente, con aplicación de protección catódica es el principal ejemplo. El potencial normalmente es determinado indirectamente por la composición del ambiente, particularmente por la presencia de oxígeno y otros reactivos catódicos. Estas modificaciones del contenido de oxígeno pueden tener frecuentemente una profunda influencia sobre la susceptibilidad de la CBT.

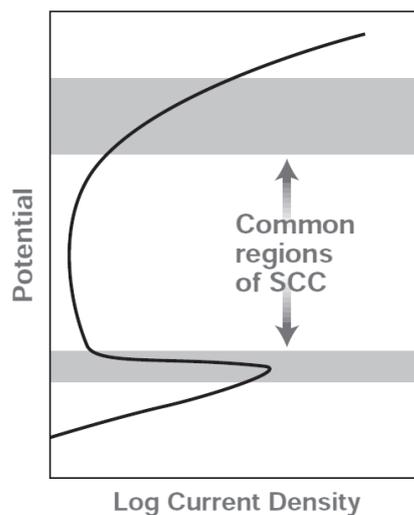


Figura 2.6. Efecto del potencial en la susceptibilidad a la CBT [3].

2.6 DEPENDENCIA DE LA ALEACIÓN

La composición exacta de la aleación, la microestructura y el tratamiento térmico pueden tener un importante efecto en la aparición de la CBT.

Existen unas reglas generales que gobiernan la influencia de la resistencia del material en la susceptibilidad a la CBT. Para los procesos de fragilización por hidrógeno una resistencia mayor normalmente incrementa la susceptibilidad; además, materiales de alta resistencia generalmente tienen un K_{IC} bajo, y fallan por una fractura rápida con una pequeña grieta por CBT. Los procesos que se basan en la deformación plástica en el frente de fisura serán más fáciles para materiales de menor resistencia.

Pequeños cambios en la composición de las aleaciones pueden tener una marcada influencia en el comportamiento de la CBT. Por ejemplo, la Figura 2.7 muestra el efecto del contenido de Cu en la velocidad de crecimiento de grieta en una serie de aleaciones de Al-Cu-Mg. El cambio de la concentración de cobre en la aleación tendrá un efecto importante en el comportamiento ante la corrosión (si el cobre tiene precipitados, se convierten en sitios catódicos activos), pero se puede modificar las propiedades mecánicas de la aleación y su respuesta a un tratamiento de calor. Consecuentemente, será probable cambiar el orden relativo de las curvas usando diferentes tratamientos térmicos.

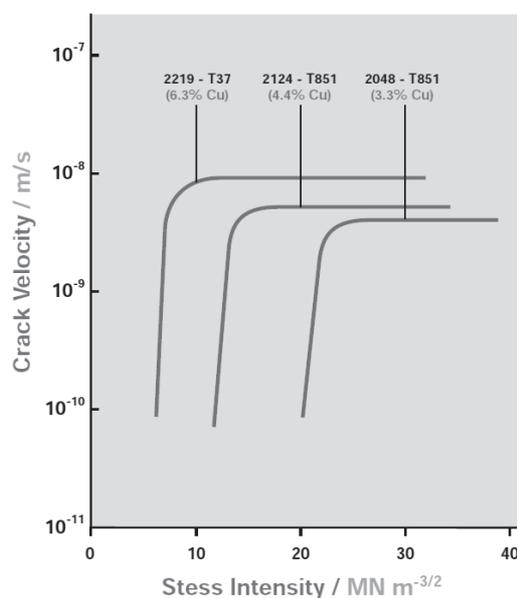


Figura 2.7. Efecto del contenido en Cu en la velocidad de crecimiento de grieta [3].

El efecto de las adiciones de las aleaciones no es necesariamente estable de un ambiente a otro. Por ejemplo, un mayor contenido de molibdeno aumenta la resistencia de un acero de

baja aleación al agrietamiento carbonato/bicarbonato, pero la hace más susceptible al agrietamiento cáustico [3].

Cambios en el tratamiento termodinámico de la aleación puede cambiar la sensibilidad a la CBT, el modo de fractura e incluso el mecanismo de fractura.

Un ejemplo específico sería, un acero inoxidable austenítico que sufre CBT en una disolución de cloruros. En un acero correctamente tratado térmicamente las grietas de CBT son transgranulares. En este caso el mecanismo no está establecido por completo; el mecanismo de clivajes inducidos es presumiblemente el más probable, aunque todos los mecanismos pueden ser posibles. Si la misma aleación es sensibilizada por un tratamiento térmico adecuado, este agotamiento de las regiones de borde de grano de cromo como resultado de la precipitación de los carburos de cromo, y el camino de la grieta de CBT cambia a intergranular. El mecanismo de rotura en este caso puede cambiar a un camino preferente y de disolución anódica, aunque otros mecanismos son posibles [3].

2.7 EFECTO DE LA TENSION

Necesariamente, la CBT necesita de la existencia de tensión; frecuentemente se encuentra que existe un umbral de tensión por debajo de la cual la fractura no se produce (en el peor de los casos la velocidad de crecimiento de grieta se volverá tan baja que el fallo no ocurrirá). Por ejemplo la Figura 2.8 muestra el tiempo de fallo de un acero martensítico en una disolución salina.

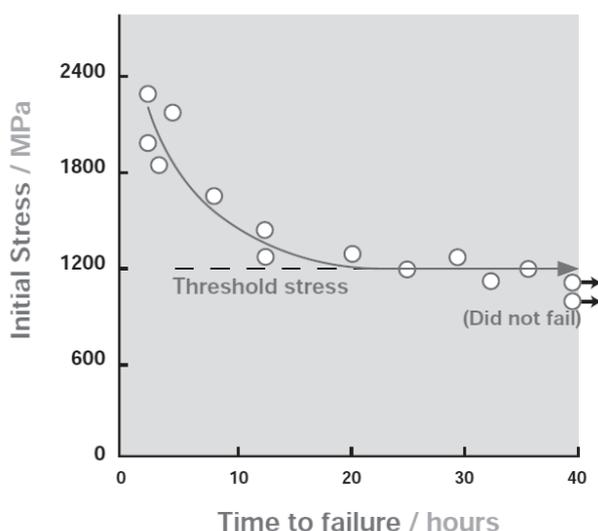


Figura 2.8. Efecto de la tensión inicial en el tiempo de fallo de un acero martensítico en una solución de NaCl al 3.5%.

Los componentes reales tendrán defectos y detalles de diseño, como muescas, cambios bruscos de sección, soldaduras, picaduras de corrosión, etc., que producirán concentraciones de tensiones permitiendo que el umbral de tensiones se exceda localmente aunque la tensión nominal esté por debajo del umbral. Además, pueden existir tensiones residuales producidas por soldaduras o deformaciones que estarán cercanas al límite elástico.

Los métodos de mecánica de la fractura proporcionan un medio para permitir defectos en las estructuras. Más que determinar el tiempo de fallo para un componente expuesto a una determinada tensión, se mide la velocidad de crecimiento de grieta para una grieta preexistente como una función del factor de intensidad de tensiones en el frente de fisura.

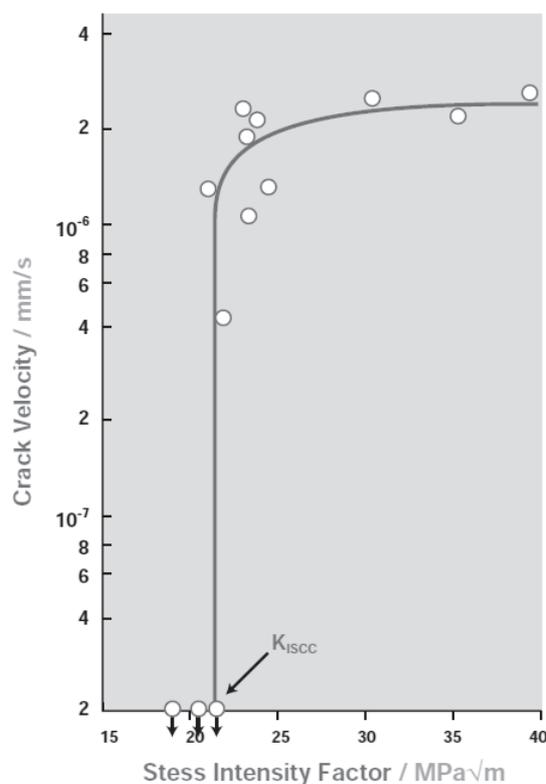


Figura 2.9. Relación entre la velocidad de crecimiento de grieta y el factor de intensidad de tensiones.

En la Figura 2.9 se muestra el umbral del factor de intensidad de tensiones por debajo del cual las grietas de corrosión bajo tensión no propagan. Este umbral comúnmente se denomina con el símbolo K_{ISCC} , siendo éste el umbral del factor de intensidad de tensiones para el crecimiento de la grieta de corrosión bajo tensión en modo I en condiciones de deformación plana [3].

Una vez que el factor de intensidad de tensiones exceda el K_{ISCC} , la velocidad de crecimiento de la grieta aumenta rápidamente, hasta alcanzar una velocidad límite. Como el factor de intensidad de tensiones ha aumentado más allá que la velocidad de crecimiento de grieta, la grieta empieza a crecer de nuevo cuando el factor de intensidad de tensiones se acerca al factor de intensidad de tensiones crítico para fractura rápida, K_{IC} . En esta parte del régimen del crecimiento de grieta ocurre por procesos mecánicos, con el ambiente solo para propagar la grieta a través de las regiones más duras o difíciles de la microestructura.

En principio K_{ISCC} proporciona una buena base para la gestión de la Corrosión Bajo Tensión. Asegurando que la combinación de la tensión y el tamaño máximo del defecto proporcionan un factor de intensidad de tensiones por debajo de K_{ISCC} , el crecimiento de grietas, y por lo tanto el fallo por Corrosión Bajo Tensión, se puede evitar. Sin embargo, se puede apreciar que K_{ISCC} no es una propiedad invariante del material, y estará afectado por todos los factores del material y del ambiente que influyen otros aspectos de la CBT. En definitiva, es muy importante de utilizar un valor de K_{ISCC} adecuado [3].

3 ENSAYOS EN AMBIENTE ADVERSO

3.1 INTRODUCCIÓN

Los ensayos de Corrosión Bajo Tensión consisten en exponer la probeta de ensayo del material a ensayar en el ambiente corrosivo al mismo tiempo que es aplicada una tensión determinada.

En esta parte del capítulo se hará una breve descripción de los tipos de ensayos existentes para evaluar la resistencia a Corrosión Bajo Tensión de metales y aleaciones. Todos los ensayos siguientes están normalizados según normas estandarizadas ISO, concretamente ISO-7539 [7].

Los ensayos se pueden dividir según la forma de aplicación de la carga así como según el tipo de probeta utilizado, existiendo una amplia variedad.

- Ensayos de tracción uniaxial.
- Deformación constante.
- Carga constante.
- Velocidad de deformación lenta.
- Ensayos de flexión.
- Deformación constante.
- Carga constante.
- Probetas en forma de U.
- Probetas en forma de C.
- Probetas pre-agrietadas.

3.2 ENSAYOS DE TRACCIÓN UNIAXIAL

El fundamento de esta tipología de ensayos consiste en someter una probeta a carga constante, deformación constante, o en situación de velocidad de deformación lenta.

En los ensayos de deformación constante la tensión aplicada va decreciendo a medida que la grieta va aumentando. Comercialmente existen unos anillos para aplicar la carga, como se muestra en la figura 3.1. Estos anillos están calibrados individualmente, proporcionando

una tabla de conversiones de cargas para aplicar a las probetas en función del desplazamiento producido por el anillo:



Figura 3.1. Dispositivo de ensayo de corrosión bajo tensión usando un anillo de prueba de carga [8].

Este tipo de ensayos también se pueden realizar en máquinas de tracción rígidas, llevando la probeta a una tensión determinada y en ese punto se programa la máquina para que mantenga una deformación constante a lo largo del tiempo hasta el fin del mismo.

Otra tipología de ensayo son los llamados de carga constante, de los que se conocen una variada de tipologías de ensayos, según [8]. La carga se suele aplicar con un brazo de palanca, aunque para probetas tipo alambre, se puede colocar el peso en el extremo de la probeta. En este tipo de ensayos, al mantener una carga constante e ir disminuyendo progresivamente el área de la sección transversal al ir aumentando el tamaño de grieta, provoca un aumento de la tensión en dicha sección.

Estos ensayos presentan la ventaja de que la rotura se produce de un modo dúctil cuando la grieta de corrosión bajo tensión ha reducido la sección hasta el punto que se alcanza la tensión de tracción del material. Por otra parte, también presentan una serie de desventajas, ya que a ensayar probetas de gran tamaño, necesitamos pesos grandes y pesados, lo que requieren espacio y dificultan su maniobrabilidad.

Los ensayos uniaxiales principalmente son útiles para establecer el umbral de tensiones, por debajo del cual las grietas no propagan.

Los ensayos de corrosión bajo tensión con velocidades de deformación lenta, consisten en someter a una probeta a un esfuerzo uniaxial de tracción con velocidades de deformación extremadamente lentas (10^{-4} a 10^{-7} cm/s) en presencia de un agente corrosivo. Los ensayos son útiles en el sentido que se va a producir la rotura independientemente de que sea por corrosión bajo tensión o por fallo mecánico, o por ambos.

En este tipo de ensayos se necesitan velocidades de avance extremadamente bajas, lo cual no es fácil de reproducir por aparatos convencionales de ensayos. La solución a este problema es la adecuación de las máquinas disponibles para proporcionar semejantes velocidades o la adquisición de maquinaria especializada en este tipo de ensayos.

Un ejemplo de máquina de ensayos de deformación lenta es la que aparece en la Figura 3.2. La máquina consta de un marco rígido y un mecanismo de movimiento que proporciona seis velocidades de avance en el rango de 10^{-4} a 10^{-7} cm/s. A parte del marco y el mecanismo, posee un motor de velocidad constante, que a través de una caja de cambios, engranajes, cadenas y piñones proporciona un movimiento adecuado el cual se puede modificar con el cambio de marchas.

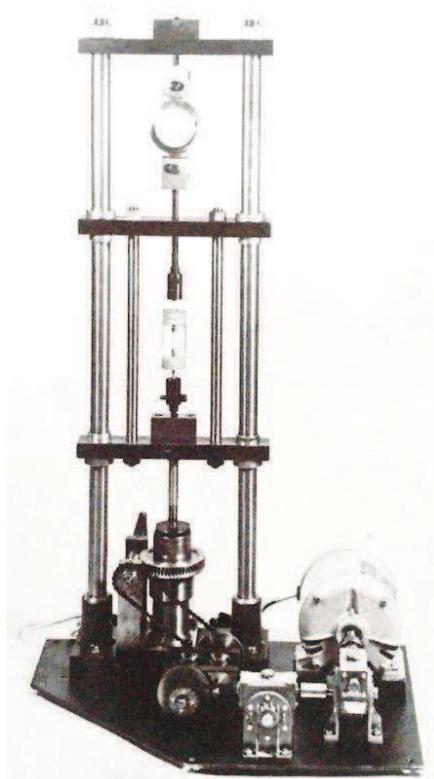


Figura 3.2.a) Máquina de ensayos de velocidad de deformación lenta para ensayos de Corrosión Bajo Tensión [8].

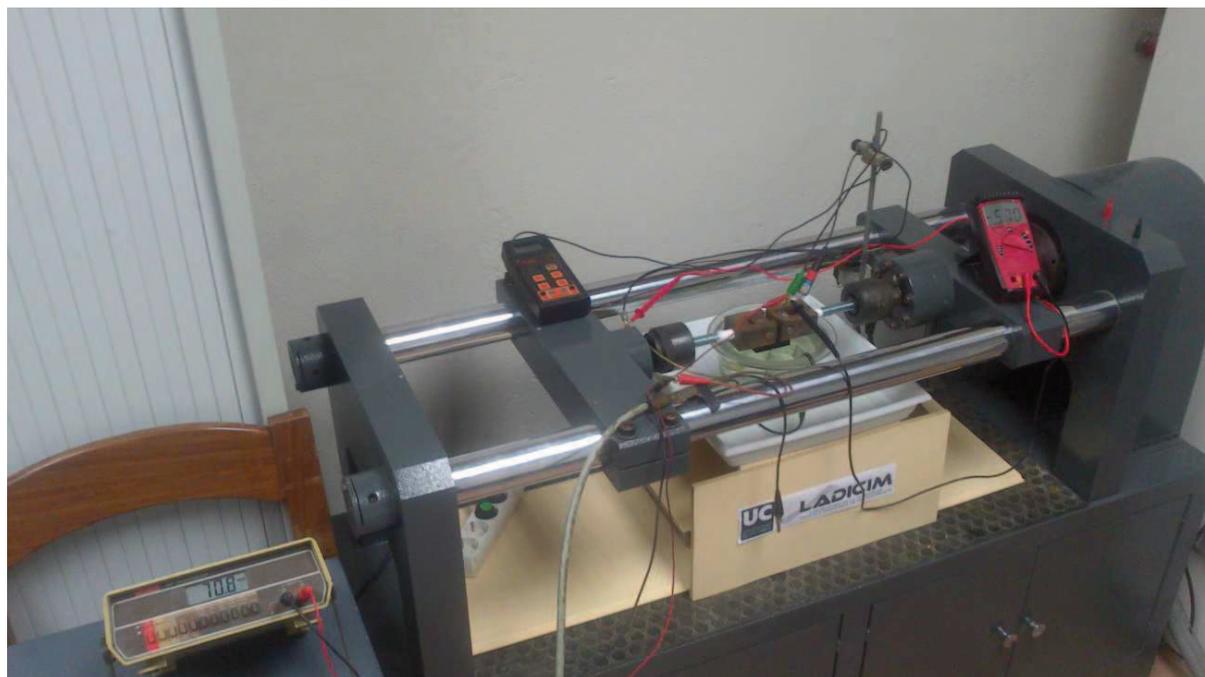


Figura 3.2.b) Máquina de tracción lenta con eje horizontal durante un ensayo de CBT convencional.

3.3 ENSAYOS DE FLEXIÓN

Los ensayos de flexión consisten en doblar una probeta utilizando una plantilla específica donde encaja la misma evitando que ésta recupere su deformación elástica [9]. En este ensayo de Corrosión Bajo Tensión, tanto la probeta como la plantilla que sujeta la probeta están expuestas al ambiente agresivo.

Las probetas de flexión se pueden emplear materiales de diversas formas. Se usan principalmente para hojas, láminas o materiales planos extruidos, que normalmente proporcionan probetas planas de sección transversal rectangular; sin embargo, las probetas de flexión se pueden emplear de materiales vaciados, alambres o varillas e incluso probetas mecanizadas de secciones circulares.

La preparación, tanto de las probetas como de los soportes donde éstas se van a colocar, es sencilla y sin elevado coste, además son adecuadas para multitud de ensayos.

Éste tipo de probetas tienen la particularidad que son ensayadas a niveles de tensión por debajo del límite elástico ya que la formulación utilizada para calcular las tensiones se aplica solo en el rango elástico [9].

El sistema de tensiones en este tipo de probetas es complejo, ya que la mayor tensión se encuentra localizada en la parte superior de la probeta, la parte que está más traccionada.

Al ser un ensayo de carga constante, ya que la probeta se coloca en una determinada posición hasta rotura, la tensión va decreciendo a medida que las grietas van aumentando. Hay varios tipos de ensayos de flexión en función de los puntos de aplicación de la carga. Todos estos tipos de ensayos, se muestran esquemáticamente en la Figura 3.3.

- Dos puntos.
- Tres puntos.
- Cuatro puntos.
- Probetas de doble hoja.

No se van a detallar los diferentes tipos de ensayo a flexión ya que no es objetivo del trabajo realizar un profundo análisis sobre los mismos. Para una mayor información acerca de las relaciones entre las tensiones, las deflexiones, así como las dimensiones de las probetas se puede consultar las referencias [7,8].

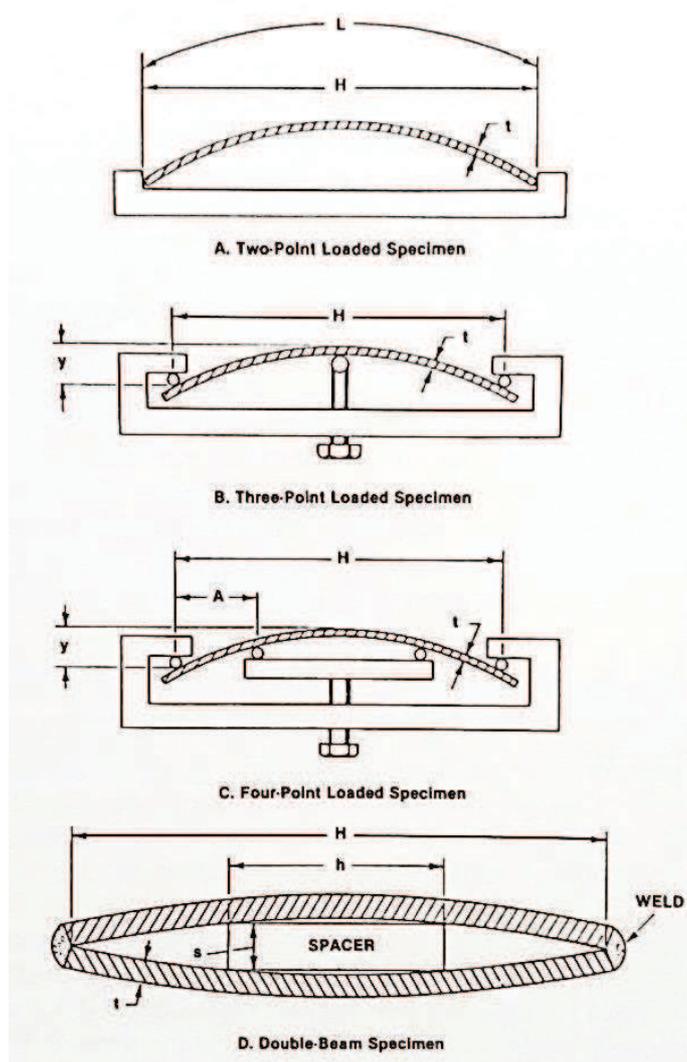


Figura 3.3. Representación esquemática de ensayos a flexión [8].

3.4 ENSAYOS CON PROBETAS EN FORMA DE U

Las probetas en forma de U son generalmente barras rectangulares que son dobladas 180 grados con un radio de giro predeterminado que permanece deformado de manera constante durante el ensayo de corrosión [8]. Este tipo de probetas se usan de aleaciones suficientemente dúctiles para poder darles dicha forma sin romperse mecánicamente. Las probetas suelen hacerse a partir de barras o láminas, pero también de placas, vaciados o soldaduras.

En este tipo de ensayos el estado tensional no se suele conocer, y en una misma probeta el estado tensional puede variar en un determinado rango; es por ello que este ensayo no es adecuado para estudiar el efecto de la aplicación de una tensión en un ensayo de Corrosión Bajo Tensión.

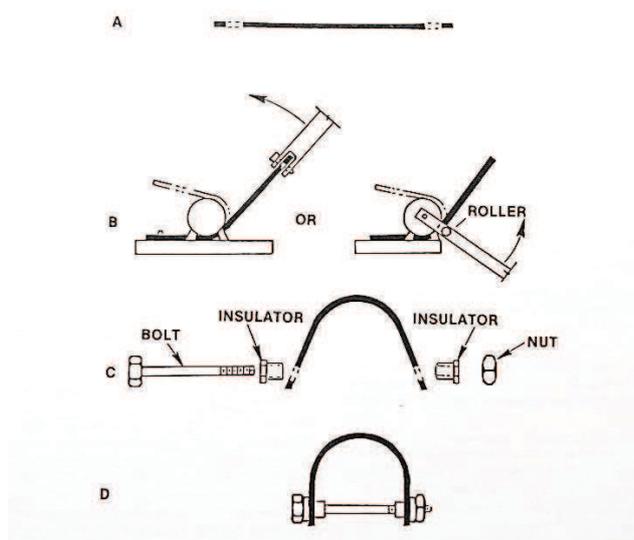


Figura 3.4. Proceso de doblado de una probeta con forma de U [8].

La ventaja de las probetas en forma de U es que son sencillas y económicas de hacer y de ensayar. El principal uso que tiene este tipo de ensayos es para encontrar grandes diferencias entre la resistencia a la Corrosión Bajo Tensión de diferentes aleaciones en el mismo ambiente, una aleación en condiciones metalúrgicas diferentes en el mismo ambiente, o una aleación en diferentes ambientes [8]. La forma de las probetas y las dimensiones típicas que se han usado de manera satisfactoria para un amplio abanico de materiales aparecen en la siguiente Figura:

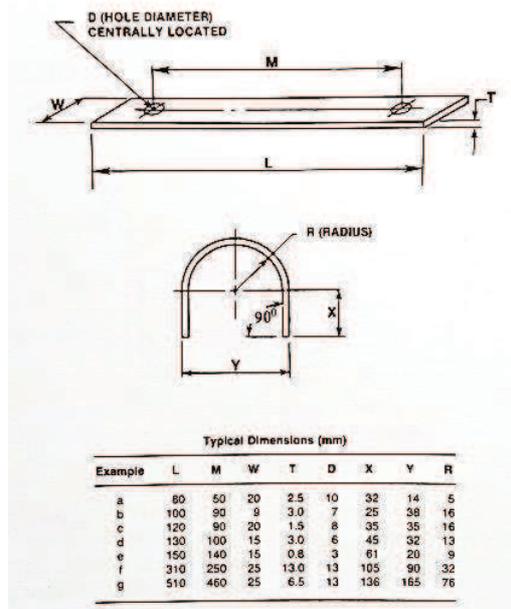


Figura 3.5. Dimensiones típicas de probetas con forma de U [8].

La longitud y la anchura de la probeta dependen de la cantidad de material de la que se disponga y de la forma del material disponible, así como de la capacidad del recipiente donde se va a llevar a cabo el ensayo de corrosión.

3.5 ENSAYOS CON PROBETAS EN FORMA DE C

Las probetas con forma de C, son un tipo de probetas muy versátiles para determinar la susceptibilidad al agrietamiento de varios tipos de aleaciones en una amplia variedad de formas [8]. Están particularmente destinadas para ensayar tubos o barras en la dirección transversal larga, así como placas en la dirección transversal corta.

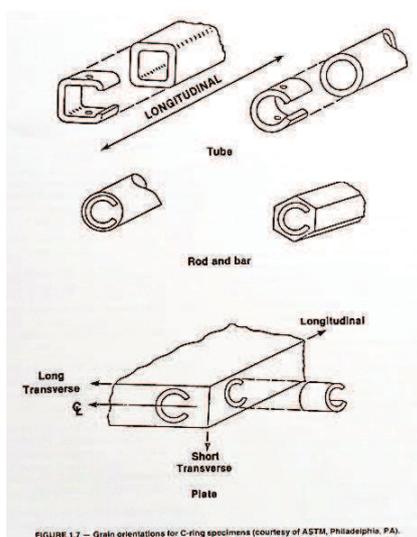


FIGURE 1.7 – Grain orientations for C-ring specimens (courtesy of ASTM, Philadelphia, PA).

Figura 3.6. Orientaciones para probetas en forma de C [8].

En los últimos años, las probetas en forma de C se han utilizado para ensayar tuberías de generadores de vapor en centrales nucleares.

Las probetas en forma de C incrementarán su tensión hasta un determinado valor, para una posterior aplicación tanto de una carga constante como de una deformación constante. En aquellos casos que la tensión aplicada esté dentro del rango elástico, las tensiones en las fibras externas se pueden determinar con una cierta precisión. Sin embargo, si hay tensiones que excedan el límite de proporcionalidad, la superficie externa contiene deformaciones elásticas y deformaciones plásticas; esto hace que resulte complicado determinar las tensiones en las fibras externas, al igual que ocurría con las probetas en forma de U.

4 EL ENSAYO SMALL PUNCH

4.1 INTRODUCCIÓN

La técnica *Small Punch* puede definirse como un ensayo mecánico realizado en una pequeña muestra plana de material con forma de disco o cuadrada, que consiste en la aplicación de una carga mecánica en una de las superficies de la muestra mediante un punzón, para investigar y analizar su respuesta a dicha carga [2]. Como resultado de este ensayo se obtiene un registro de variables como fuerza, desplazamiento del punzón, temperatura, tiempo, etc., que con la correcta metodología permite identificar las propiedades mecánicas de la muestra de ensayo, como su resistencia a tracción o su comportamiento en condiciones de fractura, creep, ...

Se trata de una metodología de alto interés para los siguientes aspectos [1]:

- Caracterización mecánica de componentes en servicio, ya que generalmente la extracción de muestras *Small Punch* no supone riesgo alguno para la estructura.
- Evaluación de propiedades de materiales irradiados, puesto que cuanto menor volumen presente la muestra, menor será la dosis de radiación recibida y más sencilla resultará su manipulación.
- Obtención de resultados adicionales de probetas ya ensayadas, puesto que es posible mecanizar probetas *Small Punch* de zonas no dañadas.
- Caracterización de capas de recubrimiento, gracias al reducido espesor de las muestras.
- Determinación de las propiedades de zonas muy localizadas, como por ejemplo las diferentes regiones de una unión soldada.
- En general, caracterización de materiales en cualquier escenario de escasez donde no exista disponibilidad para fabricar probetas convencionales.

A pesar de presentar estas ventajas respecto a los ensayos convencionales, y a pesar de llevar desarrollándose desde la década de los 80 [11], la técnica *Small Punch* no tiene aún una norma de referencia para su aplicación. Por ahora, lo que sí existe a nivel europeo es un código de buena práctica, [11], con recomendaciones para la realización de los ensayos,

que está en fase prenormativa y hay ya comisiones de expertos desarrollando las diferentes partes de la futura norma.

A lo largo de este capítulo se procede a presentar la técnica de ensayos *Small Punch* de manera global, reflejando tanto el procedimiento experimental, como la interpretación de resultados y determinación de propiedades.

4.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este apartado se procede a introducir el procedimiento experimental del ensayo *Small Punch*.

Dicho procedimiento se desglosa en los siguientes aspectos:

- Dispositivos experimentales.
- Probetas empleadas.
- Procedimiento del ensayo.
- Resultados.

4.2.1 Dispositivos experimentales

Dadas sus características, el ensayo *Small Punch* puede considerarse la réplica en miniatura del ensayo de punzonado por bola, regulado por la norma ASTM-E643 y empleado para medir la ductilidad de láminas metálicas [1], pero que mas allá de esto nada tiene que ver con aquél.

El dispositivo experimental empleado para la realización de ensayos *Small Punch* estará constituido por los siguientes elementos (Figura 4.1), tal como define el código de buena práctica [10]:

- Una matriz rígida inferior donde se apoya la probeta, perforada en su parte central para permitir la deformación de la misma.
- Una matriz rígida superior, que empotra la muestra en todo su contorno, y que también se encuentra perforada en su parte central para permitir el paso del punzón que va a presionar la probeta.
- Un punzón de cabeza semiesférica, encargado de ejercer presión sobre la probeta.

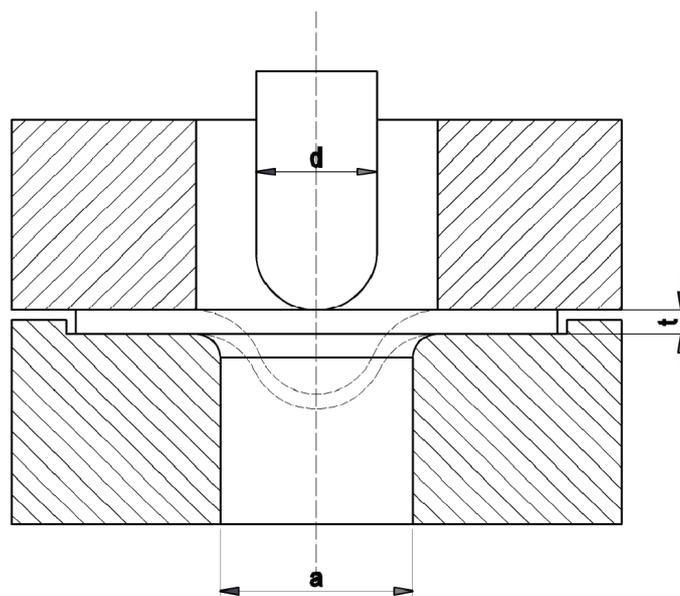


Figura 4.1. Corte transversal del dispositivo empleado para la realización de ensayos Small Punch [1].

Estas piezas, correctamente acopladas, se pueden ensamblar a una máquina universal de ensayos mecánicos o también se pueden incorporar a una máquina de dimensiones más reducidas, específica para esta metodología, para realizar el punzonado de las probetas. Para evitar que en este proceso las piezas se dañen o deformen, el código de buena práctica [10], recomienda el empleo de materiales con durezas no inferiores a 55 HRC, carga de 55 Kg Dureza Rockwell escala C, así como de materiales con características térmicas similares al material de la muestra, en el caso de estar realizando ensayos a altas temperaturas.

En cuanto a dimensiones, el código de buena práctica [10], en un intento de homogeneización de resultados, recomienda el empleo de punzones de 2.50 mm de diámetro y matrices con una perforación inferior de 3.80 - 4.00 mm de diámetro. Esto es un aspecto importante del ensayo, ya que el tamaño del punzón regulará el tamaño del área de aplicación de cargas, y el diámetro de la perforación inferior regulará la zona del proceso del ensayo, con la consiguiente influencia en los resultados. De manera global, las dimensiones más empleadas son [1]:

- Punzón con 1.00 mm de diámetro y perforación inferior con 1.50 mm de diámetro.
- Punzón con 2.40-2.50 mm de diámetro y perforación inferior de 3.80 - 4.00 mm de diámetro, coincidente con las recomendaciones.

4.2.2 Probetas empleadas

Las dimensiones de las probetas, al igual que ocurre con los dispositivos experimentales, varían ampliamente de unos a otros autores aunque siempre sean de reducido tamaño, dando lugar a una gran variedad de tamaños y formas, si bien en todos los casos se trata de probetas planas de pequeño tamaño. Como muestra la siguiente imagen se puede establecer una diferenciación entre las probetas que tienen forma circular (tipo disco), y aquellas que tienen forma cuadrada:

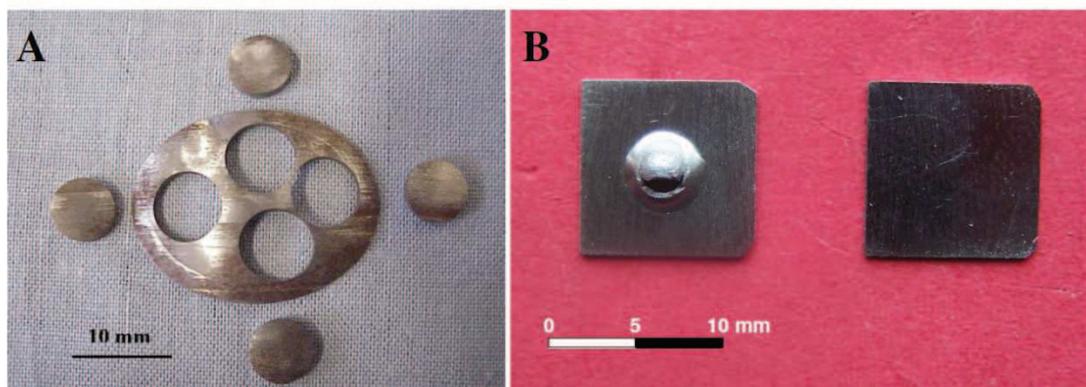


Figura 4.2. A) Probetas Small Punch tipo disco [2]; B) Probetas Small Punch cuadradas [1].

Se pueden clasificar en dos grandes grupos [1]:

- Probetas circulares de diámetro 3.00 mm y espesor 0.25 mm, coincidentes con las dimensiones de las muestras empleadas en el TEM (Microscopio Electrónico de Transmisión): se suelen emplear en el caso de punzón de 1.00 mm de diámetro y 1.50 mm de diámetro en la perforación de la matriz inferior.
- Probetas circulares o cuadradas, de 0.5 mm de espesor, empleadas con el punzón de diámetro 2.5 mm y diámetro de perforación de la matriz inferior de 4.00 mm.

Hay que señalar que la forma de la sección de la probeta no va a afectar a los resultados de los ensayos, ya que la zona del proceso de ensayo va a ser la misma tanto en probetas circulares como cuadradas, al venir fijada por la perforación de la matriz inferior. Por ello la sección de la probeta dependerá únicamente de la sencillez con la que se obtenga una u otra geometría.

De acuerdo al código europeo de buenas prácticas [10], se recomienda que las probetas sean circulares, con un diámetro de 8 mm y un espesor de 0.5 mm, para conseguir la homogeneización de resultados.

4.2.3 Procedimiento de ensayo al aire o convencional

Antes de comenzar a describir el procedimiento de ensayo, hay que recalcar que en este apartado sólo se describirá el procedimiento de los ensayos destinados a la determinación de las propiedades de tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos *Small Punch* llevadas a cabo al aire y según el procedimiento convencional descrito en [1].

La secuencia a seguir para realizar un ensayo *Small Punch* convencional es la siguiente [1]:

- Colocación de la muestra en la matriz inferior: para garantizar que la probeta está correctamente colocada, la matriz inferior dispone de un rebaje en el cual la probeta encaja y quede fijada, con el fin de facilitar el proceso.
- Colocación de la matriz superior sobre la muestra, de tal forma que garantice el correcto empotramiento de la muestra en todo su contorno.
- Acoplamiento del utillaje a una máquina universal de ensayos mecánicos o a una máquina especialmente acondicionada para este fin.
- Descenso del punzón, con velocidades de desplazamiento recomendadas entre 0.2 y 2 mm/min [10].
- Finalización del ensayo. El ensayo finalizará con la rotura de la probeta o al alcanzar un descenso correspondiente al 20% de la carga máxima ejercida [10].

Durante todo el proceso se debe realizar un registro continuo de todas las variables que influyen en el ensayo, destacando dos aspectos:

- El desplazamiento del punzón o deflexión de la probeta, ya sea obtenido mediante un comparador (LVDT) bajo la probeta o bien mediante un extensómetro (COD) externo que esté unido a una parte fija de la máquina y a una parte móvil (Figura 4.3).
- La fuerza ejercida por el punzón sobre la probeta, mediante una célula de carga.

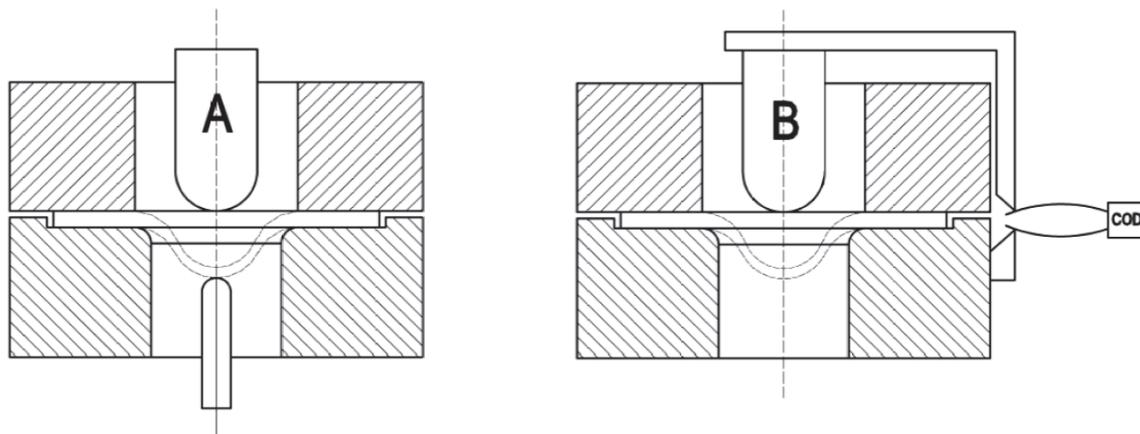


Figura 4.3. Esquema de la colocación de sistemas de medida del desplazamiento de la probeta. A) LVDT bajo punta central de la probeta; B) COD externo [1].

4.2.4 Resultados de los ensayos

Los resultados que a continuación se van a mostrar, son los relativos a la determinación de las propiedades de tracción y fractura.

En un ensayo convencional *Small Punch*, el resultado inmediato que obtenemos es el constituido por la curva Carga-Desplazamiento registrada durante la prueba. Este gráfico resulta esencial para la estimación de las propiedades del material a partir de los parámetros que se derivan de ella.

Los parámetros más importantes que se obtienen son [1]:

- P_y : carga de ensayo que marca el tránsito entre las condiciones elásticas y las condiciones plásticas.
- $P_{máx}$: carga máxima registrada en el transcurso del ensayo.
- $D_{máx}$: desplazamiento correspondiente a la carga máxima del ensayo.
- E_{SP} : energía hasta carga máxima, o hasta final del ensayo, calculada como el área contenida bajo la curva hasta dicho punto.

En un caso general, ensayando un material metálico relativamente dúctil a temperatura ambiente o superior, la curva presentará una morfología similar a la mostrada en la Figura 4.4.

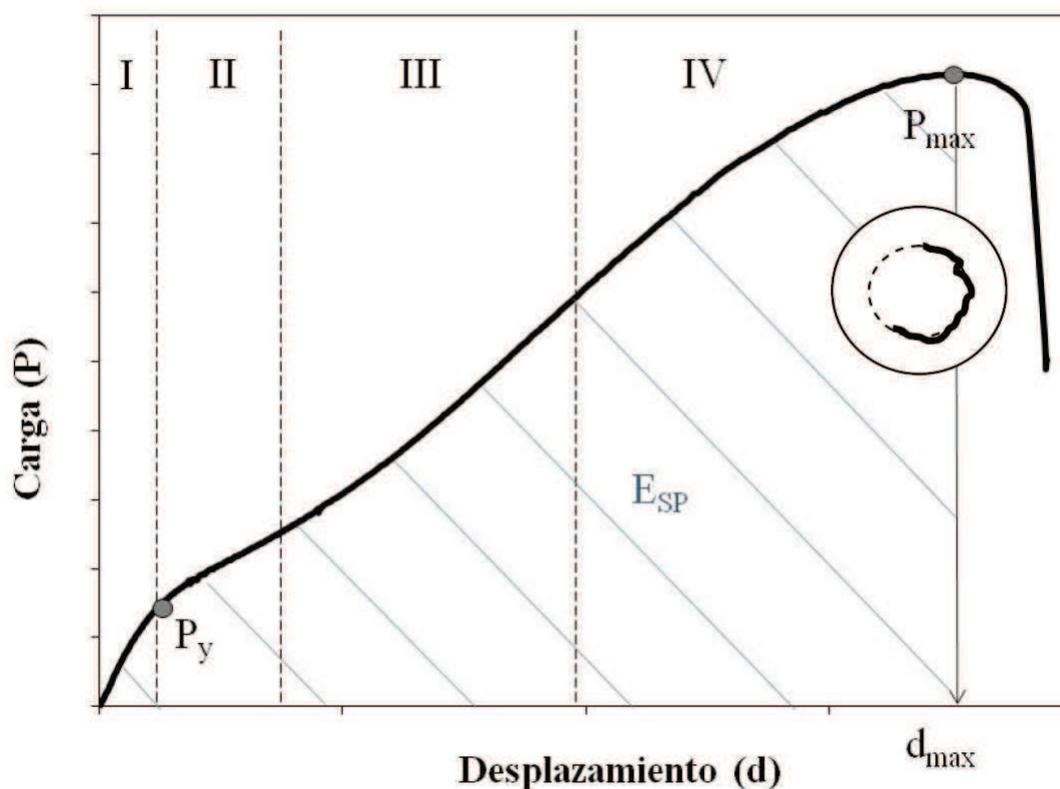


Figura 4.4. Curva característica de un ensayo Small Punc para un material dúctil. Se observan distintas regiones de comportamiento, así como algunos de los parámetros que pueden obtenerse directamente de la curva. Se incluye un esquema con la tipología de rotura asociada a mecanismos dúctiles [1].

En la gráfica de la figura 4.4 se pueden distinguir de una manera clara varias regiones de comportamiento [12, 13]:

- Zona I: región de comportamiento eminentemente elástico debido a la flexión como placa de la probeta (*Elastic bending*).
- Zona II: región donde la probeta comienza a sufrir deformaciones plásticas, consecuencia de su comportamiento como placa (*Plastic bending*).
- Zona III: el adelgazamiento de la muestra y el elevado grado de deformaciones hacen que la muestra se comporte como membrana (*Membrane stretching*).
- Zona IV: se produce la inestabilidad plástica, que tras un adelgazamiento localizado en una región anular (equivalente a la estricción en un ensayo de tracción uniaxial), conduce a la rotura de la probeta.

En el caso de ensayar materiales frágiles, ya sean metales sometidos a bajas temperaturas o a altos niveles de radiación neutrónica, se obtendrá una curva similar a la mostrada en la Figura 4.5.

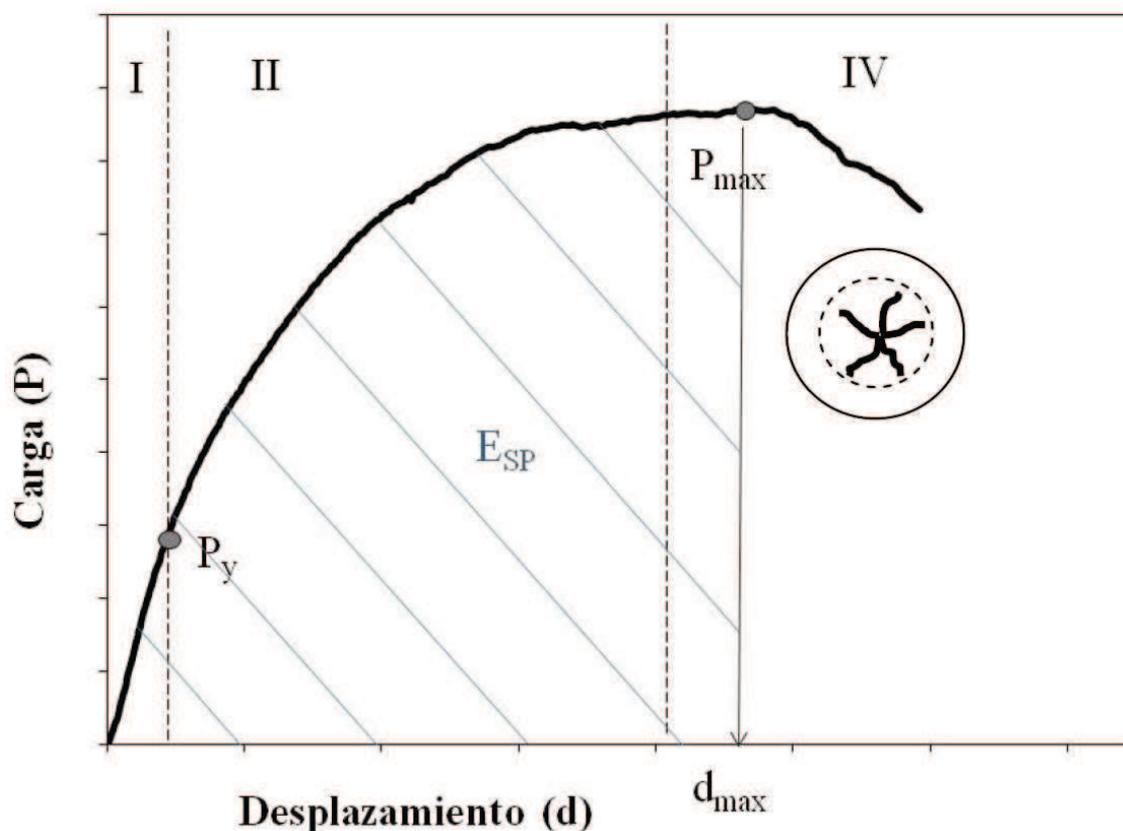


Figura 4.5. Curva característica de un ensayo Small Punch para un material frágil. Se observan las distintas regiones de comportamiento, así como algunos de los parámetros que pueden obtenerse directamente de la curva. Se incluye un esquema con la tipología de rotura asociada a mecanismos frágiles [1].

La curva de la figura 4.5 se diferencia de la curva obtenida al ensayar materiales dúctiles en la ausencia de la zona III, correspondiente al comportamiento de membrana; siendo iguales en el resto de tramos.

Cabe destacar, que a la vista de la morfología característica de la rotura de probetas *Small Punch*, permite conocer qué tipo de material se está analizando [14]:

- En el caso de materiales dúctiles, la rotura esperada es una fisura sensiblemente circunferencial, alrededor de la zona central (figura 4.4).
- En el caso de materiales frágiles, aparecerán fisuras en la probeta siguiendo un patrón de estrella, emanando del centro de la muestra (figura 4.5).

4.3 DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE TRACCION MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH

La determinación de las propiedades de tracción a partir de los resultados obtenidos en un ensayo *Small Punch* es uno de los principales objetivos de este ensayo desde su aparición [15].

Hay varios tipos de aproximaciones que se pueden emplear; las cuales se pueden clasificar en:

- Correlaciones empíricas entre los parámetros definitorios del comportamiento a tracción y las variables características de la curva del ensayo. Constituyen las primeras aproximaciones empleadas con este fin [1].
- Formulaciones analíticas basadas en el análisis de la realidad tensional del componente [12]. Surgen tras las correlaciones empíricas, gracias a un mayor conocimiento del proceso del ensayo.
- Simulaciones mediante redes neuronales, grandes aparatos matemáticos o simulaciones por elementos finitos; siendo las últimas en aparecer [1].

En el grupo dentro del cual se ha desarrollado el presente trabajo las aproximaciones que se han estudiado con mayor profusión han sido las experimentales, proponiendo Lacalle [1] en su tesis doctoral las correlaciones siguientes para la estimación del límite elástico y la tensión de rotura en materiales metálicos empleando espesores de probeta de 0,5mm.

$$S_y = 5.75 * P_y \quad (4.1)$$

$$S_u = 0.74 * P_{II-III} + 0.17 * P_{Max} \quad (4.2)$$

Siendo:

- S_y : límite elástico del material.
- P_y : carga de tránsito entre comportamiento elástico y plástico (KN).
- S_u : resistencia a tracción del material.
- $P_{máx}$: valor de la carga máxima (KN).
- P_{II-III} : carga frontera del comportamiento como placa o membrana (KN). En curvas de tipo frágil (Figura 4.5) $P_{II-III} = P_{máx}$

En el caso de que el espesor de probeta no sea el nominal de 0,5mm la correlaciones anteriores se siguen pudiendo utilizar dentro de un rango comprendido entre 0,4mm y 0,7mm. En [1] se proponen las expresiones siguientes con las que se puede corregir la carga, P, de la curva de ensayo a la equivalente si se hubiera llevado a cabo sobre probeta de espesor 0,5mm, $P_{0.5}$, sobre la que se podrán aplicar las expresiones (4.1) y (4.2).

$$P_{0.5} = 0.5^2 \frac{P}{t^2} \quad P < P_{II-III} \quad (4.3)$$

$$P_{0.5} = 0.5^2 \frac{P_{II-III}}{t^2} + 0.5 \frac{P - P_{II-III}}{t} \quad P \geq P_{II-III} \quad (4.4)$$

Siendo:

- $P_{0.5}$: Es la carga corregida a un espesor equivalente de probeta de 0,5mm.
- P: Es el valor de la carga obtenido del ensayo.
- t: Espesor de probeta distinto de 0,5mm.

Y:

- La expresión (4.3) corrige desde el origen hasta el punto P_{II-III} de la curva.
- La expresión (4.4) se aplica para corregir desde el punto P_{II-III} en adelante.

4.4 DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH

En las últimas décadas, otra de las principales aplicaciones del ensayo *Small Punch* ha sido la determinación de la tenacidad a fractura, empleada en muchos casos en la determinación de las propiedades residuales de componentes sometidos a irradiación neutrónica o a envejecimiento térmico.

Al igual que en el apartado anterior, las diversas formulaciones desarrolladas con este fin se pueden clasificar en tres grandes grupos:

- Correlaciones empíricas entre la temperatura de transición dúctil-frágil obtenida mediante ensayos Charpy y una temperatura de transición aparente mediante ensayos Small Punch; o ya bien otras correlaciones basadas en la deformación equivalente de fractura ε_{qf} y el valor de tenacidad de iniciación dado por el parámetro J_{IC} [1].

- Las formulaciones clásicas de mecánica de la fractura requieren, como condición necesaria para su aplicación, de la presencia de un defecto tipo grieta en la muestra. Aunque en los ensayos *Small Punch* aparezcan fisuras a lo largo del proceso, estas no son válidas para este fin, pues no suelen responder a patrones conocidos y son difícilmente caracterizables, lo que vuelve imposible la aplicación de las formulaciones antes citadas. Debido a este motivo, varios autores han propuesto la utilización de probetas *Small Punch* con un defecto inicial que permita controlar la fisura, y por lo tanto, aplicar las formulaciones clásicas, tal como se puede ver en la figura 4.6.

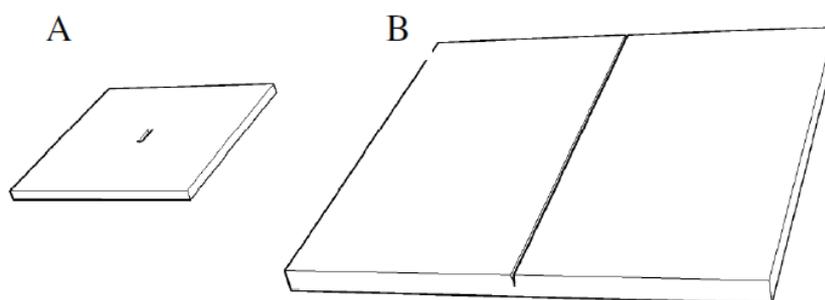


Figura 4.6. Probetas *Small Punch* modificadas [1].

- Métodos basados en simulaciones numéricas mediante elementos finitos que las combinan con resultados experimentales mediante el siguiente esquema de funcionamiento [1]:
 - Realización de ensayos *Small Punch* en laboratorio.
 - Determinación a partir de la curva de ensayo *Small Punch* de los parámetros definitorios del comportamiento en tracción uniaxial del material.
 - Simulación del ensayo para la determinación de los parámetros de un modelo local de fractura por comparación con los resultados obtenidos en los ensayos reales.
 - Simulación de un ensayo convencional de fractura, con probetas estándar, determinando el instante en el que se alcanzan los valores críticos de los parámetros del modelo local de fractura identificados en la etapa anterior.
 - A partir del valor de la carga crítica obtenida de la simulación en el paso previo, es posible, acudiendo a la normativa de referencia [18], determinar el valor de tenacidad a fractura.

4.4.1 Determinación de la tenacidad mediante probetas pre-entalladas

En [1] se expone la metodología desarrollada por el grupo LADICIM, donde se ha propuesto una modificación de la geometría de las probetas introduciendo un nuevo tipo de entalla lateral pasante en ellas. En dicha geometría de probeta y metodología se basan muchas de las ideas del presente trabajo.

Este nuevo tipo de entalla permite que se reproduzcan las condiciones de la mecánica de la fractura convencional, pues la novedad reside en que su orientación respecto a las tensiones que tienen lugar durante el ensayo es análoga a la que se presenta en las probetas de caracterización en fractura recogidas por la normativa. Esta tipología de probeta se presenta en la figura siguiente.

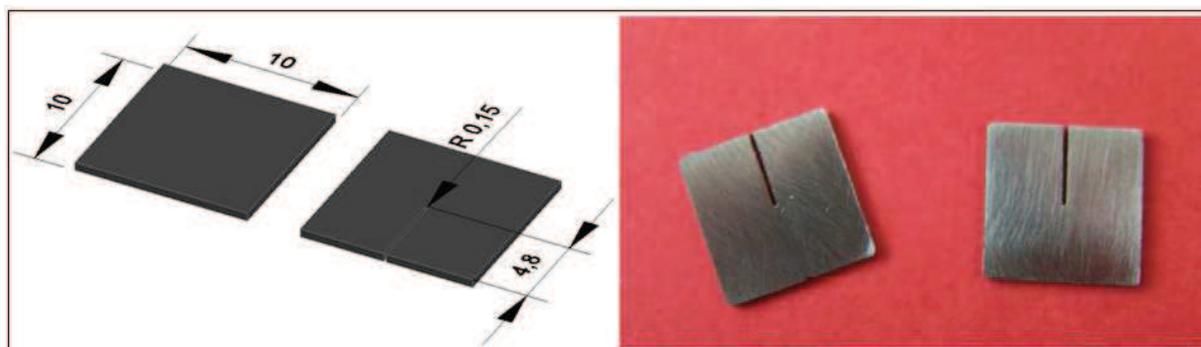


Figura 4.7. Probetas Small Punch con entalla lateral pasante [1].

A medida que el ensayo va teniendo lugar el fondo de la entalla va evolucionando, tal como se indica en la figura siguiente, hasta que desde el parte una grieta. El momento del nacimiento de la misma, que coincide sensiblemente con el máximo de la curva de ensayo, puede determinarse como el punto descriptivo del parámetro definitorio en condiciones de fractura en el ensayo Small Punch [1].



Figura 4.8. Evolución del fondo de fisura hasta el momento de la iniciación de grieta.

4.4.2 Metodología para la estimación del parámetro de fractura

La metodología analítica descrita con mayor detalle en [1], si bien se ha servido de simulaciones numéricas para su desarrollo, se resume en unos ábacos universales sin la necesidad de llevar a cabo simulaciones posteriores. Estos ábacos tan sólo son dependientes de la geometría de la entalla incluida en la probeta, y junto con el punto de iniciación obtenido de la curva de ensayo son capaces de estimar el parámetro definitorio del comportamiento en fractura del material. Los ábacos se exponen a continuación.

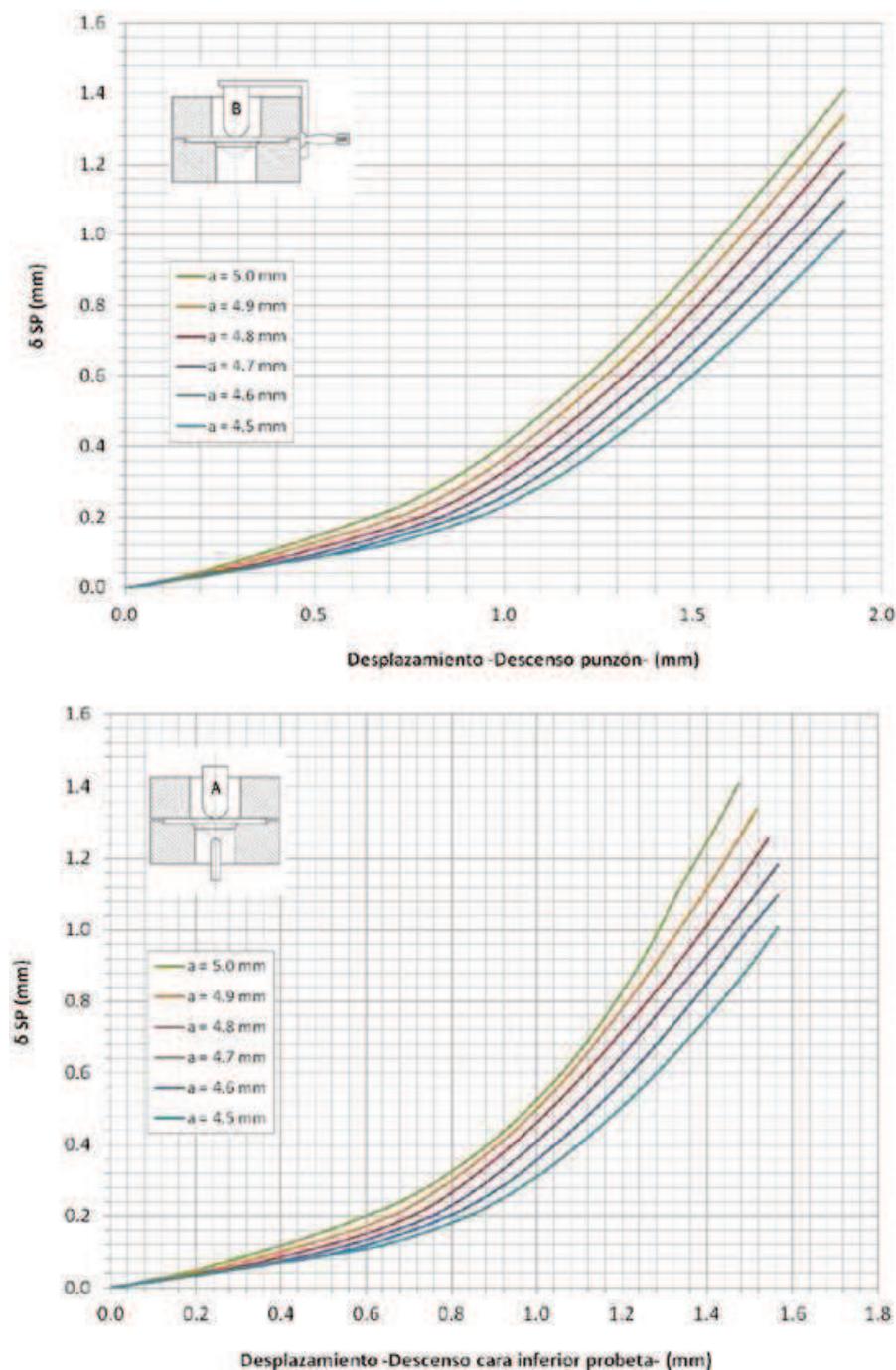


Figura 4.9. Ábacos para la determinación del parámetro δ_{sp} [1].

La metodología se basa en la determinación del parámetro CTOD mediante ensayos Small Punch, llamado en [1] δ_{sp} , el cual se obtiene de los ábacos anteriores sin más que entrar con el desplazamiento del punzón o la probeta (Figura 4.9) en el punto de iniciación de grieta identificado previamente en la curva de ensayo (Figura 4.10). Como se dijo anteriormente, la iniciación suele coincidir tentativamente con el punto de carga máxima y se caracteriza por una repentina caída de la misma tal como se observa a continuación.

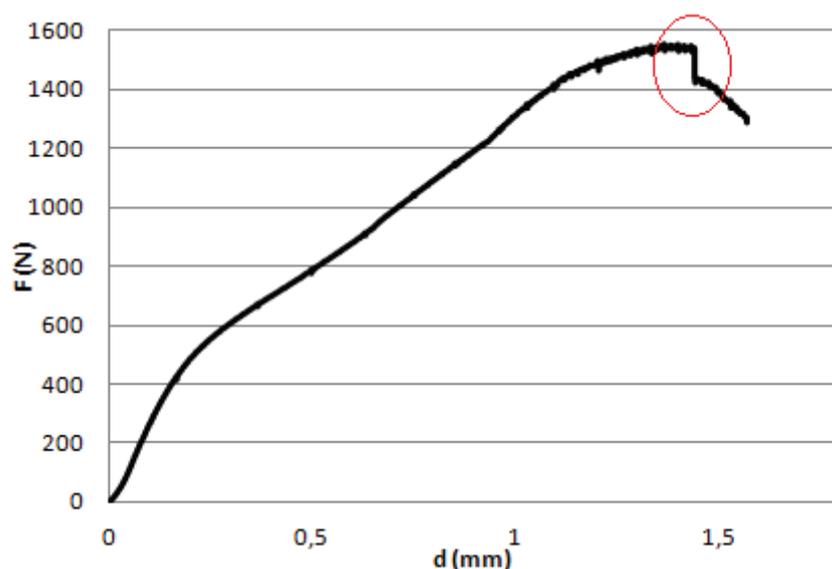


Figura 4.10. Determinación del punto de iniciación de grietas.

A partir de este parámetro, empleando correlaciones procedente de la bibliografía como la que siguiente que se sugiere en [1], el parámetro CTOD puede ser determinado en la tenacidad de iniciación en términos de J_{Ic} .

$$J_{Ic} = \frac{\delta_{SPT} * S_y}{d_n} \quad (4.5)$$

Donde:

- **J_{Ic}** : Tenacidad a fractura.
- **δ_{spi}** : CTOD del punto de iniciación de grieta obtenido mediante ensayos SPT.
- **S_y** : Límite elástico del material. Si se desea puede ser estimado mediante la realización de un ensayo SPT auxiliar sobre probeta convencional sin grieta.
- **d_n** : Parámetro dependiente de las propiedades de tracción, según Figura 4.11.

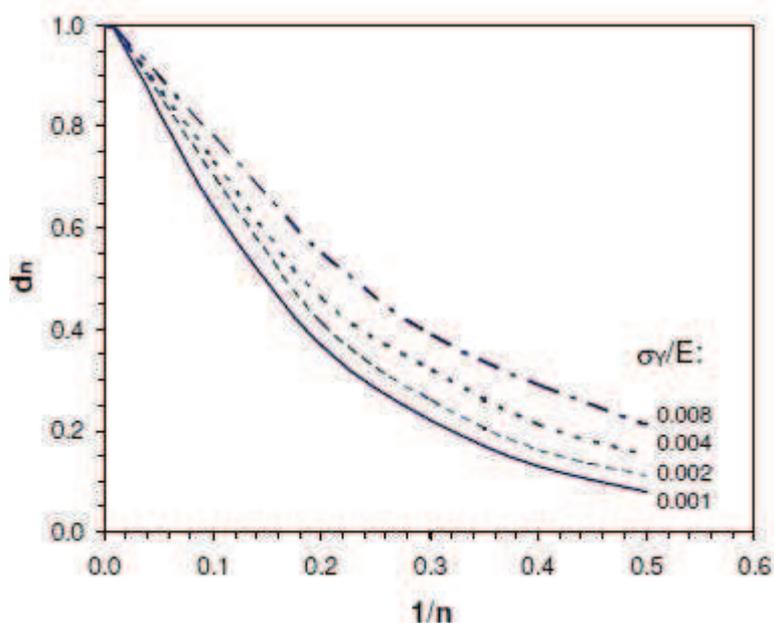


Figura 4.11. Estimación (en tensión plana), propuesta por Shih y recogida en [1], del parámetro "dn" en base a las propiedades en tracción del material.

Para poder utilizar el gráfico anterior es necesario conocer:

- $$\frac{1}{n} = 0.3 \left[1 - \left(\frac{\sigma_y}{\sigma_u} \right) \right] \quad (4.6)$$
- E puede estimarse en 210GPa para el caso de aceros, o usar bibliografía en otros.

De esta forma, el método queda sintetizado en la Figura 4.12. Se basa en:

- Realización de un ensayo Small Punch sobre una probeta entallada del material a caracterizar.
- A partir del valor de desplazamiento del punzón del punto de iniciación se determina el valor del parámetro CTOD por medio de los ábacos anteriormente comentados.
- Dicho valor puede ser transformado a términos de J_{Ic} mediante formulaciones clásicas, pero para ello será necesario obtener el valor del límite elástico del material en cuestión, el cual puede estimarse también mediante un segundo ensayo Small Punch sobre probeta convencional sin agrietar.

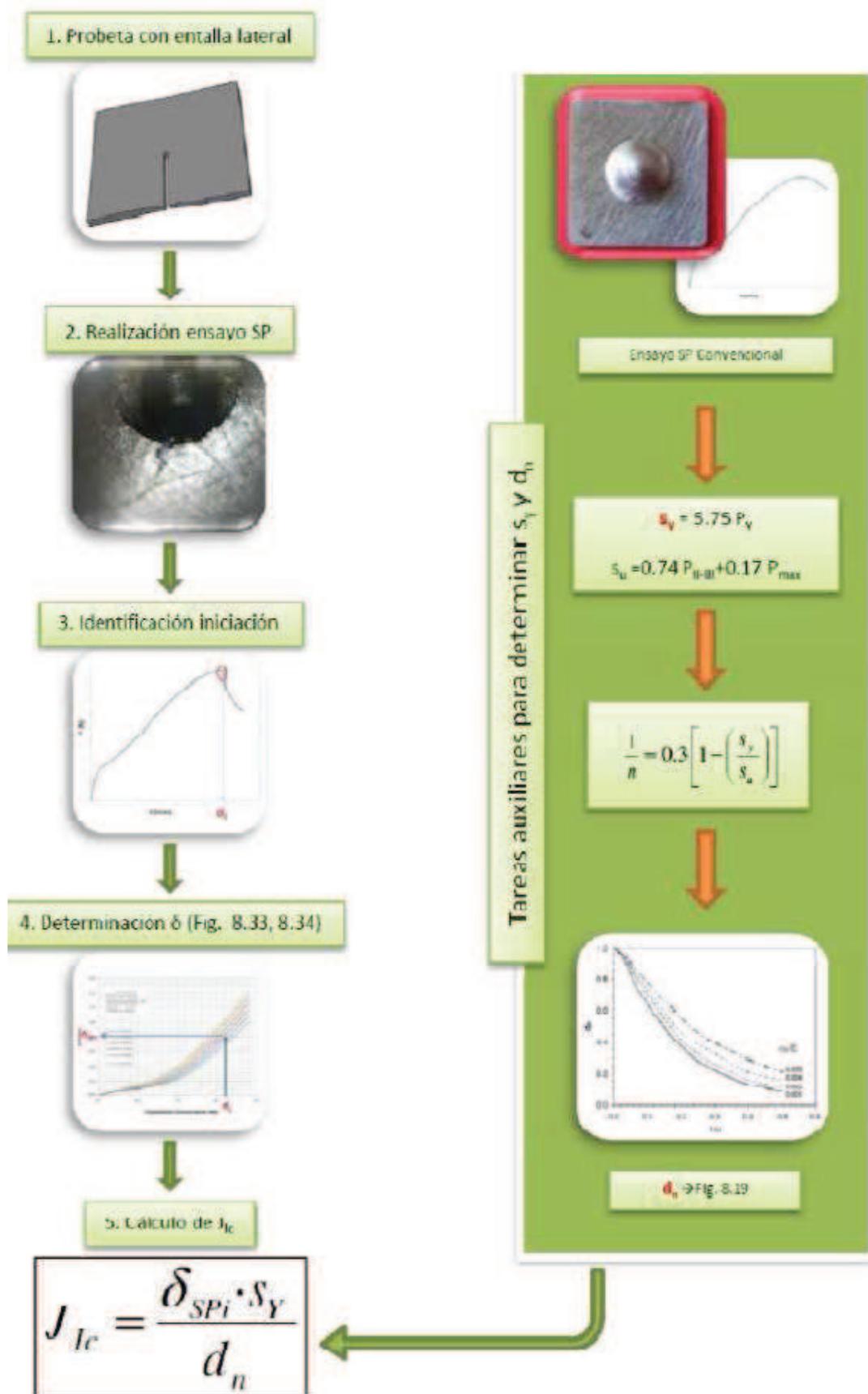


Figura 4.12. Esquema de la metodología para la determinación de la tenacidad a fractura en base a ensayos Small Punch sobre probeta entallada [1].

5 ESTIMACIÓN DE LAS PROPIEDADES EN AMBIENTE AGRESIVO USANDO EL ENSAYO SMALL PUNCH

5.1 INTRODUCCIÓN

La corrosión de estructuras de acero en el medio marino es un ejemplo de éste fenómeno. El deterioro de este tipo de estructuras es costoso y difícil de predecir, tanto en el diseño de nuevas estructuras como estimar el tiempo de vida útil restante de las estructuras ya existentes. El objetivo de los ensayos practicados en dichas situaciones es la evaluación del comportamiento de componentes sometidos a esfuerzos bajo un ambiente agresivo.

El ensayo *Small Punch* permite obtener las propiedades mecánicas del material de una manera mínimamente invasiva, virtualmente no destructiva, debido al mínimo volumen empleado para el ensayo; en este aspecto reside la principal virtud de este tipo de técnicas en comparación con los ensayos convencionales, el escaso volumen de material necesario para conocer el estado de un material. Por otra parte, al tratarse de un método directo, resulta más fiable que los resultados obtenidos mediante otros métodos indirectos o basados en simulaciones o predicciones analíticas. Todo ello hace que sea considerado adecuado para la determinación de las propiedades en este tipo de situaciones, constituyendo en algunas de ellas la única alternativa viable de caracterizar elementos en servicio.

Este es un campo pionero en el que sólo se encuentran trabajando un número muy limitado de grupos en el mundo, y en el que la bibliografía publicada al respecto es sumamente escasa por no decir inexistente prácticamente; actualmente no existe tampoco normativa relativa a la realización de ensayos *Small Punch* en condiciones de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno.

En este capítulo se tratarán los antecedentes del empleo del ensayo Small Punch en situaciones donde el ambiente provocan efectos de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno. Posteriormente se expondrá una metodología desarrollada para la estimación del parámetro de iniciación en fractura basada en lo expuesto en el capítulo 4, pero con ciertas modificaciones. Finalmente se enunciarán unas conclusiones que serán condicionantes de vital importancia para el posterior diseño del equipo fin de este trabajo, y que al mismo tiempo justifican su necesidad.

5.2 ANTECEDENTES DEL EMPLEO DEL SPT EN AMBIENTE

Este es un campo pionero en el que se encuentran trabajando un número muy limitado de grupos en el mundo, y sobre el que la bibliografía publicada al respecto es sumamente escasa por no decir inexistente prácticamente.

Por lo que se conoce mediante la exposición en foros de conocimiento y escasas referencias, la mayoría de los grupos se limitan a fragilizar materiales por diversos medios y observar como el ensayo Small Punch es capaz de acusar dicha fragilización mediante parámetros tales como variaciones en la forma de la curva de ensayo o de la energía bajo la misma [14-15].

En el grupo de investigación donde se ha llevado a cabo este trabajo se ha ido un paso más allá, desarrollando una metodología para estimar el parámetro de iniciación de grietas en condiciones adversas (de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno), K_{Jth} , [16-17]. Dicha metodología se basa en el empleo y adaptación de las correlaciones expuestas en el capítulo 4 para la determinación de la tenacidad a fractura por medio del ensayo Small Punch [1-18].

5.3 METODOLOGÍA PARA LA ESTIMACIÓN MEDIANTE SPT DE LAS PROPIEDADES EN AMBIENTE AGRESIVO, K_{Jth}

Como anteriormente se ha comentado, la metodología aquí planteada se sirve de las correlaciones presentadas en [1] para la estimación de la tenacidad a fractura en términos de J_{Ic} , que pueden ser consultadas en el punto 4.4; las probetas empleadas son también las mismas.

El punto de partida de la metodología [16-17] radica en el seguimiento de las condiciones de caracterización en ambientes agresivos empleadas en la normativa existente [7-8-9]. Es decir, se ha perseguido la reproducción, lo más fidedigna posible, de todas las condiciones de contorno que se presentan durante los ensayos convencionales en condiciones de EAC, si bien algunas se han amoldado a requerimientos del SPT [10] por motivos de necesidad u optimización.

De esta forma, el primer paso consiste en la exposición de las probetas Small Punch al ambiente deseado, hasta conseguir que el material sea fragilizado por ellas. Evidentemente,

debido al tamaño considerablemente menor de este tipo de probetas frente a las empleadas en los ensayos convencionales, su tiempo de pre-carga en hidrógeno (previa al ensayo) es mucho menor, y se estima según [19] suficiente con 2 horas.

Otro aspecto vital es el número de probetas a ensayar para dar un valor resultado de la caracterización en unas condiciones dadas. En [1-10] se aconsejan ensayar 2 ó 3 probetas en cada caracterización, por motivos tales como la dispersión del propio ensayo SPT. En base a ello en el caso de la estimación de las propiedades en condiciones de HE, donde la repetitividad es en principio menor que en el caso de ensayos al aire debido a los condicionantes electroquímicos que intervienen, y teniendo en cuenta los relativamente bajos coste y tiempo de ensayo, se estima que ensayar 4 probetas en cada caracterización y dar como resultado el valor medio es una decisión sensata. De todos modos, cuando cualitativamente se observe que alguno de los 4 ensayos difiere en gran medida del resto este debe ser descartado y dar como resultado la media de los 3 restantes.

Una vez definido esto, el primer paso consiste en aplicar la metodología expuesta en [1] y comentada anteriormente. De esta forma:

- Primeramente se ensayan 4 probetas SPT sin entalla para estimar los valores del límite elástico, S_y , y la tensión de rotura, S_u , del material frente al ambiente deseado. El objeto de su estimación no es otro que poder alimentar los siguientes pasos de la metodología.
- Seguidamente se aplica la metodología descrita en 4.4 [1] y se estima la tenacidad a fractura, J_{Ic} , del material en el ambiente deseado.

5.3.1 Obtención de K_{Jth-B} a partir de J_{Ic} para ensayos en ambiente.

Debido a que, generalmente, la fragilidad es predominante en los ensayos en condiciones de HE, la literatura habla del factor de intensidad de tensiones, K_I , como parámetro definitorio del comportamiento en fractura para estas situaciones.

De este modo, empleando formulaciones de la bibliografía, resulta sencillo convertir los valores de J_{Ic} , entendidos como el valor crítico de tenacidad en condiciones de fragilización por hidrógeno o corrosión bajo tensión, a su parámetro correspondiente en términos de K , llamado K_{Jth} , entendiendo este valor como el equivalente al umbral de propagación, o ya

bien de rotura súbita, estimado mediante ensayos Small Punch. Para ello en [14-15] se propone emplear la siguiente:

$$K_{Jth} = \sqrt{J_{IC} * E} \quad (5.1)$$

Donde:

- **E**: Módulo elástico del material. Se considera suficiente precisión el uso de uno de bibliografía para materiales similares (en caso de acero 210GPa).

Otro de los aspectos a tener en cuenta es el efecto del espesor de probeta en este tipo de ensayos, debido a los reducidos espesores de las probetas Small Punch (0,5mm), frente a los habitualmente empleados en los ensayos normalizados de propagación de grieta en ambiente (B=15-25mm), este cobra gran importancia. Por ello es necesario, una vez conocido el valor de la tenacidad de iniciación en probeta SPT, K_{Jth} , obtener su equivalente para un ensayo que se hubiese llevado sobre una probeta C(T) convencional de espesor B, K_{Jth-B} , el cual es necesario para poder llevar a cabo comparaciones y correlaciones posteriores entre diferentes ensayos SPT y convencionales. Este efecto ha sido estudiado y la normativa ASTM E-1921, tal como se expone en [14-15], permite corregirlo por medio de la expresión siguiente:

$$K_{Jth-B}(MPa * m^{1/2}) = K_{min} + (K_{Jth} - K_{min}) * \left(\frac{0.5mm}{B \text{ mm}}\right)^{\frac{1}{4}} \quad (5.2)$$

Donde:

- **K_{Jth-B}** : En la tenacidad de iniciación equivalente a probeta de B mm de espesor.
- **$K_{min} = 20 MPa * m^{1/2}$** es un valor fijo establecido por la normativa ASTM E-1921.

5.3.2 Comparación de K_{Jth-B} frente a los ensayos convencionales

El fin último de la estimación del parámetro en condiciones de fragilización por hidrógeno mediante métodos Small Punch es, sin duda, su comparación con su homólogo obtenido mediante procesos normalizados para observar que las estimaciones son correctas. A continuación se muestran una serie de resultados, obtenidos de [16-17] que responden a ello.

Se llevaron a cabo ensayos de propagación de grieta sobre probeta tipo C(T) normalizada de 25mm de espesor según la normativa ISO-7539 [7] de cara a la obtención del parámetro de iniciación KEAC, y por otro lado ensayos Small Punch para estimar el parámetro de iniciación K_{Jth-25} , con el objetivo de comparar ambos.

En el caso de los ensayos convencionales según [7], fueron llevados a cabo totalmente sumergidos, a baja velocidad de sollicitación, tras una precarga en el medio agresivo de 48 horas [19] antes del ensayo, y a dos velocidades distintas un 10 veces superior a la otra dentro de las rango de las marcadas por la normativa.

Por su parte, para los ensayos Small Punch, las probetas fueron fragilizadas en el medio agresivo durante al menos 2 horas [19] y posteriormente ensayadas al aire, también se emplearon dos velocidades distintas (la habitual para ensayos SPT y otra 5 veces más lenta). En el caso de los ensayos SPT fue necesario, primeramente ensayar probetas sin entalla para determinar los parámetros en tracción, y seguidamente las probetas entalladas y calcular a partir de ellas K_{Jth-25} alimentando el cálculo con los parámetros de tracción previamente obtenidos. En cada caso fueron analizados 4 ambientes diferentes. En las tablas siguientes se recoge el plan de ensayos llevado a cabo, y en las figuras se muestran los montajes experimentales empleados.

| FRACTURE MECHANICS TESTS | | | | |
|---|---------------------|----------------------------|----------------|--------|
| Environment | Aggressiveness | Loading rate | Samples tested | Result |
| Cathodic Charge (Acid environment) | 5mA/Cm ² | V _d = 6.10-8m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| | | V _d = 6.10-9m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| | 1mA/Cm ² | V _d = 6.10-8m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| | | V _d = 6.10-9m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| Cathodic Protection (Marine environment) | 1050mV | V _d = 6.10-8m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| | | V _d = 6.10-9m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| | 950mV | V _d = 6.10-8m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |
| | | V _d = 6.10-9m/s | 1 C.T. Sample | KEAC |

Tabla 5.1. Ensayos convencionales llevados a cabo.

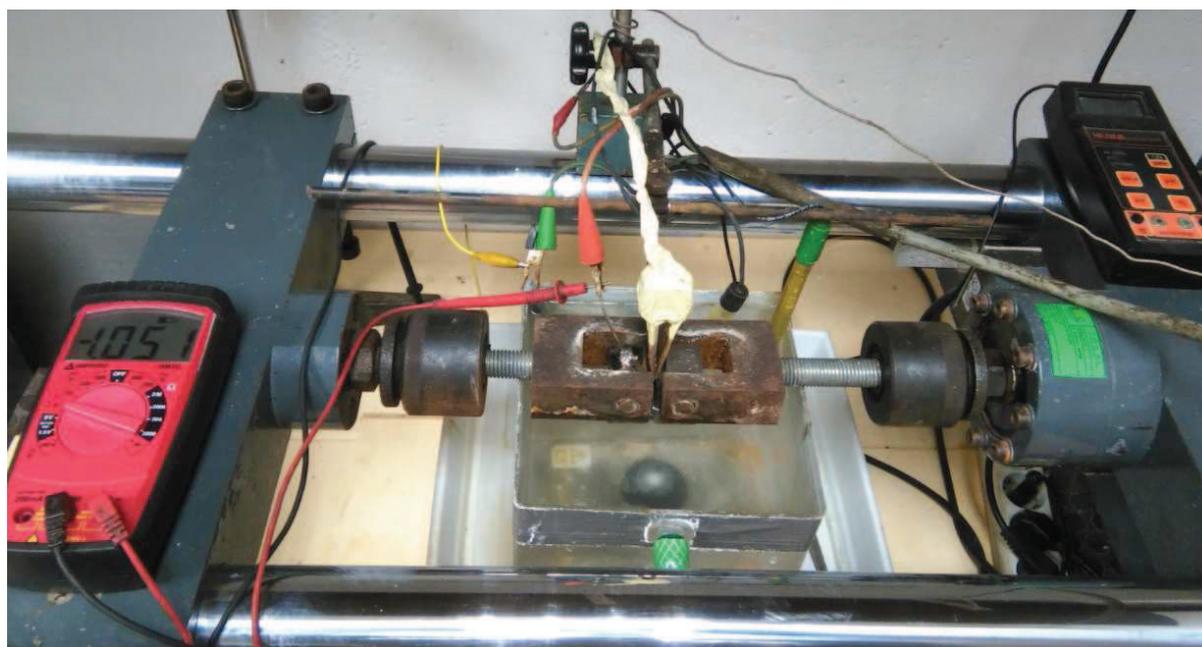


Figura 5.1. Ensayo de mecánica de la fractura durante su transcurso.

| SMALL PUNCH TENSILE TESTS | | | | |
|--|----------------|----------------|------------------------------------|------------------------|
| Environment | Aggressiveness | Loading rate | Samples tested | Result |
| Cathodic Charge | 5mA/Cm2 | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT un-notched Samples (Average) | Sy , Su |
| | 1mA/Cm2 | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT un-notched Samples (Average) | Sy , Su |
| Cathodic Protection | 1050mV | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT un-notched Samples (Average) | Sy , Su |
| | 950mV | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT un-notched Samples (Average) | Sy , Su |
| SMALL PUNCH FRACTURE TESTS | | | | |
| Environment | Aggressiveness | Loading rate | Samples tested | Result |
| Cathodic Charge (Acid environment) | 5mA/Cm2 | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| | | Vsp=0.002mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| | 1mA/Cm2 | Vsp =0.01mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| | | Vsp=0.002mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| Cathodic Protection (Marine environment) | 1050mV | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| | | Vsp=0.002mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| | 950mV | Vsp =0.01 mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |
| | | Vsp=0.002mm/s | 4 SPT notched Samples (Average) | Jlc,KJh, KJth25 |

Tabla 5.2. Ensayos Small Punch llevados a cabo.



Figura 5.2. Arriba: Probetas SPT durante su carga en H₂; Abajo: máquina y utillaje de ensayo, probeta SPT entallada tras la finalización del ensayo.

Los resultados de los ensayos fueron tratados tal y como anteriormente se ha expuesto, obteniendo el parámetro de fractura convencional, KEAC, y estimando el equivalente por medio de ensayos SPT, K_{Jth-25} . A continuación se muestra un gráfico comparativo de los resultados.

Se aprecia que el ensayo Small Punch es capaz de predecir el comportamiento en condiciones de fragilización [14-15-16-17], y presenta una tendencia cualitativamente correcta. También se observa que los resultados estimados mediante ensayos SPT dan valores más altos que los reales, sobre todo en los escenarios de más fragilidad (menores valores del parámetro de fractura), donde esta diferencia puede ser apreciable.

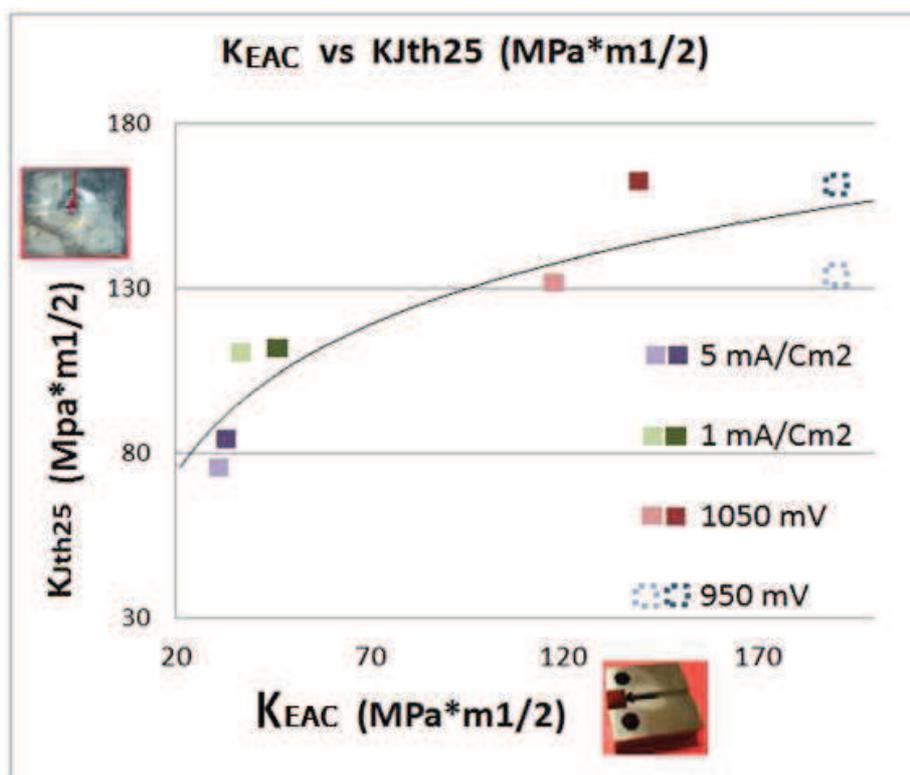


Figura 5.3. Comparación de los resultados del parámetro de iniciación en condiciones de fragilización por hidrógeno obtenido por metodologías convencionales y estimados con técnicas Small Punch.

Las diferencias más acusadas cuanto más frágil es el escenario se atribuyeron principalmente a dos causas [16-17]:

- El hecho de que los ensayos convencionales se hagan totalmente sumergidos y en condiciones estacionarias de suministro de hidrógeno en la probeta, y por tanto en la zona plástica, frente a los SPT que se realizan al aire tras la carga en H₂. De esta manera, por rápido que sea el proceso de secado, colocación de las probetas en la máquina y ensayo, las condiciones de aporte de hidrógeno variarán, comenzando incluso una difusión hacia el exterior de la probeta que, debido a las pequeñas dimensiones de la misma, puede ser de vital importancia.
- Las velocidades de sollicitación empleadas en los ensayos convencionales y SPT no tienen nada que ver. En los ensayos convencionales se emplearon velocidades de sollicitación muy bajas, quasi-estáticas marcadas por la normativa. En los SPT se empleó una velocidad en el rango de las recomendadas por [10] y otra 5 veces más lenta, que son demasiado altas para permitir una adecuada difusión del H₂ hacia la zona plástica, y hacen que en la caracterización no puedan ser tenidos en cuenta todos sus efectos adecuadamente.

Lo anterior fue contrastado en [16-17] mediante un análisis del contenido en hidrógeno del material en estado de recepción, justo tras la carga en hidrógeno en cada uno de los 4 ambientes distintos, y tras los tiempos transcurridos en llevar a cabo los ensayos a las dos velocidades SPT (5 y 15 minutos respectivamente). Los resultados se muestran a continuación.

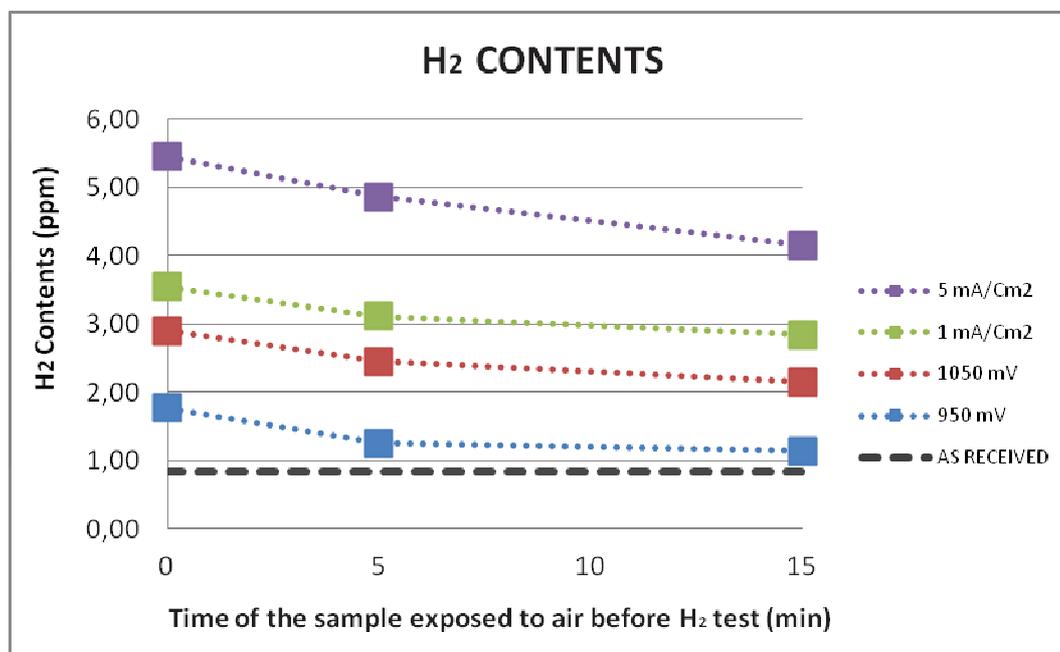


Figura 5.4. Ensayos de contenido en hidrógeno sobre muestras Small Punch.

Los resultados de contenidos en hidrógeno evidencian los puntos enunciados anteriormente. Se aprecia que en todos los casos hay una pérdida de H₂ una vez que las muestras son extraídas del ambiente que les proporcionaba un aporte continuo, lo cual ratifica la difusión hacia el exterior. Esta pérdida es muy acusada en los primeros minutos, siendo más débil según pasa el tiempo y tendiendo a bajar el contenido de hidrógeno hasta el valor que puede ser atrapado por la red microestructural del material (un valor estimado cercano a 1ppm).

5.4 CONCLUSIONES

Como se ha visto a lo largo del capítulo, para poder llevar una adecuada estimación del parámetro de iniciación en condiciones de fragilización por hidrógeno mediante técnicas Small Punch es necesario tener unas condiciones de aporte de hidrógeno a la zona plástica que sean semejantes a las que se dan en los ensayos convencionales. Para conseguir lo anterior es necesario que el equipo satisfaga los condicionantes siguientes:

- La muestra debe estar totalmente sumergida, tanto durante la precarga en hidrógeno como durante el desarrollo del ensayo. Con ello se conseguirá tener un estado estacionario de aporte de hidrógeno a la muestra sin variar su contenido en ningún momento, haciendo que esté saturada y se permita al H₂ moverse libremente por la red microestructural hacia la zona plástica.
- El ensayo debe realizarse a unas velocidades muy lentas de deformación, cuasi-estáticas como es habitual en los ensayos en condiciones de fragilización por hidrógeno y corrosión bajo tensión. De esta manera se consigue permitir al hidrógeno el tiempo necesario para que puede difundir por la zona plástica mientras la deformación de la misma tiene lugar, y eliminar la dependencia de la velocidad de sollicitación en los resultados.

6 REQUERIMIENTOS PARA EL DISEÑO DEL EQUIPO

6.1 INTRODUCCIÓN

En los capítulos anteriores se han comentado la metodología ideada y la forma de llevar a cabo una adecuada caracterización en condiciones de fragilización por hidrógeno o corrosión bajo tensión empleando el ensayo Small Punch. Asimismo se han expuesto las dos primeras condiciones que debe cumplir el equipo que se desea diseñar, sin excepción, para que sea capaz de llevar a cabo su cometido correctamente que son:

- La precarga en H₂ y el ensayo deben llevarse a cabo con la probeta totalmente sumergida.
- Las velocidades de sollicitación deben ser muy lentas, encuadradas en lo que se conoce como baja velocidad de deformación.

Estas dos condiciones son vitales para el diseño del equipo objeto de este proyecto, pero no son, ni mucho menos las únicas que deben satisfacerse para el correcto desarrollo del SPT en condiciones de fragilización por hidrógeno. Por ello, en este capítulo se tratarán brevemente el resto de las posibles condiciones que se van a dar en los futuros ensayos Small Punch que se pretenden llevar a cabo una vez el equipo esté construido y en funcionamiento, y que evidentemente deben ser tenidas en cuenta para su diseño.

6.2 MÁQUINA DE ENSAYO DONDE ACOPLAR EL DISPOSITIVO

El tipo de ensayos que se van a realizar, se enmarcan dentro del grupo de ensayos de velocidad de deformación lenta. En esencia, el método consiste en la aplicación de una velocidad de deformación relativamente baja a una probeta, bajo la influencia ambiental apropiada hasta que ocurra la rotura [7].

El equipo necesario para este tipo de ensayos de deformación lenta es, un dispositivo que permita una selección de velocidades de deformación suficientemente bajas y que a la vez tenga la resistencia suficiente como para poder soportar las cargas generadas. Normalmente este tipo de dispositivos constan de un marco rígido, formado por dos bastidores y dos barras laterales que los conectan. Uno de dichos bastidores es el encargado de transmitir la velocidad de deformación elegida y el otro está fijo. Dichos

bastidores son regulables, de tal modo que podemos emplear utilajes con diferente longitud.

Para que sea una máquina de tracción lenta sea válida para estos ensayos tiene que cumplir los requisitos expuestos en la norma ASTM E 4 [20]. Al mismo tiempo las cargas aplicadas por esta máquina deben de estar calibradas conforme a [21]. Un ejemplo esquemático del tipo de maquina a emplear es el mostrado en la siguiente Figura.

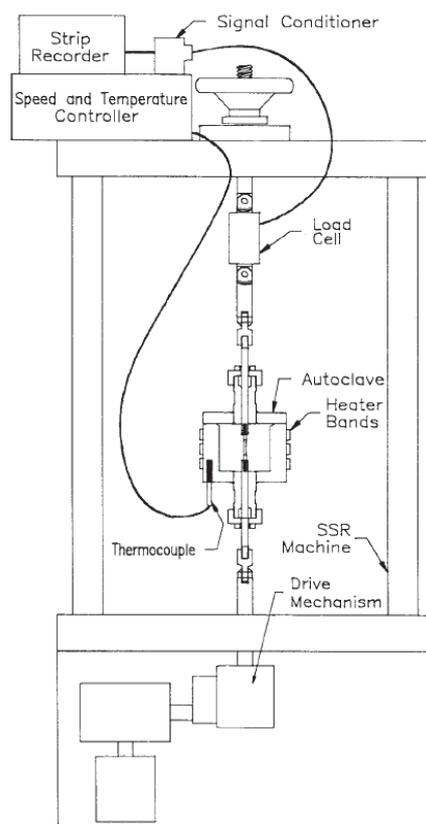


Figura 6.1. Ejemplo de una máquina de ensayos de velocidad de deformación lenta [22].

En este trabajo, se ha decidido reutilizar una máquina existente en las instalaciones del de la División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales (LADICIM), por motivos de ahorro económico, y adaptar el diseño del equipo para ser utilizado en ella. En este caso se trata de una máquina de ensayos es horizontal. La diferencia con la mostrada en el esquema radica en el modo de aplicar las cargas; la mostrada en el esquema aplica las cargas de forma vertical mientras que la existente en el laboratorio lo hace de manera horizontal, asimismo las barras laterales que unen ambos bastidores son horizontales en vez de verticales. Se presenta en la figura siguiente. Las dimensiones y resto de características de la misma se indican en el capítulo 7, donde se hace el diseño y dimensionamiento del dispositivo y son tenidas en cuenta para ello.



Figura 6.2. Máquina de tracción lenta horizontal existente en las instalaciones del LADICIM

6.2.1 Mordazas

Se pueden emplear varios tipos de amarres para transmitir la carga de la máquina de ensayos a la probeta ASTM E 8 [23]. Una función importante de las mordazas, es asegurar la linealidad de la aplicación de las cargas, de forma que éstas coincidan justo con el centro de la probeta; una aplicación de cargas descentrada puede introducir esfuerzos flectores que no están incluidos en los cálculos previstos.

La máquina existente en el LADICIM cumple con estos requerimientos.

6.2.2 Selección de rango de velocidades de deformación

La velocidad de deformación puede afectar a la resistencia del material a la Corrosión Bajo Tensión. Por lo tanto se deberá tener cuidado a la hora de elegir la velocidad de deformación para evaluar los materiales. Si no hubiese información previa que pueda indicarnos un rango determinado, se elegiría una velocidad dentro del rango entre 10^{-3} y 10^{-6} mm/s, para poder calibrar el ensayo [22].

Al tratarse de un ensayo en unas condiciones que no están contempladas en ninguna normativa, todos los valores de velocidades y parámetros determinados son provisionales y variarán en función de próximos trabajos.

6.3 ASPECTOS AMBIENTALES

6.3.1 Composición de las soluciones a emplear

El agrietamiento por corrosión bajo tensión se produce en combinaciones medio-aleación específicas, como ya se mostró en la Tabla 2.1. Por otra parte, hay que tener en cuenta que sustancias en fase gaseosa pueden influir en el mecanismo de Corrosión Bajo Tensión y en ocasiones se pueden utilizar en los ensayos.

Para poder recrear lo más fielmente posible una situación real, hay que proteger las probetas contra los mecanismos de corrosión. En primer lugar para que exista la corrosión tienen que estar presentes tres condiciones:

- Dos metales disimilares.
- Un electrolito.
- Un conductor entre los metales disimilares.

Los dos metales disimilares pueden ser aleaciones totalmente diferentes, como puede ser el acero y el aluminio; generalmente se trata de diferencias metalúrgicas microscópicas o macroscópicas en la superficie de una pieza única de acero.

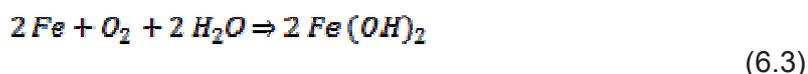
Si existen las condiciones anteriores en la superficie metálica más activa (en este caso consideraremos el acero que se corroe libremente, el cual no es uniforme), la siguiente reacción ocurre en los sitios más activos (2 iones de hierro más 4 electrones libres):



Los electrones libres viajan a través del trayecto metálico hacia los sitios menos activos donde ocurre la siguiente reacción (gas oxígeno convertido en ion oxígeno, al combinarse con los cuatro electrones libres, el cual se combina con agua para formar iones hidroxilo):



Las recombinaciones de estos iones en la superficie activa producen la siguiente reacción, la cual produce el producto de corrosión del hierro hidróxido ferroso.



Esta reacción se explica más comúnmente como flujo de corriente a través del agua desde el ánodo (lugar más activo) hacia el cátodo (lugar menos activo).

En este caso, el ensayo va a estar sometido a dos soluciones diferentes, en función del método de protección que se vaya a emplear. Se van a emplear dos métodos de protección:

- Protección catódica
- Protección anódica

Al pretender reproducir condiciones similares al medio marino se protegerán las probetas con dichos métodos a diferentes intensidades y diferencias de potencial eléctrico.

PROTECCIÓN CATÓDICA

La protección catódica es un sistema de protección frente a la corrosión, que consiste fundamentalmente en el uso de unos ánodos de sacrificio formados por un metal menos noble que el material a ensayar, y en consecuencia, se corroerá de forma que en el material a ensayar solo se dé la reacción catódica (quedando protegido frente a la corrosión). Durante la corrosión se produce un flujo de electrones del ánodo al cátodo y para que la protección sea lo más eficaz posible, es conveniente mantener una corriente eléctrica adecuada, pudiendo ser necesario suplirlo con una corriente continua impuesta, además de la propia del ánodo. En las Figuras 6.3 y 6.4 se observan ejemplos de estos dispositivos.

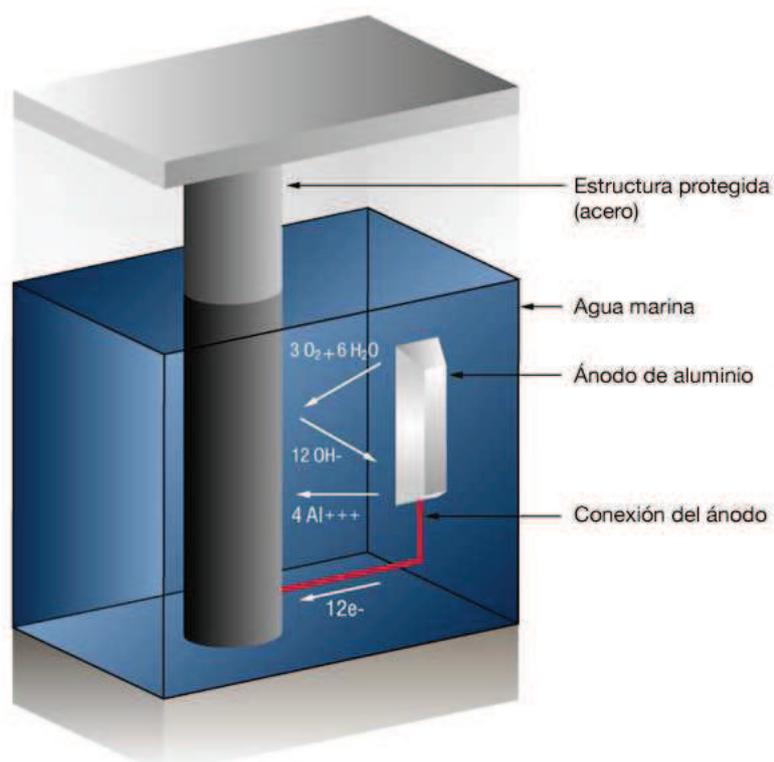


Figura 6.3. Sistema de protección catódica por ánodo de sacrificio en agua marina [24].

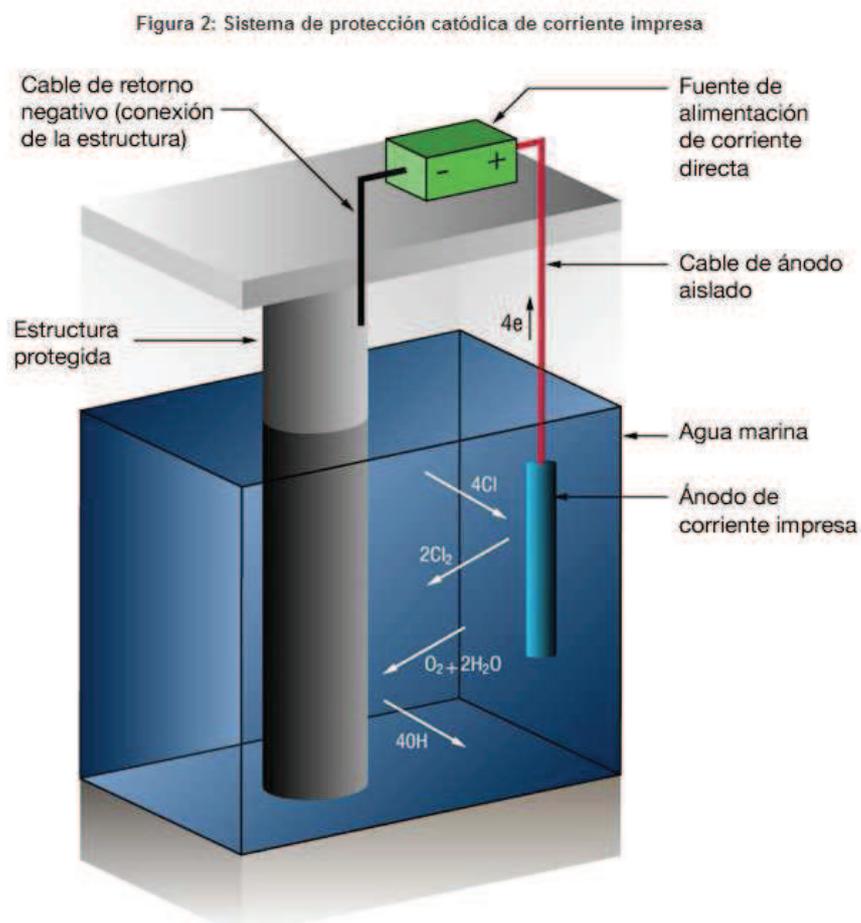


Figura 6.4. Sistema de protección catódica de corriente impresa [24].

En compartimentos inundados también es posible emplearlo, pero solo se permiten los ánodos de aleaciones de Zinc y Aluminio, debido a que los de Magnesio pueden dar lugar a la acumulación de gas hidrógeno, que puede llegar a producir fragilización. El ánodo de Aluminio tiene las ventajas de durar más (cede más electrones por unidad de masa) y tener menor peso [26]. Es importante tener en cuenta un correcto diseño de la protección ya que de lo contrario puede dar lugar a fenómenos de fragilización por hidrógeno o favorecer la Corrosión Bajo Tensión.

Para el caso de protección catódica se va a emplear una disolución que contiene sales inorgánicas en proporciones y concentraciones que representen el ambiente marino SSW ASTM D1141 [25].

Como ánodo de sacrificio se empleará una pieza de aluminio.

PROTECCIÓN ANÓDICA (Polarización Catódica)

La protección anódica consiste en la polarización de la pieza metálica hasta un potencial fijo más positivo que el de equilibrio/disolución. En estas condiciones, la velocidad de corrosión debería incrementarse notablemente, pero en ciertos casos (es decir, para ciertos materiales), se observa que esta velocidad es prácticamente cero.

La explicación se encuentra en el hecho de que al aumentar el potencial aplicado a la pieza, se forma una capa superficial de óxidos metálicos que “impermeabilizan” el metal masivo frente al medio agresivo en el que se encuentra. Evidentemente, esta capa de óxidos debe poseer ciertas características físicas y químicas para proteger al metal de forma efectiva. El óxido del hierro resta efectividad a este tipo de protección por lo que tiende a requerir mantener la intensidad elevada.

Una característica típica de la protección anódica es que la fuente de corriente debe proporcionar intensidades de corriente altas para que ocurra el proceso de pasivación, mientras que sólo se requiere una pequeña corriente para mantener la protección. También es posible usar corrientes protectoras intermitentes si el sistema permanece pasivo durante un tiempo suficientemente largo [26].

Para el caso de protección anódica se empleará una disolución 1N de H_2SO_4 (ácido sulfúrico) en agua destilada, conteniendo 10 gotas de Cs_2 y 10 mg de As_2O_3 previamente disuelto por litro de disolución, la misma es preparada según el método de Pressouyre [27]. Como ánodo de sacrificio se va a utilizar una red de platino.

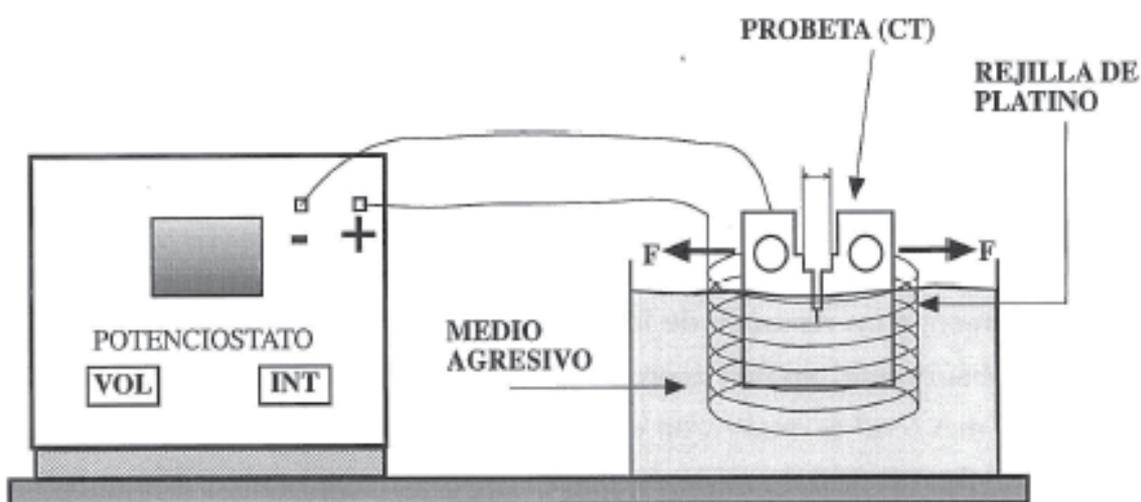


Figura 6.5. Sistema de Polarización Anódica empleado en ensayos de laboratorio [26].

6.3.2 Potencial del electrodo

Las reacciones que intervienen en el agrietamiento por Corrosión Bajo Tensión tienen una marcada naturaleza electroquímica, de manera que se puede influir en el agrietamiento mediante la aplicación de corriente o potencial desde una fuente externa.

Variaciones de potencial en la dirección anódica incrementarán la susceptibilidad al agrietamiento mientras que la aplicación de una corriente catódica lo retardará o lo evitará por completo.

El objetivo fundamental de incrementar la corriente o controlar el potencial de una muestra en un ensayo de Corrosión Bajo Tensión, donde el principal objetivo es la obtención de datos, es reducir el tiempo de rotura en ensayos de laboratorio o mejorar la reproducibilidad. El efecto del potencial sobre el comportamiento en Corrosión Bajo Tensión es muy importante, y por ello a la hora de realizar el ensayo es preciso aislar la muestra ensayada de otros componentes metálicos del equipo de ensayo sumergidos en la disolución.

Para conocer el potencial eléctrico que es necesario añadir se suelen tomar valores respecto a ánodos de Ag/AgCl o Cu/CuSO₄, pese que los normalmente empleados son aleaciones de Zinc y Aluminio. Esta corriente impuesta es necesaria porque varían las condiciones de salinidad, temperatura, etc., y por tanto la cantidad de electrones que se requieren [26].

En el caso de la protección catódica se van a establecer dos potenciales, uno de 950 mV y otro de 1050 mV.

Para la protección anódica se emplearán unas intensidades de corriente de 1 mA/cm², 5 mA/cm² y 10 mA/cm².

6.3.3 Temperatura

La temperatura tiene una influencia significativa en los procesos químicos, incrementando la velocidad de reacción a la par que se produce un aumento de temperatura. Este fenómeno no siempre ocurre así ya que en diversas ocasiones al producirse un aumento de temperatura puede producirse una velocidad de reacción más baja, ya sea por la formación de capas protectoras o por la disminución del oxígeno disuelto en la disolución.

En este ensayo se pretende realizar a temperatura ambiente, intentando que no se produzcan grandes variaciones durante el transcurso del ensayo.

La temperatura de la solución debería controlarse con una precisión de $\pm 2^{\circ}\text{C}$ según [7].

6.3.4 Efecto del PH

Cuando en un proceso se trabaja con fluidos, el material está expuesto a problemas de corrosión. El riesgo varía en función del material y del fluido con el que se está trabajando, y el principal parámetro que impacta sobre la posible corrosión es el pH.

Los cambios de pH producidos durante el proceso pueden ser tan importantes como el pH inicial. La modificación del pH durante un ensayo depende del volumen de la disolución, del área superficial expuesta de la probeta, así como la duración del ensayo.

Durante el ensayo se pueden producir pequeñas variaciones en el pH de la disolución en función de que el volumen de la solución sea relativamente grande en comparación con la muestra a ensayar, o a causa de la renovación de la solución durante el ensayo; estas circunstancias pueden dar lugar a diferentes tiempos de rotura.

Estos efectos del pH se pueden agravar si se utiliza estimulación anódica, e incluso en casos que se utiliza estimulación electroquímica [7].

Es por todo ello que se debe supervisar el ambiente durante el ensayo. Si se emplea un sistema sin solución tampón, el pH se puede mantener constante usando un sistema automático de control de pH; si por el contrario no fuese así, habría que evaluar el efecto de la variación del pH en la propagación de las fisuras.

6.3.5 Cámara ambiental

La cámara ambiental es el recipiente encargado de contener las probetas junto con el resto del utillaje, así como la disolución necesaria para realizar el ensayo. Debe encerrar completamente la parte de la probeta bajo ensayo. Cuando sea posible las partes de la máquina deben evitar estar en contacto con la disolución del ambiente para evitar corrosión galvánica y corrosión por fisuras. En la norma [7] aconseja sumergir solo aquella parte de la probeta que va a ser sometida a ensayo; en este caso no es posible ya que la probeta va

empotrada dentro del utillaje, de tal modo que todos los elementos deben estar sumergidos. Esto condicionará ciertos elementos del utillaje como se verá en los próximos apartados, ya que estos puntos de contacto han de ir protegidos contra la corrosión.

Se requiere una relación adecuada entre el volumen de la disolución y la superficie del metal; además, se requiere un sistema de circulación de la disolución.

La cámara ambiental ha de ser de un material inerte, preferiblemente no metálico, como el vidrio, que no produzca estímulo eléctrico sobre la probeta.

Para este trabajo se ha optado por utilizar para la cámara ambiental polimetilmetacrilato. Pese a ser el vidrio un material muy válido el polimetilmetacrilato presenta una serie de ventajas [28] respecto al vidrio que han sido determinantes a la hora de su elección:

- Menor peso.
- Mayor transparencia.
- Menor fragilidad.

6.3.6 Utillaje Small Punch adaptado

Para asegurar la ausencia de deformaciones a lo largo de todo el proceso, el material en contacto con la muestra debe tener una dureza de 55 HRC mínima, una dureza Rockwell tipo C. Además todas las superficies en contacto con la probeta han de estar limpias y libres de óxido, corrosión y suciedad, para evitar su posible interacción con los resultados obtenidos [10].

La gran experiencia de más de una década del LACIDIM en la realización de ensayos Small Punch ha sido recogida en la tesis doctoral de R. Lacalle [1], donde se presenta la última evolución de los útiles empleados en este laboratorio. Por ello en el presente trabajo se opta por el máximo aprovechamiento de este diseño, modificándolo para satisfacer los requisitos propios del ensayo en condiciones de sumersión en medio agresivo a baja velocidad de sollicitación. De esta manera hay que tratar que la probeta esté en contacto permanente con la disolución; lo que supone una dificultad, puesto que las dimensiones del conjunto son muy reducidas, que habrá que intentar solventar tal como se describirá en el capítulo 7.

Por otro lado, además de las condiciones de circulación de la solución, cada elemento en contacto con la muestra debe cumplir una serie de requisitos principales:

- **Punzón:**

Ha de ser de tipo hemiesférico, con un radio entre 1.0 y 1.25 mm [10], debe ser capaz de forzar la parte central de la muestra de ensayo a través de la apertura de la matriz de recepción hasta que se llegue a rotura o finalice el ensayo. En el código de buenas prácticas [10] se resalta la dificultad para evitar las formas ovaladas de la esfera, el riesgo del desplazamiento lateral y el riesgo de que la esfera se incruste en la muestra al final del ensayo como principales inconvenientes del empleo de indentadores de forma esférica frente a los de tipo hemiesférico.

- **Matriz superior:**

La superficie en contacto con la muestra de ensayo debe ser plana y paralela a la superficie de la parte que superior de la matriz que sostiene la muestra para impedir posibles distorsiones en los resultados de ensayo [10]. Se recomienda que, antes del ensayo, esta matriz empotre a la muestra rigidamente para limitar la deformación de la misma a la región del agujero de la matriz inferior; aunque también está permitida la realización de un empotramiento parcial siempre y cuando quede reflejado en el informe de ensayos [10].

- **Matriz inferior:**

Al igual que la matriz superior, se recomienda que permita el empotramiento total o parcial de la muestra previo al ensayo, y que la superficie en contacto con la muestra esté plana y paralela a la superficie de la probeta. En cuanto a la geometría, se recomienda un radio de 2 mm con un chaflán de 45° a R+0.2 mm para la apertura de recepción [10].

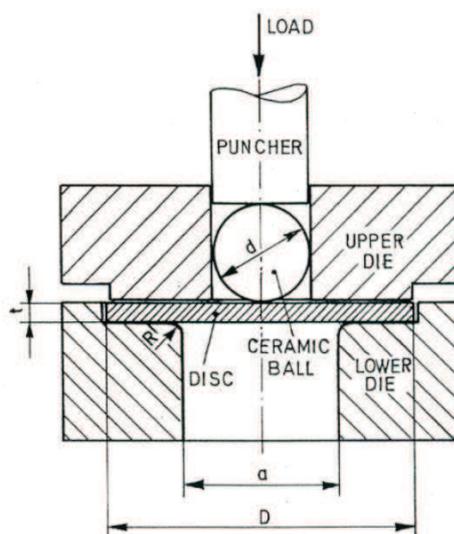


Figura 6.6. Representación esquemática del utillaje propio de un ensayo Small Punch [29].

Al margen de estos requisitos que aparecen en el código de recomendaciones para ensayos [10], se precisan otra serie de condiciones adicionales ya que en dicho código no establece instrucciones para la realización de este ensayo en condiciones de Corrosión Bajo Tensión o Fragilización por Hidrógeno. Estas condiciones se irán resolviendo según el buen criterio del diseñador a medida que vayan surgiendo en el capítulo 7, y deberán ser subsanadas en la fase posterior de puesta a punto una vez construido el equipo aquellas que se hayan dejado pasar por alto en el diseño, en caso de haberlas.

6.4 RESUMEN DE REQUISITOS PRINCIPALES

Una vez analizados los apartados anteriores, se resumen los principales requisitos que debe cumplir el diseño de los diferentes elementos que componen el ensayo en la Tabla 6.1, para facilitar el desarrollo del mismo.

| | Protección Catódica | Protección Anódica |
|----------------------------------|--|------------------------------|
| Máquina de ensayos | Máquina de ensayos de tracción lenta | |
| Composición de las soluciones | SSW | Pressouyre |
| Ánodo de sacrificio | Aluminio | Red de platino |
| Potencial del electrodo | 950 y 1050 mV | 1, 5 y 10 mA/cm ² |
| Temperatura | Ambiente con control de $\pm 2^{\circ}\text{C}$ | |
| pH | Función del material y fluido, supervisión constante | |
| Cámara ambiental | Inerte y transparente | |
| Utillaje | Modificación del existente | |

Tabla 6.1. Resumen de requisitos principales a satisfacer

7 DISEÑO DE LOS ELEMENTOS DEL EQUIPO

Una vez detallados las principales condiciones que se han de cumplir para el desarrollo de los futuros ensayos, se procede a analizar a lo largo del capítulo 7 el proceso de diseño seguido en los diferentes elementos. Para ello, se tratarán los siguientes puntos:

- Condiciones iniciales.
- Soporte del útil de ensayo.
- Estructura soporte.
- Cámara ambiental.
- Modificación del utillaje.

7.1 CONDICIONES INICIALES

Para establecer un concepto base a partir del cual desarrollar los elementos necesarios para la realización del ensayo, se realizó un análisis de la literatura en busca de información que sirviera de utilidad a la hora del diseño de este tipo de ensayos en condiciones de Corrosión Bajo Tensión. En la búsqueda se encontró algún artículo relacionado que empleaba la técnica *Small Punch* con diversas finalidades [30-32]. Si bien en dichos artículos se llevaban a cabo análisis empleando este método, no detallaban prototipo alguno sobre el que se basara el ensayo.

Los objetivos que han de cumplir el conjunto de todos los elementos intervinientes en el proceso son:

- El utillaje ha de mantener la linealidad respecto a la aplicación de cargas de la máquina.
- La probeta ha de estar en constante contacto con la disolución.
- La solución ha de estar en constante movimiento, evitando el estancamiento.

Estas tres condiciones son el eje fundamental que tiene que cumplir el diseño; si bien hay otros condicionantes secundarios que a medida que se va realizando el diseño se van analizando.

Como se ha explicado con anterioridad, los diversos elementos van a ser adaptados a una máquina universal de ensayos de tracción lenta horizontal. Para la sujeción de los elementos se ha optado por partir de la propia máquina. Ésta consta de dos bastidores

unidos por dos barras horizontales, por las cuales los bastidores se pueden desplazar como ya se explicó en el capítulo 6.

El propósito es utilizar dichas barras horizontales como apoyo de toda la estructura, de manera que nos aseguramos que siempre que se coloque la estructura va a estar en la misma posición y alineada con la máquina.

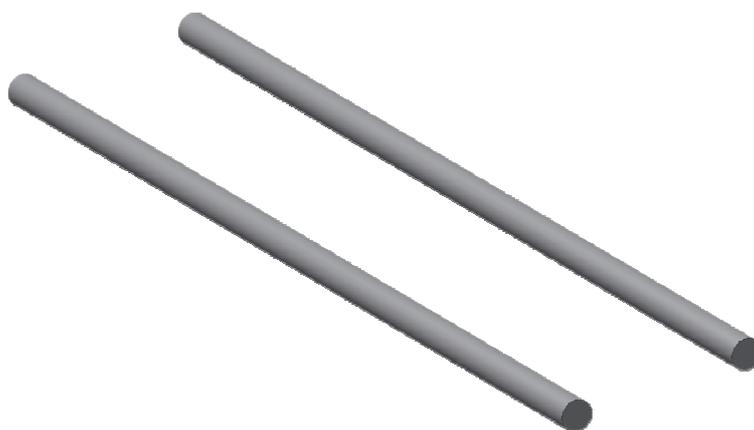


Figura 7.1. Representación de las barras de la máquina de ensayos.

Las barras tienen un diámetro de 60 mm y una separación entre ejes de 350mm. Estos dos elementos van a constituir la base sobre la que se va a constituir la estructura que va a soportar la cámara ambiental así como todo el utillaje.

7.2 ESTRUCTURA SOPORTE

La estructura soporte va a desempeñar las siguientes funciones principalmente:

- Estructura sobre la cual se van a apoyar todos los elementos.
- Es la encargada de apoyarse en la máquina de ensayos.
- Tiene como objetivo mantener la linealidad del utillaje.

Un requisito fundamental y necesario es que ha de ser suficientemente rígida para no sufrir deformaciones debido al peso propio y las cargas impuestas, puesto que ésta va a ser una estructura colgada y propensa a sufrir deformaciones.

La estructura va a ser una estructura modular, formada por una serie de elementos mecanizados por separado que posteriormente se van a unir. La forma de unión elegida es mediante tornillería, puesto que permite el montaje y desmontaje de una manera rápida y

sencilla, se pueden reponer piezas en caso de necesidad y al no aportar calor no modifica la geometría de los elementos [33].

La estructura va a estar compuesta por tres elementos diferenciados:

- Dos cepos.
- Una subestructura.
- Piezas de rodamiento.

Se presenta la estructura en la figura siguiente:



Figura 7.2. Estructura soporte.

7.2.1 Cepos

Los cepos son dos piezas que van a estar en contacto con las barras de la máquina de ensayos. Se parte inicialmente de una chapa rectangular a la que se mecaniza su contorno. Gracias a las perforaciones de los laterales permite poder apoyarse en las barras de la máquina. El orificio central es el lugar donde se va a colocar la pieza que acoge el rodamiento.

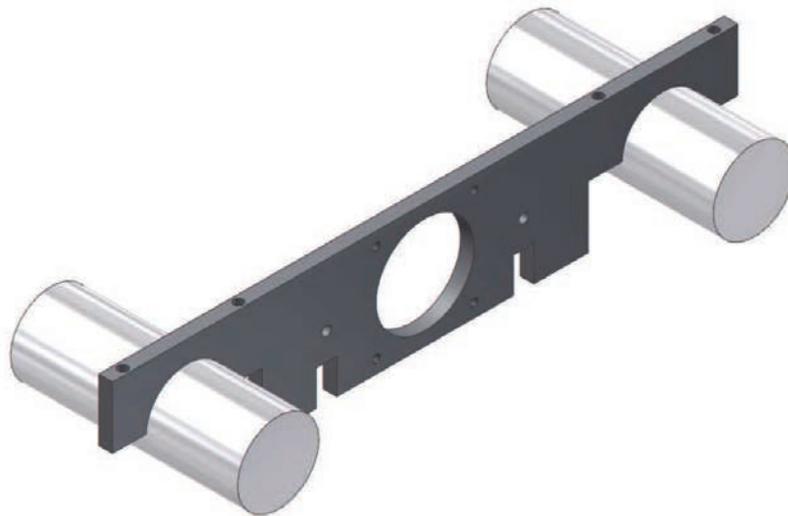


Figura 7.3. Cepo colocado sobre las barras.

A parte de la pieza principal hay dos piezas secundarias que sirven para fijar el cepo a las barras. Son las piezas inferiores de la siguiente Figura.



Figura 7.4. Sujeciones del cepo.

Estas piezas poseen dos agujeros roscados cada una, de tal manera que para su sujeción se emplearan dos tornillos por pieza y éstas se podrán apretar tanto como se necesite.

7.2.2 Subestructura

Es el conjunto de piezas que van a ser las encargadas de soportar la cámara ambiental, estarán unidas a los cepos. La subestructura va a estar en suspensión por lo que ha de tener una rigidez suficiente para poder mantener la linealidad de aplicación de cargas en todo momento.

Consta de un marco horizontal formado por barras prismáticas sustentadas por cuatro barras y éstas atornilladas a los cepos. En la siguiente figura se muestra la pieza en cuestión:

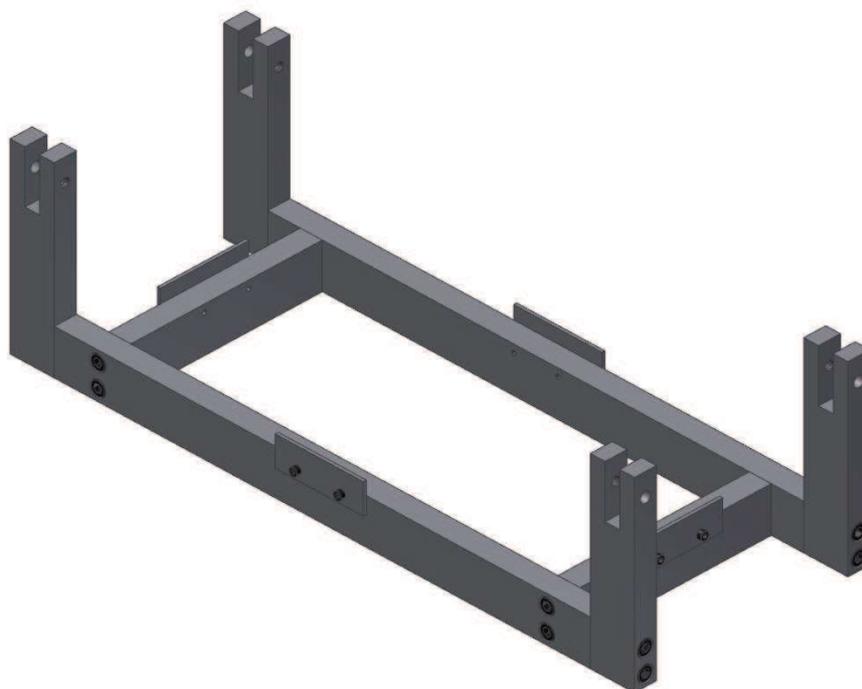


Figura 7.5. Subestructura.

Las pletinas colocadas en las barras horizontales servirán de guía para la colocación de la cámara ambiental, ya que así su posición siempre será fija y no existirán problemas a la hora de su colocación y su manipulación.

7.2.3 Cubos para alojar rodamientos

Los cubos para alojar los rodamientos se colocarán en sendos cepos; estarán atornillados y servirán de alojamiento a unos rodamientos lineales de bolas comerciales que se colocarán posteriormente.

El objetivo de poner unos rodamientos es dar un punto de apoyo a todo el conjunto del utillaje de manera que mantenga la linealidad y pueda desplazarse con libertad sin que ello genere esfuerzos tangenciales al desplazamiento que puedan introducir errores en los resultados del ensayo.

En la pieza se ha realizado un rebaje, una especie de canal donde se va a colocar un anillo elástico, proporcionado con el rodamiento, para impedir que éste se salga de la pieza donde va alojado.

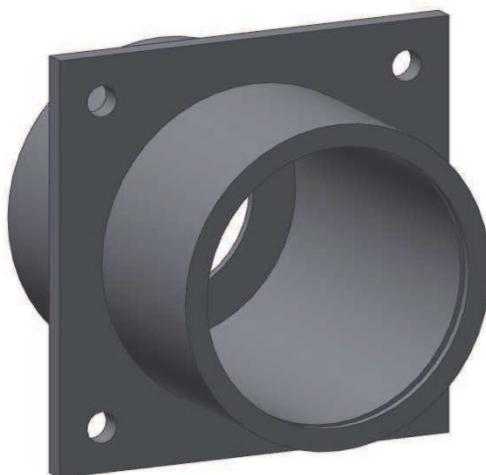


Figura 7.6. Pieza de rodamiento.

El tipo de rodamiento que irá colocado en el interior de la pieza será un modelo similar al presentado en la figura siguiente. El rodamiento tendrá unas medidas de 40 mm de diámetro interior, 62 mm de diámetro exterior y 80 mm de longitud.



Figura 7.7. Rodamiento lineal a colocar [34].

Como se mencionó con anterioridad las piezas de rodamientos van atornilladas a los cepos como se muestra en la siguiente Figura:



Figura 7.8. Cubo de rodamiento unido al cepo.

7.3 CÁMARA AMBIENTAL

Al igual que ocurre con la estructura soporte, la cámara ambiental va a ser modular. Estará formada por placas a las que se les realizará agujeros para posteriormente ser atornilladas. Ésta será la encargada de contener la disolución para la realización de los ensayos. Será de un material inerte que no reaccione con las soluciones de ensayo a emplear y deberá ser estanca.

Constará de una placa base y cuatro laterales atornillados como se muestra a continuación.

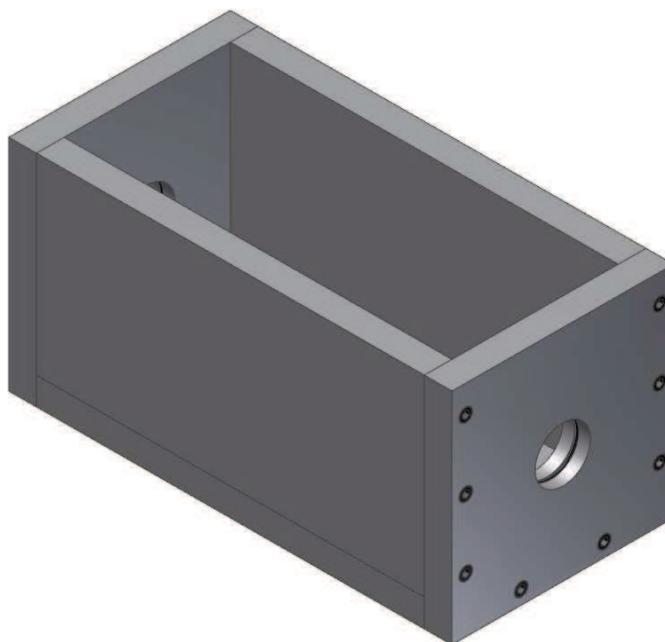


Figura 7.10. Cámara ambiental.

La cámara ambiental posee dos orificios en los extremos y un orificio de menor diámetro en un lateral. Por los orificios extremos va a desplazarse el utillaje para que en el interior de la cámara se produzca el ensayo. El orificio lateral irá roscado y tendrá acoplado un pequeño grifo para poder vaciar el contenido de la cámara ambiental, facilitando así la manipulación del utillaje, ya que se ha de manipular sin estar en contacto con la solución.

En el lugar de paso del utillaje, en los orificios extremos, para que éste deslice correctamente sin que se produzcan esfuerzos y para evitar la pérdida de líquido se colocará una junta tórica. En el siguiente detalle se puede observar el canal para alojar dicha junta según [35]. El empleo de la junta tórica se basa en la deformación elástica a la que está sometida después del montaje en su alojamiento. La deformación se obtiene al dimensionar oportunamente la ranura de alojamiento. El aplastamiento que resulta provoca una reacción elástica de la junta sobre las zonas en contacto y se crea así una acción automática de estanqueidad, a pesar de que el fluido no esté bajo presión, como es este caso en particular.

El material de la junta tórica se basa en un elastómero, que según las características del fluido con el que va a estar en contacto, las condiciones de presión de trabajo y temperatura tendremos unos materiales diferentes [36].

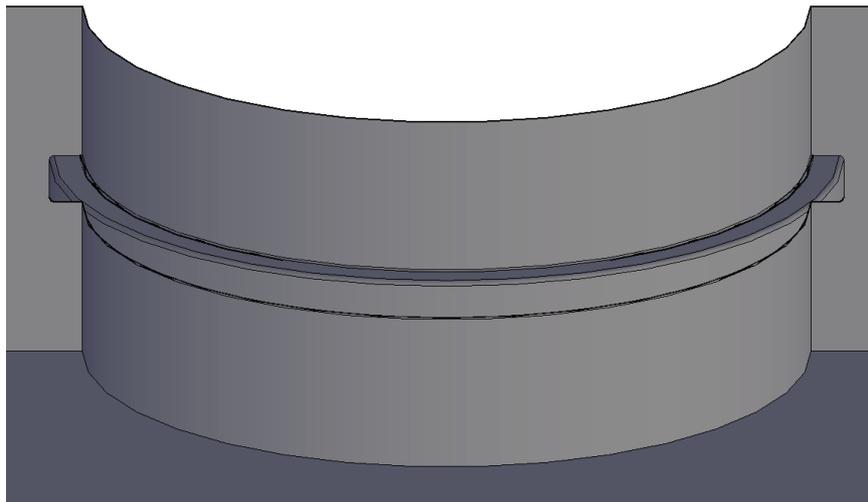


Figura 7.11. Detalle de la ranura de alojamiento de la junta tórica.

A continuación se muestra una figura en la que nos da una idea del resultado de colocar la cámara ambiental sobre la estructura anteriormente diseñada:

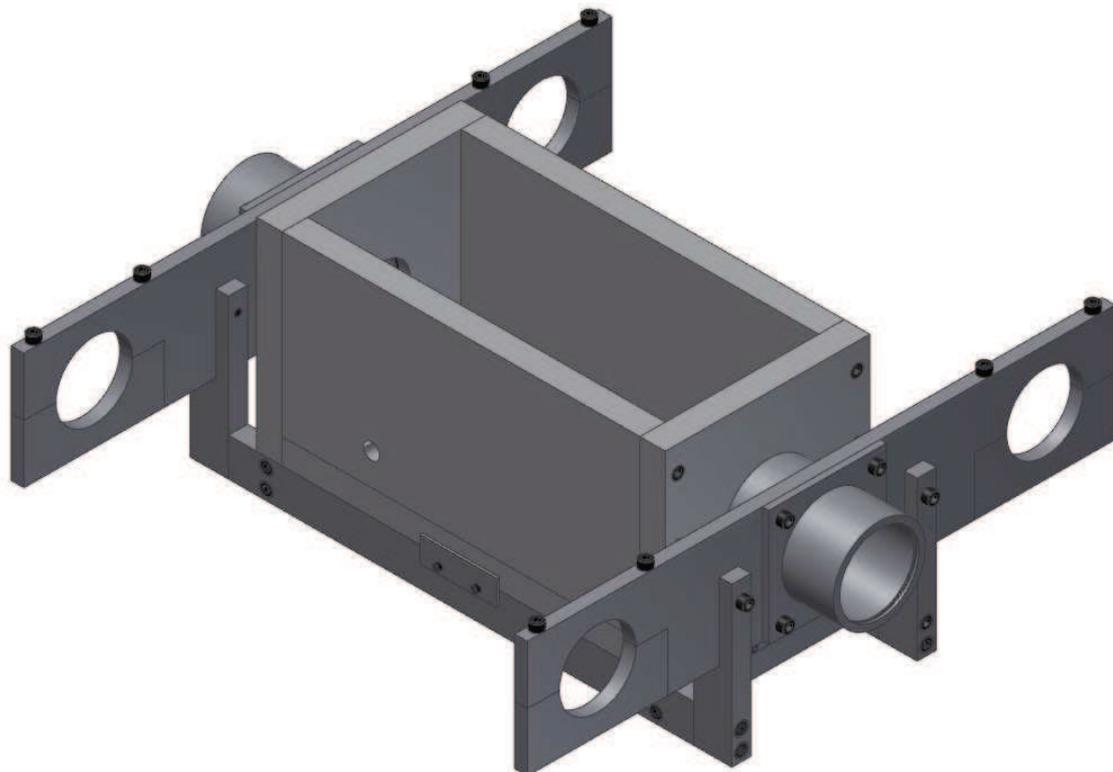


Figura 7.12. Cámara ambiental sobre la estructura.

7.4 DISEÑO DE ADAPTACIÓN DEL ÚTILLAJE SPT EXISTENTE

Tal como se expuso en el capítulo 6, las partes fundamentales que constituyen el utillaje son: una matriz inferior donde descansa la probeta, que además debe permitir la perforación de la misma, un punzón con la misión de transmitir la carga de ensayo sobre la probeta y una matriz superior con la función de empotrar la probeta en todo su contorno y permitir el paso del punzón. Además todo el conjunto va introducido dentro de un casquillo, el cual a través de diversos elementos roscados se une a la máquina de ensayos.

Puesto que uno de las condiciones de partida era basar el trabajo en el diseño del utillaje de la tesis doctoral de Roberto Lacalle [1], se ha llevado a cabo una modificación del mismo con el objeto de que se vean cumplidas las condiciones expuestas en el apartado 7.1. Las modificaciones realizadas corresponden a modificaciones geométricas externas para poder permitir su adaptación al nuevo dispositivo de diseño y el acoplamiento al resto del sistema. La adopción de esta medida permite la unificación del tamaño de muestras empleado en el laboratorio, independientemente del comportamiento que se desee caracterizar.

El utillaje se colocará en posición horizontal como se muestra en la figura.

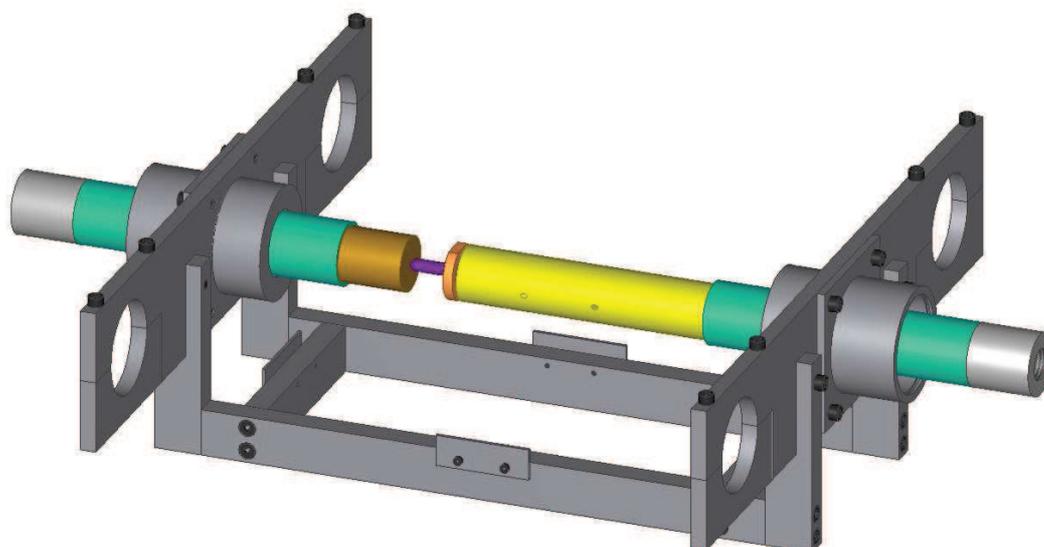


Figura 7.13. Esquema de la estructura con el utillaje colocado, sin la cámara ambiental.

Se debe precisar que los cambios realizados respecto a la geometría original [1] se corresponden a peculiaridades de las nuevas condiciones a las que ha de estar sometido todo el utillaje, realizando perforaciones para permitir el contacto de la probeta con el fluido.

Ha sido necesario incluir piezas complementarias de suficiente longitud para poder atravesar los rodamientos y las paredes de la cámara ambiental, así como de dos piezas adicionales para aislar el utillaje a la máquina de ensayos, puesto que el utillaje va a estar sometido a un determinado potencial o una determinada intensidad.

En la siguiente figura se va a mostrar una sección del utillaje en el que se pueden identificar todas las piezas intervinientes en el diseño, y se especificarán sus peculiaridades y cambios que han sido necesarios realizar:



7.14. Sección longitudinal del utillaje

Como se puede observar en la figura 7.14, el utillaje está formado en orden de arriba abajo por:

- **Pieza aislante:** Pieza cilíndrica doblemente roscada, que sirve de unión entre el pasador y la máquina de ensayos. Ésta pieza ha de ser de un material aislante para no transmitir corriente eléctrica a la máquina.
- **Pasador:** Pieza cilíndrica doblemente roscada que une el presionador y la pieza aislante. Su longitud se debe a que ha de pasar por el rodamiento lineal de bolas y atravesar los laterales de la cámara ambiental, para poder manipular el resto de los elementos dentro de la cámara.
- **Presionador:** Transmite la fuerza de la máquina de ensayos al punzón.
- **Tornillo superior:** Es el encargado de apretar la matriz superior gracias a una rosca externa M24 y permitir el paso del punzón por su interior. En la parte inferior adquiere la forma de negativo de una esfera para poder apretar uniformemente la matriz superior.
- **Punzón:** ejerce la carga sobre la probeta mediante una esfera de 2.50 mm de diámetro, ya que así se facilita la sustitución de la esfera en caso de daño y permite un mecanizado más sencillo de las piezas [1].
- **Matriz superior:** Garantiza el empotramiento de la probeta en todo su contorno permitiendo el paso del punzón por su interior. Está provista de una cabeza esférica para facilitar que el apriete que realiza el tornillo sea de forma homogénea, asegurando en último término una presión constante de la probeta [1]. Consta de dos taladros simétricos a 45°, con el objeto de permitir el paso del fluido hacia la probeta, cumpliendo así uno de los requisitos iniciales.
- **Matriz inferior:** Sirve de alojamiento a la probeta, permitiendo al mismo tiempo su deformación. Al mismo tiempo que ocurre con la matriz superior, en la matriz inferior también está provista de sendas perforaciones simétricas y a 45° para permitir la entrada del fluido hacia la probeta.
- **Casquillo externo:** Aloja y ensambla el resto de las piezas, haciéndolas intercambiables si fuera necesario. Tiene cuatro perforaciones simétricas dos a dos, formando un ángulo con la horizontal de 45°, con el objetivo ya mencionado de permitir el paso del fluido a su interior.

Al ser la matriz superior, la matriz inferior y el casquillo externo piezas cilíndricas, es muy probable que sus respectivas perforaciones no coincidan constantemente ya que son piezas

propensas a girar. Para favorecer la alineación de todas las perforaciones, tanto exteriores como interiores, las piezas van provistas de unas hendiduras a modo de guía, de tal manera que la pieza siempre va a estar en la misma posición sin posibilidad de giro. En la siguiente figura se muestra el detalle mencionado:

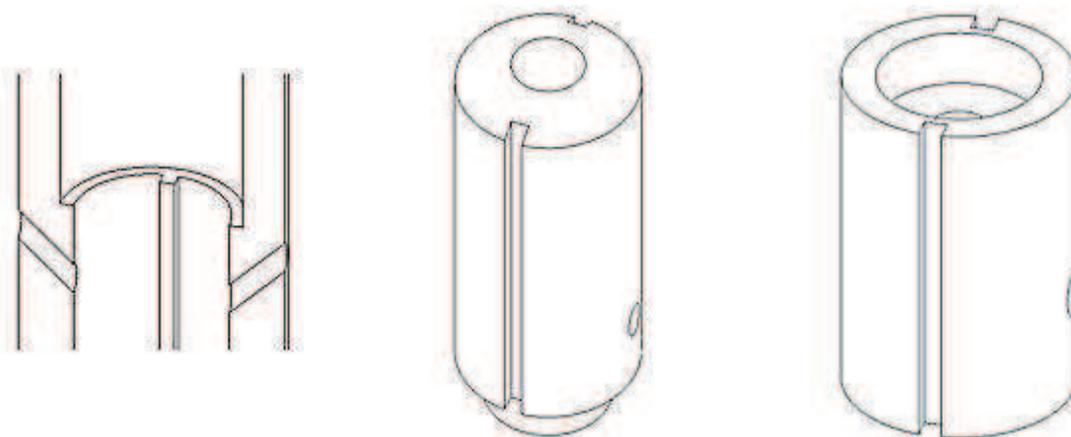


Figura 7.15. Detalle de las guías.

7.5 DISPOSITIVO COMPLETO

De la combinación de todos los elementos anteriormente expuestos, se constituye el diseño completo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de corrosión bajo tensión, tal como se muestra en las figuras siguientes.

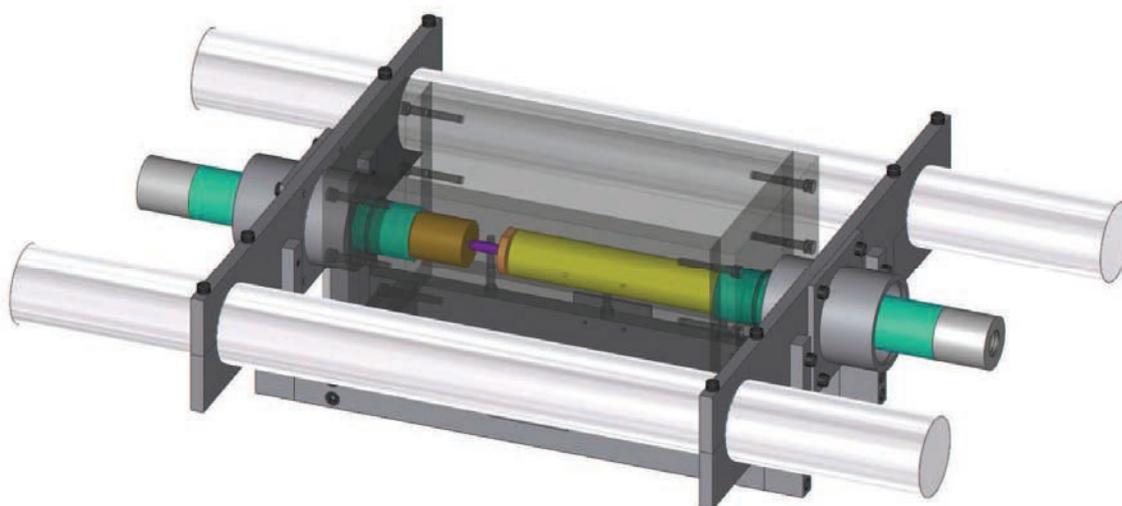


Figura 7.16. Figura esquemática del diseño de los elementos para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de Corrosión Bajo Tensión o Fragilización por Hidrógeno.

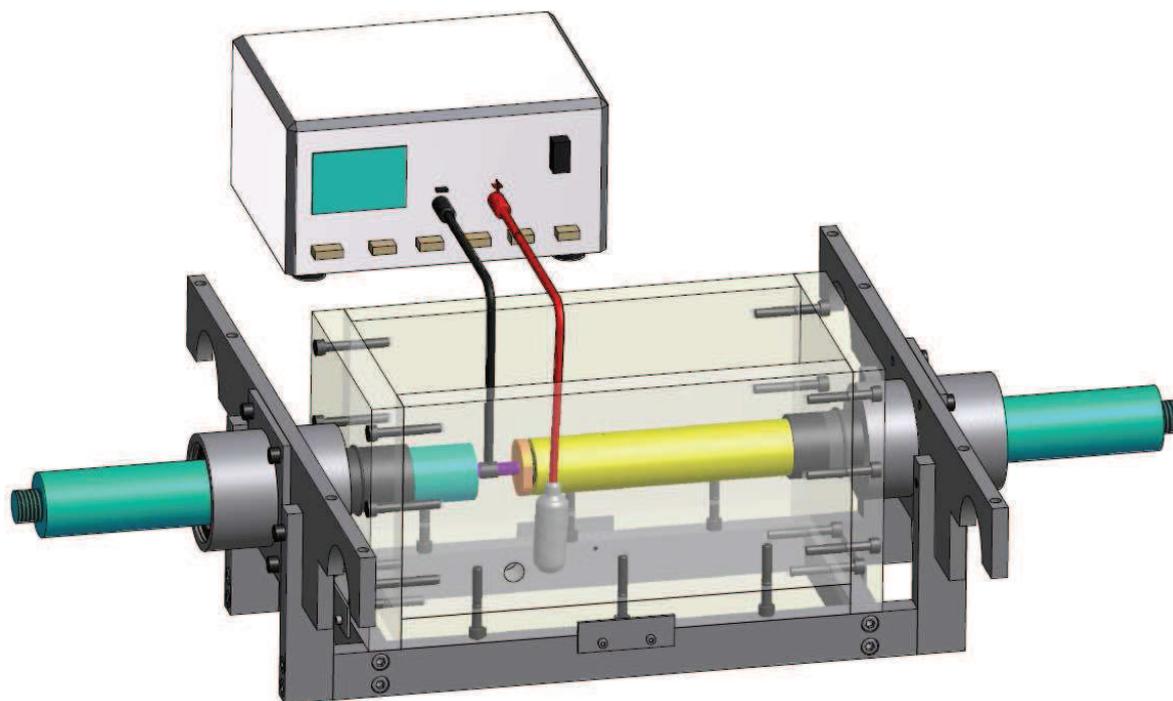


Figura 7.17. Vista del dispositivo listo para un ensayo, incluso con el sistema de protección catódica colocado.

Se trata de un equipo manejable, ya que se puede desacoplar fácilmente de la máquina de ensayos y guardar en caso de no precisar su utilización. Todos los elementos tienen geometrías sencillas y son de fabricación simple, por lo que su reposición en caso de necesidad no supone un problema muy costoso.

En este último apartado cabe hacer una pequeña reseña a cerca de los materiales a emplear en cada uno de los elementos, puesto que como se mencionó anteriormente, ciertas partes han de ser de un material inerte.

- Utillaje: Acero inoxidable tipo AISI 304, AISI 316 o superior. Posteriormente, de cara a una buena durabilidad deberá ser recubierto con una capa de barniz incoloro para metales que evite que la corrosión provocada por las proximidades a la disolución (dentro de la cámara ambiental) la deteriore.
- Estructura soporte: Acero convencional S235, S355 o superior.
- Cámara ambiental: Polimetilmetacrilato (PMMA).
- Piezas aislantes: Nylon o material similar.

7.6 COMPROBACIÓN MEDIANTE SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS

Una vez diseñada la estructura, de cara a obtener un funcionamiento adecuado, se deben comprobar las flechas (y deformaciones en general) que va a sufrir la estructura soporte cuando sostenga el peso de la cámara ambiental con su correspondiente solución líquida. Asimismo deberá ser también verificado que las tensiones máximas no sobrepasan las admisibles por el material; aunque esto en un principio parece poco probable.

El resto de los elementos no son verificados pues no se considera que sea necesario, ya que el espesor de 20mm que se ha dado a la cámara ambiental por motivos constructivos se considera más que suficiente para contener una solución acuosa en su interior sin ningún problema. En lo referente al utillaje no se han precisado verificaciones, pues se basa en un diseño ya funcionando [1], que ha sido contrastado, y sobre el que tan sólo se han hecho modificaciones menores.

Las sobrecargas acontecidas durante el ensayo son totalmente transmitidas a la máquina sobre la que se va a acoplar el dispositivo, por ello no se tienen en cuenta en las verificaciones.

Para los fines anteriores se realizará una simulación para conocer tensiones y flechas a través de un análisis por elementos finitos con Autodesk Inventor, software 3D de diseño mecánico en el que ha sido concebido el equipo. Cabe resaltar las siguientes características en la misma:

- La simulación ejecutada fue en 3D.
- Se aplicó el mallado automático dado por defecto por el software, pues se estimó de precisión suficiente para los fines pretendidos.
- El tipo de elementos utilizados fueron tetraedros de 4 nodos cada uno (el más básico).
- La malla tenía un total de 184.000 nodos y 101.000 elementos aproximadamente.
- El tipo de análisis llevado a cabo fue de tipo estático (Static Structural).

- El material empleado en la simulación fue acero convencional de construcción S235, empleando un coeficiente minorador para sus propiedades en tracción de 1,15; es decir que se fijó el valor resistente de cálculo en $S_y = 235/1,15 = 205$ MPa aprox.
- Las cargas tenidas en cuenta fueron el peso propio de la estructura más el de la cámara ambiental llena de líquido (se supuso agua), empleando un coeficiente mayorador igual a 1,35; con ello el valor de cálculo quedo fijado en un valor cercano a los 12 Kg. Esta carga se aplicó como una fuerza uniformemente repartida entre el total de la superficie de apoyo de la cámara ambiental sobre la estructura, con el objetivo de reproducir lo más fielmente posible las condiciones de trabajo reales.
- La estructura se simuló restringiendo todo desplazamiento posible de los cepos, quedando estos fijos en un punto cada uno y también la distancia entre sí. De esta forma se intentaron reproducir las condiciones de acoplamiento a la máquina de ensayos durante el funcionamiento.

Tal como se muestra en las figuras siguientes, se obtienen tensiones siempre inferiores a 1,5 MPa y flechas del orden de 0,003mm en el peor de los casos. Estos valores están muy por debajo de los límites admisibles para un buen funcionamiento, lo que implica que los requerimientos geométricos de los elementos satisfacen ampliamente los de integridad estructural, por lo que el diseño se considera válido. De todos modos, en el "Anexo 1" se presenta el informe completo de la simulación obtenido del software 3D.

Tensión de Von Mises

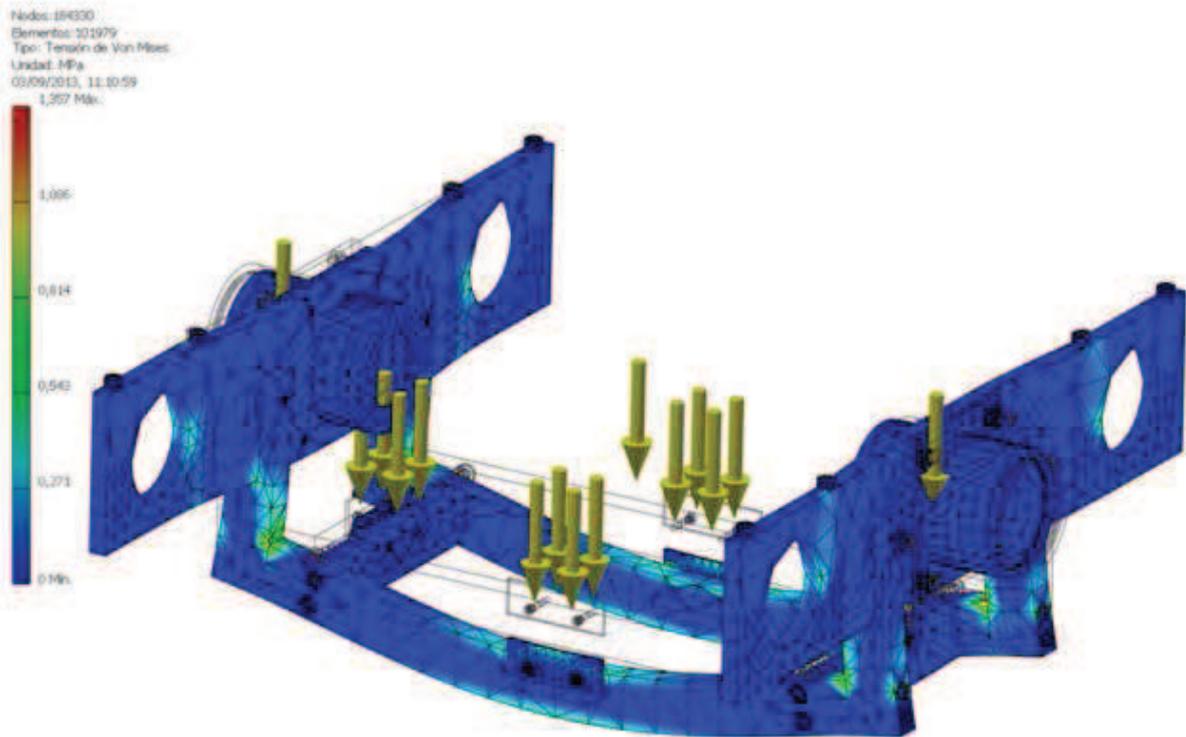


Figura 7.18. Tensiones de Von Mises resultado de la simulación.

Desplazamiento

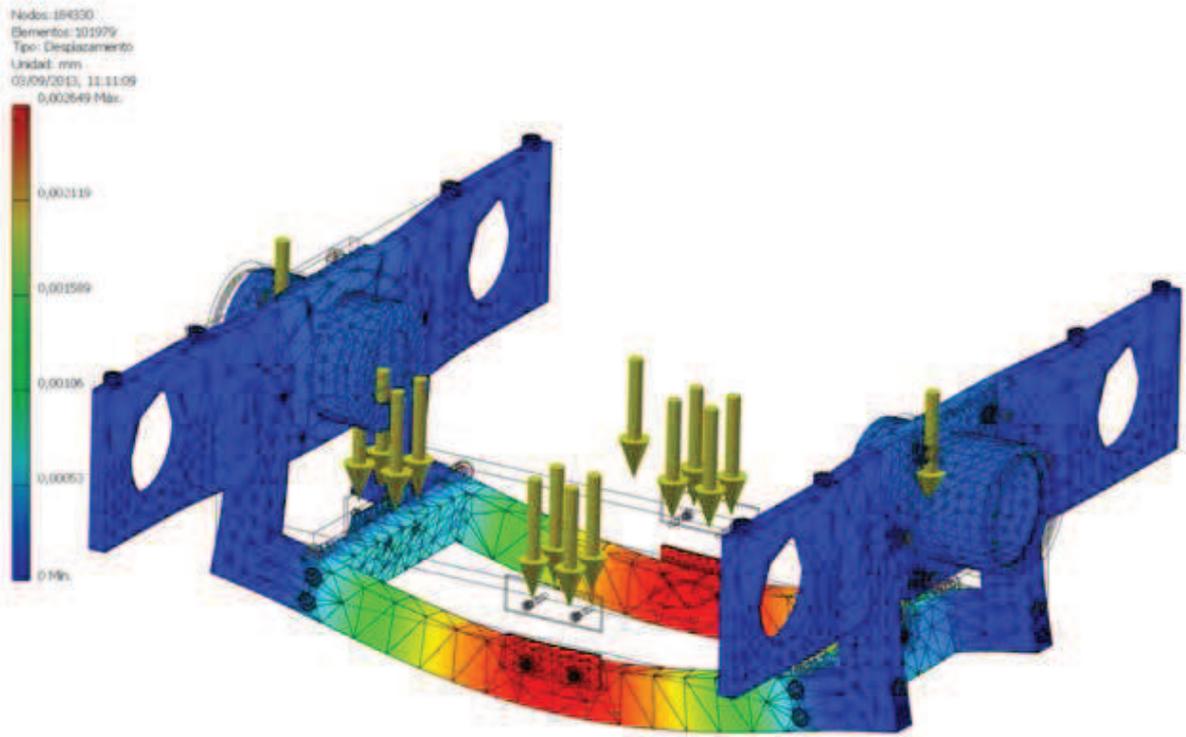


Figura 7.19. Desplazamientos totales resultado de la simulación.

7.7 ESPECIFICACIONES DE MONTAJE DEL DISPOSITIVO

7.7.1 Componentes del dispositivo

A continuación se procede a detallar el proceso de montaje de los componentes y su colocación en la máquina de ensayos.

Las características geométricas de los componentes, que se obtendrán mediante mecanizado, se exponen en los planos que figuran en el "Anexo 2".

No se adjuntan planos referentes a los componentes de unión roscados, pues éstos están normalizados y no se considera objeto de este trabajo. En la tabla 7.1 siguiente se detallan los elementos roscados empleados, así como el número de ellos y los componentes que ensamblan.

| Elemento | Nº de Unidades | Elementos que une |
|-------------------|----------------|------------------------------|
| DIN 912 M3 (L=10) | 8 | Estructura soporte |
| DIN 912 M6 (L=14) | 8 | Piezas de rodamiento a cepos |
| DIN 912 M6 (L=30) | 4 | Cepos a estructura soporte |
| DIN 912 M6 (L=40) | 22 | Cámara ambiental |
| DIN 912 M6 (L=40) | 16 | Estructura soporte |
| DIN 912 M6 (L=75) | 8 | Sujeciones a cepos |

Tabla 7.1. Elementos de unión roscados y componentes que ensamblan.

7.7.2 Montaje de la cámara ambiental

- Paso nº1: se establece como base el suelo de la cámara y sobre dicha base se colocan las dos piezas laterales, que irán atornilladas mediante los tornillos DIN 912 M6 (L=40).

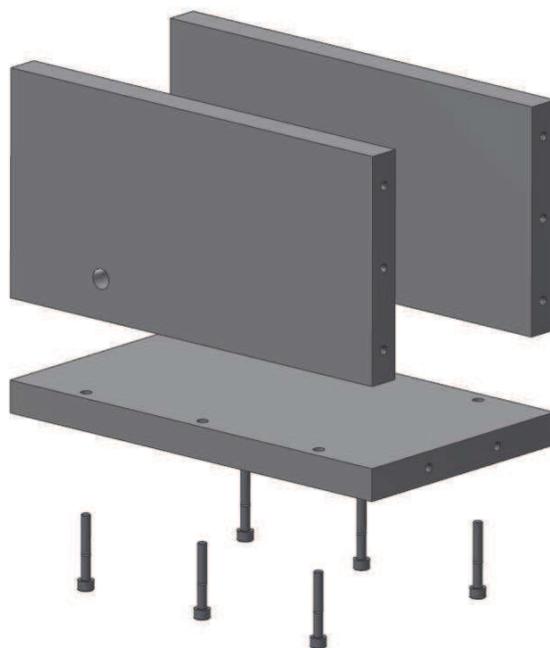


Figura 7.20. Paso nº1 del montaje de la cámara ambiental.

- Paso nº2: una vez montadas las piezas anteriormente citadas, se colocarán sendas tapas debidamente atornilladas mediante DIN 912 M6 (L=40). Así mismo también se coloca la junta tórica en las tapas, aunque en este caso no se precisa un orden determinado.

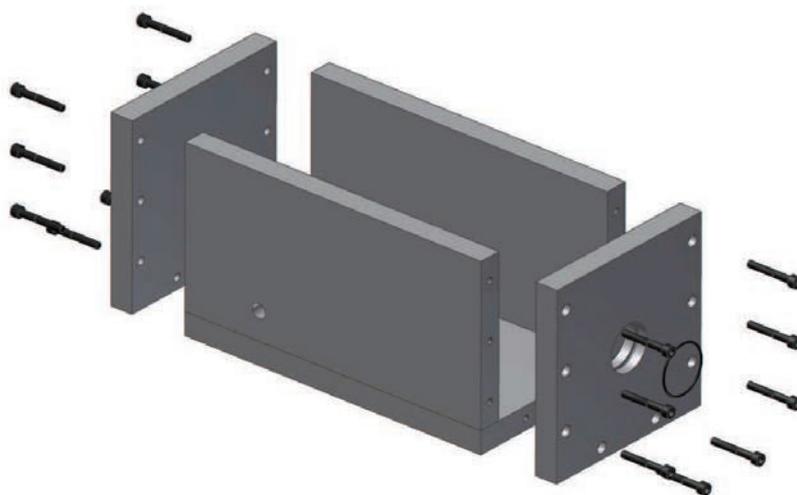


Figura 7.21. Paso nº2 del montaje de la cámara ambiental.

7.7.3 Montaje de la estructura soporte

- Paso nº1: se unen las piezas 1 a las piezas 2 mediante tornillos DIN 912 M6 (L=40).



Figura 7.22. Paso nº1 del montaje de la estructura soporte.

- Paso nº2: una vez se tengan unidas las piezas anteriores, el conjunto se une a las piezas 3 mediante tornillos DIN 912 M6 (L=40).

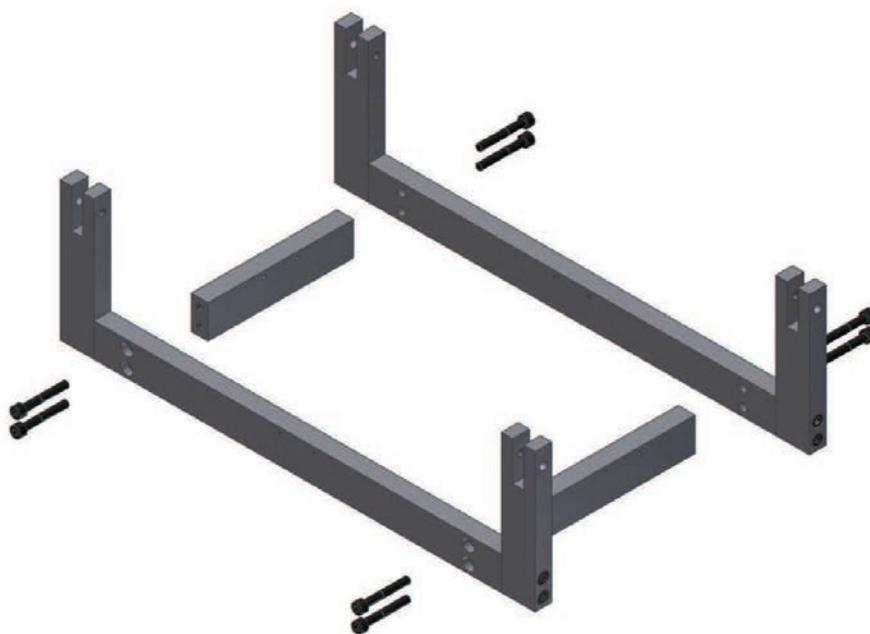


Figura 7.23. Paso nº2 del montaje de la estructura soporte.

- Paso nº3: Se colocan las pletinas en los laterales de las piezas 2 y 3 con tornillos DIN 912 M3 (L=10).

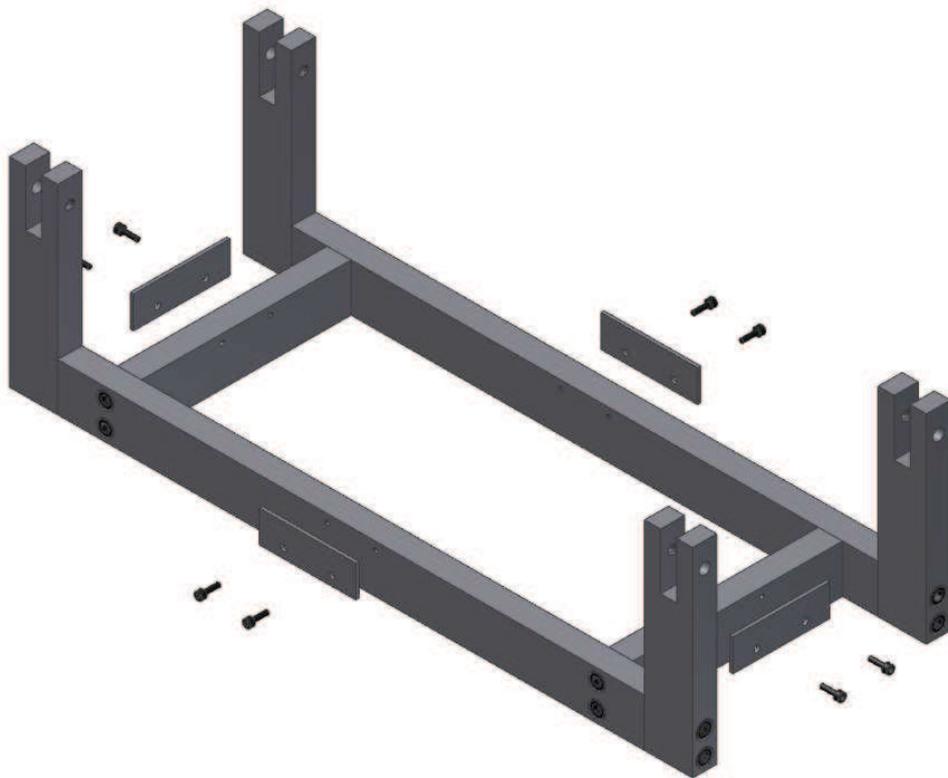


Figura 7.24. Paso nº3 del montaje de la estructura soporte.

- Paso nº4: los cepos se atornillan mediante DIN 912 M6 (L=30) a las piezas 1 del conjunto anteriormente formado, como muestra la figura siguiente.

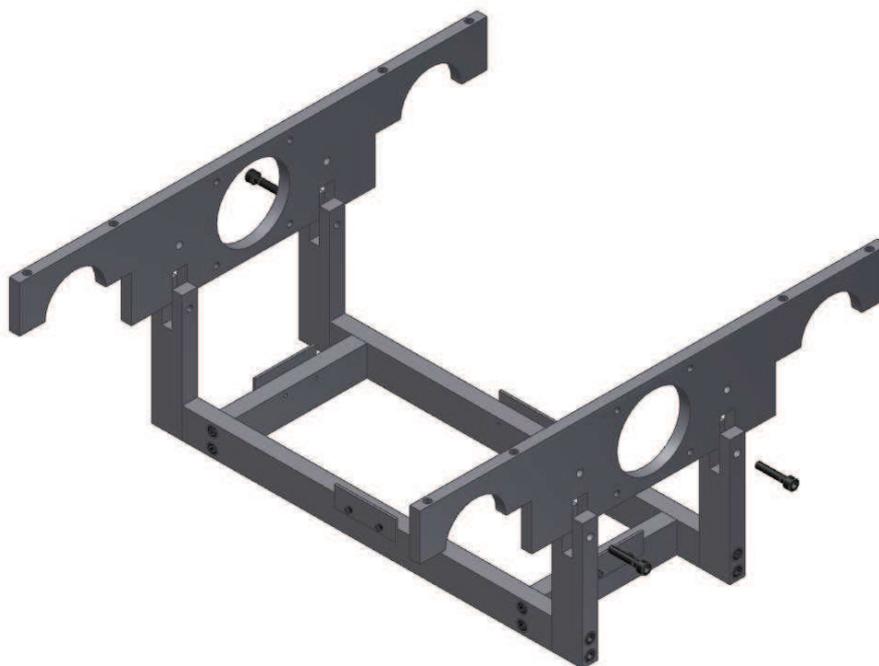


Figura 7.25. Paso nº4 del montaje de la estructura soporte.

- Paso nº5: para finalizar con la estructura antes de su colocación en la máquina se colocan las piezas que van a alojar los rodamientos. Los rodamientos se pueden colocar antes o después de colocar la pieza donde van a ir alojados.

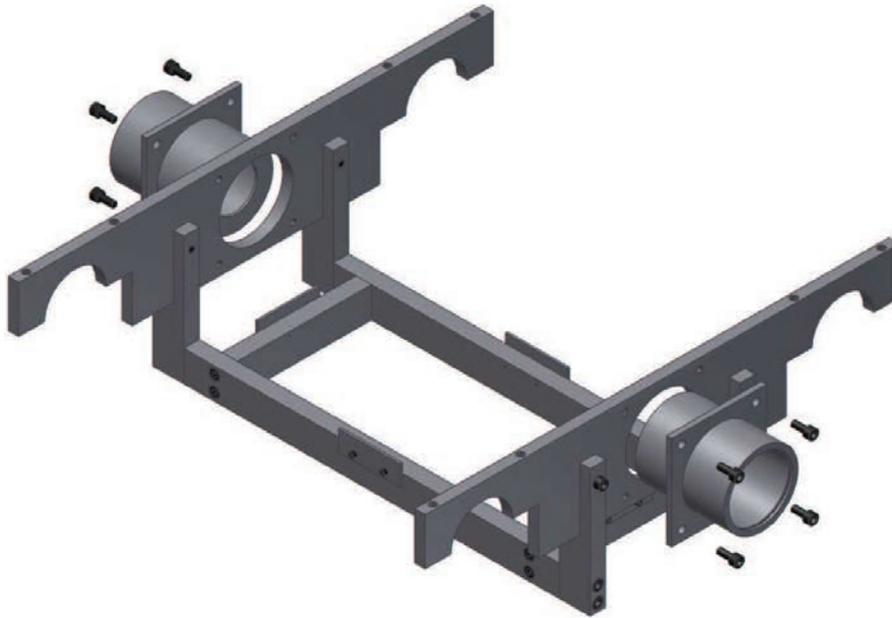


Figura 7.26. Paso nº5 del montaje de la estructura soporte.

- Paso nº6: una vez se han completado los pasos anteriores, el siguiente paso es la colocación de la estructura sobre la máquina de ensayos y posterior sujeción con las piezas restantes. En la siguiente figura se muestra la máquina sobre las barras de la máquina y las sujeciones que irán atornilladas mediante DIN 912 M6 (L=75).

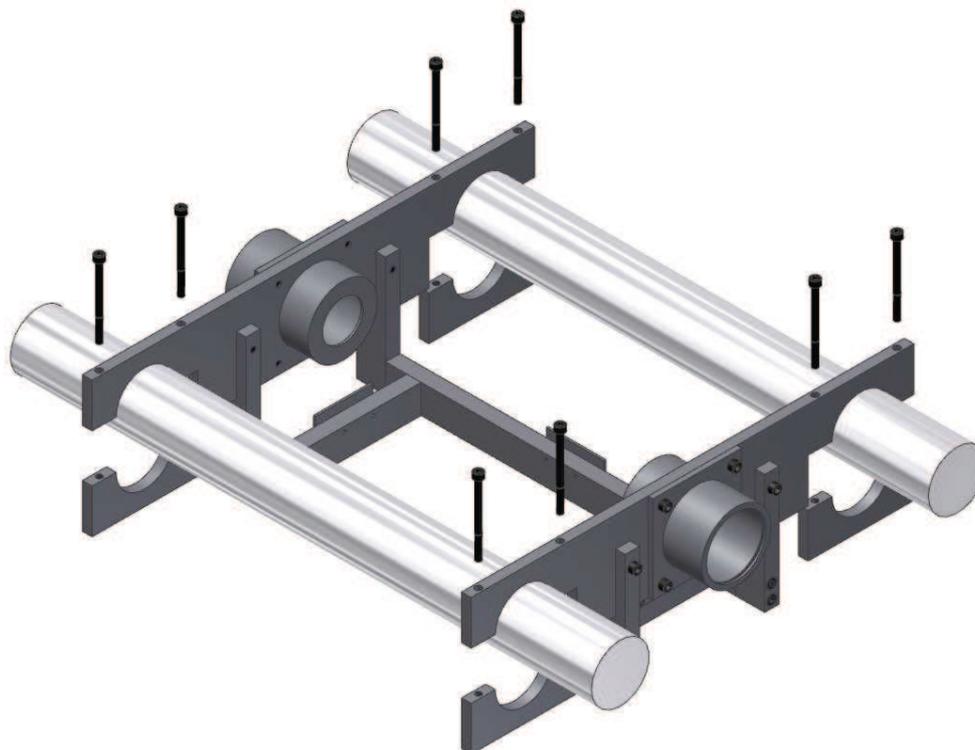


Figura 7.27. Paso nº6 del montaje de la estructura soporte.

7.7.4 Colocación del utillaje Small Punch

- Paso nº1: una vez que se tiene la estructura soporte sobre las barras de la máquina de ensayos y la cámara ambiental, ésta se coloca sobre la estructura entre las pletinas que marcan los límites de su posición.
- Paso nº2: antes de colocar ninguna pieza a la máquina, hay que colocar la probeta en la matriz inferior, empotrarla con la matriz superior, introducirla en el casquillo y apretar el conjunto con el tornillo. Posteriormente se colocan las piezas aislantes que están en contacto con la máquina y se unen a los cilindros pasadores, introduciéndolos debidamente por los rodamientos y atravesando la cámara ambiental.

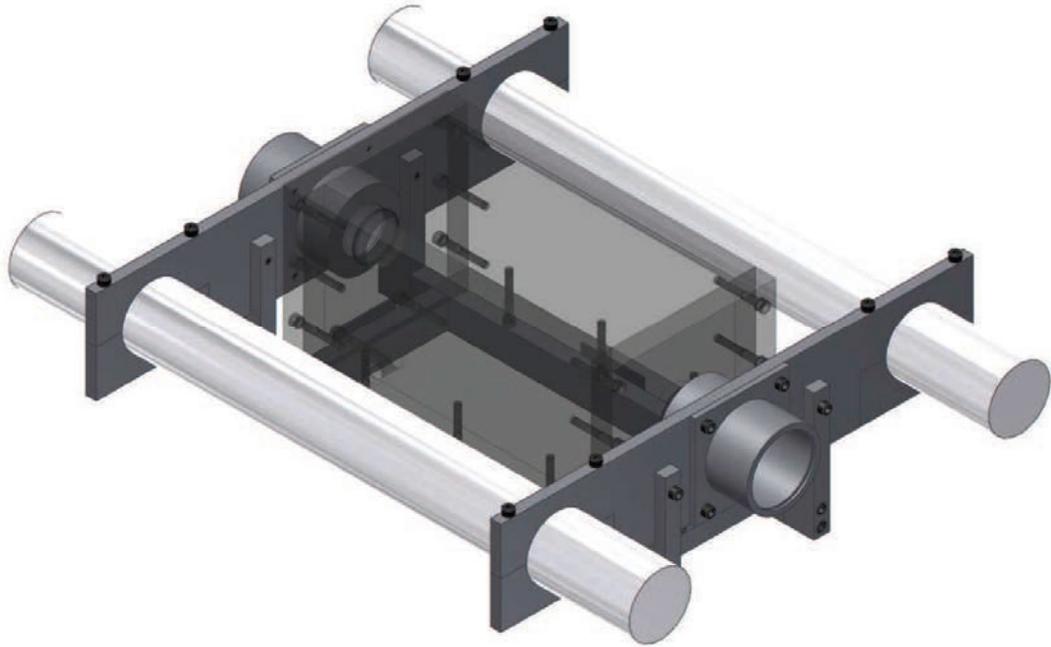


Figura 7.28. Paso nº1 del montaje del utillaje Small Punch.

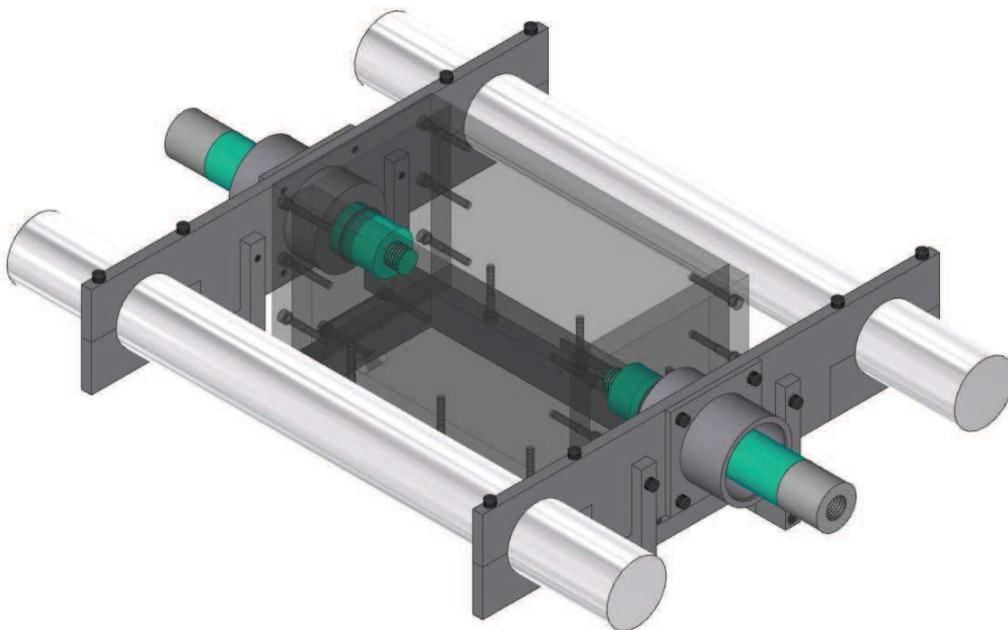


Figura 7.29. Paso nº2 del montaje del utillaje Small Punch.

- Paso nº3: se enrosca el presionador a un cilindro pasante y el casquillo al otro cilindro pasante, previa colocación del punzón con la bola dentro del casquillo.

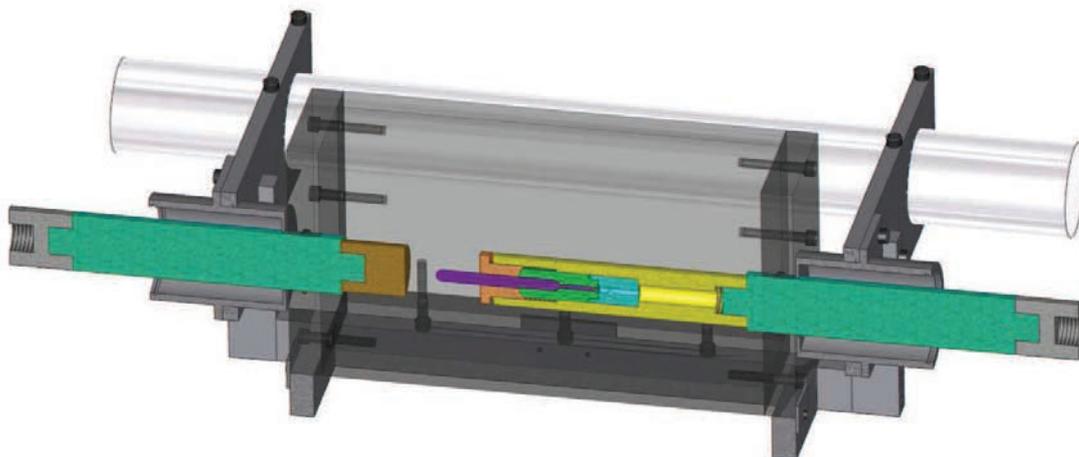


Figura 7.30. Paso nº3 del montaje del utillaje Small Punch.

7.7.5 Colocación del resto de equipamientos

Una vez colocadas todas las piezas, ya se estaría en disposición de comenzar con los siguientes pasos previos a la realización del ensayo, como son la colocación de la solución agresiva, el ánodo de sacrificio, los electrodos, el medidor de pH, etc. Este proceso no se va a explicar puesto que no es objeto de este Trabajo.

8 PRESUPUESTO Y PLAZO DE EJECUCIÓN

El coste de fabricación y puesta en marcha del equipo anteriormente expuesto supone básicamente los siguientes conceptos:

- Coste de mecanizado y/o fabricación de cada una de las partes que lo componen
- Coste de los elementos auxiliares que sea necesario incorporar al montaje
- Coste de mano de obra en horas empleado en el montaje y verificaciones de funcionamiento.

8.1 COSTES DE MECANIZADO Y FABRICACIÓN

Las partes que se fabricarán mediante mecanizado son las que siguen:

- Estructura soporte, en acero al carbono convencional.
- Utillaje Small Punch, en acero inoxidable.
- Cámara ambiental, en polimetilmetacrilato.
- Piezas aislantes, en Nylon o similar

Para los trabajos anteriores se solicitó una estimación de costes a varios talleres de la zona, obteniendo las cuantías que se recogen a continuación:

| Concepto | Cantidad | Precio unitario (€) | Importe (€) |
|--|----------|---------------------|-----------------|
| Lote de piezas para estructura soporte | 1 | 1.000,00 | 1.000,00 |
| Lote de piezas para utillaje SPT | 1 | 1.350,00 | 1.350,00 |
| Lote de piezas para cámara ambiental | 1 | 580,00 | 580,00 |
| Pieza aislante | 2 | 30,00 | 60,00 |
| IMPORTE TOTAL MECANIZADO | | | 2.990,00 |

Tabla 8.1. Costes de mecanizado

8.2 COSTE DE ELEMENTOS AUXILIARES

Los elementos auxiliares que es necesario incorporar son las que siguen:

- Rodamientos axiales de bolas.
- Anillos elásticos para bloquear los rodamientos.
- Pernos DIN-912 de cabeza cilíndrica con hueco hexagonal, de acero 8.8.
- Juntas tóricas de los pasamuros de la cámara ambiental.
- Barniz en espray transparente para metales.

Se consultó el precio de los elementos anteriores, obteniendo las cuantías que se recogen a continuación:

| Concepto | Cantidad | Precio unitario (€) | Importe (€) |
|---|----------|---------------------|---------------|
| Rodamientos axiales de bolas | 2 | 82,65 | 165,30 |
| Anillos elásticos bloquear rodamientos | 2 | 0,90 | 1,80 |
| Perno DIN-912 M3x10mm | 8 | 0,02 | 0,16 |
| Perno DIN-912 M6x14mm | 8 | 0,03 | 0,24 |
| Perno DIN-912 M6x30mm | 4 | 0,04 | 0,16 |
| Perno DIN-912 M6x40mm | 38 | 0,05 | 1,90 |
| Perno DIN-912 M6x75mm | 8 | 0,14 | 1,12 |
| Junta tórica | 2 | 0,50 | 1,00 |
| Espray barniz transparente metales | 1 | 7,95 | 7,95 |
| IMPORTE TOTAL ELEMENTOS AUXILIARES | | | 179,63 |

Tabla 8.2. Costes de elementos auxiliares

8.3 COSTE DE MANO DE OBRA DE MONTAJE Y VERIFICACIÓN

Las operaciones que han de llevarse a cabo para dejar listo el equipo para su uso son:

- Montaje de todos los elementos.
- Ajuste fino de todas las partes, comprobación de la ausencia de rozamientos y apriete último de los pernos.
- Recubrimiento de las partes de acero al carbono con dos manos de laca en espray.
- Engrase y lubricación de los componentes que lo requieran, tales como rodamientos.
- Verificación del buen funcionamiento.

Para los trabajos anteriores se solicitó se estimaron los tiempos a emplear, obteniendo las cuantías que se recogen a continuación. El precio de mano de obra por hora se entiende como la de personal técnico especializado a 25 €/h.

| Concepto | Cantidad | Precio unitario (€/h) | Importe (€) |
|---|----------|-----------------------|---------------|
| Montaje de los elementos | 2 | 25,00 | 50,00 |
| Ajuste fino | 1 | 25,00 | 25,00 |
| Lacado de partes de acero al carbono | 1 | 25,00 | 25,00 |
| Engrase y lubricación | 0,5 | 25,00 | 12,50 |
| Verificaciones | 0,5 | 25,00 | 12,50 |
| IMPORTE TOTAL MONTAJE Y VERIFICACIÓN | | | 125,00 |

Tabla 8.3. Costes de mecanizado

8.4 RESUMEN DEL PRESUPUESTO

El presupuesto final es el resultado de la suma de los importes de los tres apartados anteriores, quedando tal como se recoge en la tabla siguiente:

| Concepto | Importe (€) |
|---------------------------------|-----------------|
| Mecanizado | 2.990,00 |
| Elementos auxiliares | 179,63 |
| Montaje y verificación | 125,00 |
| IMPORTE TOTAL SIN I.V.A. | 3.294,63 |
| I.V.A. (21%) | 691,87 |
| TOTAL | 3.986,50 |

Tabla 8.4. Presupuesto total

8.5 PLAZO DE EJECUCIÓN

El plazo de ejecución del equipo se estima, básicamente en el tiempo que tarde en llevarse a cabo el mecanizado de las partes principales.

También sería de importancia el tiempo de suministro de los componentes que deben ser adquiridos, tales como los rodamientos, pero se supone que en principio este va a ser menor que el de fabricación de los componentes.

En base a las consultas realizadas a diversos talleres locales, se estimó un tiempo previsible de entre del mecanizado de 3 semanas aproximadamente. Por ello, tomando como margen de seguridad para el montaje y pequeños imprevistos otra semana más, es sensato elegir como plazo de ejecución 4 semanas laborables. Es decir, que más o menos en un mes se tendría el equipo funcionando.

9 CONSTRUCCIÓN, VALIDACION Y PATENTE

El equipo anteriormente diseñado y presupuestado se concibió para ser empleado en un proyecto de investigación financiado por el Plan Nacional de I+D+i, concretamente el que lleva por referencia y título: MAT2011-28796-C03-01 - "METODOLOGÍAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES METÁLICOS EN CONDICIONES AMBIENTALES ADVERSAS MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH" . Por ello todas las operaciones descritas fueron pensadas para ser puestas en práctica a la hora de la construcción del equipo. En la figura 9.1 se aprecia el dispositivo construido a falta del punzón y la rosca.



Figura 9.1. Dispositivo construido (a falta del punzón y la rosca).

En este capítulo se exponen los aspectos relativos a la construcción, puesta a punto, y validación del equipo según la metodología expuesta en el capítulo 5, resaltando aquellos aspectos en los que el prototipo final haya diferido del diseño y explicando las causas que llevaron a introducir estas mejoras.

9.1 VARIACIONES RESPECTO AL DISEÑO ORIGINAL

Durante las reuniones mantenidas con el taller encargado de la construcción del prototipo surgieron pequeñas sugerencias y mejoras que conseguían optimizar el funcionamiento del equipo, facilitar su construcción o abaratar su coste. Evidentemente estos consejos provenientes de la experiencia fueron escuchados e incorporados al diseño, principalmente fueron:

- Incorporación de retenes en el lado exterior de las caras laterales de la cámara ambiental, contiguos a las juntas tóricas. Con esta propuesta se conseguía una mayor fiabilidad para evitar pérdidas de líquido cuando se sucedía el movimiento de las piezas pasamuros a su través; por un lado se obtenía una doble barrera contra las fugas de líquido, y por otro mayor suavidad al comienzo del deslizamiento por ser elementos más sofisticados que las juntas tóricas. Para poderlos alojar el mecanizador modificó el orificio pasamuros a la medida de los elementos elegidos por el mismo.
- Se decidió incorporar una junta cilíndrica en todas la intercaras entre dos piezas de la cámara ambiental, es decir en todas las uniones posibles, pues era la mejor forma de asegurarse que la estanqueidad era óptima. Para ello fue necesario hacer una cajera longitudinal en el canto de cada una de las piezas a medida de la junta elegida; estas decisiones fueron dejadas en manos del mecanizador.



Figura 9.2. Detalles de retén y puntas asomando de juntas tóricas incluidos.

- Se incorporó un grifo para facilitar el vaciado de la cámara ambiental entre un ensayo y otro. Fue también el taller de mecanizado quien se encargó de comprarlo y mecanizar la rosca acorde con el.



Figura 9.3. Detalle del grifo incorporado

Asimismo, debido a condicionantes propios de la realización de ensayos en ambientes agresivos que conllevan la imposición de montajes eléctricos, también se decidieron introducir algunas modificaciones.

En los sistemas de protección catódica off-shore, o ya bien en los de carga catódica en laboratorio, como se comentó en el capítulo 6, es necesario la imposición de un potencial fijo o de una intensidad de corriente fija respectivamente que debe ser estable y controlada con precisión. Dicho fin se obtiene mediante el empleo de un potencióstato, pero bien es cierto que reduciendo al mínimo el número de elementos que intervienen en el circuito eléctrico la garantía de estabilidad y precisión es mayor.

En el diseño original se introducía la corriente por el punzón y todas las partes metálicas del utillaje se ponían al mismo potencial eléctrico (debido a la corriente introducida), llegando a la probeta y cerrándose el circuito hasta el ánodo mediante la solución líquida contenida dentro de la cámara ambiental. Si bien este diseño es perfectamente válido hace que la resistencia a vencer por la corriente eléctrica en el circuito sea muy alta y por tanto las prestaciones del potencióstato también deban ser mayores, además la probabilidad de tener una derivación eléctrica también es mayor.

Por todo lo anterior se decidió que tan sólo entrasen a formar parte del circuito eléctrico la probeta objeto de ensayo y el punzón, por donde se le introduciría la corriente eléctrica, cerrándose el circuito por la disolución hasta el ánodo. Para conseguir este fin fue necesario

construir todas las partes en contacto con la probeta y el punzón de un material eléctricamente aislante, y no de acero inoxidable como inicialmente se planteó.

Las piezas en cuestión son:

- Matriz inferior
- Matriz superior
- Rosca

La elección del material y la técnica de fabricación no fue una tarea fácil, pues los materiales plásticos habituales en los talleres de mecanizado son bastante blandos, y las matrices son piezas de elevada responsabilidad en el ensayo y exigen una alta dureza. Tras descartar estas opciones, finalmente se eligió la técnica de impresión 3D en material ABS, pues se trata de una técnica que ofrece buenas tolerancias geométricas a un precio aceptable y el material empleado reúne las características de dureza necesarias. En las figuras siguientes se presentan algunas de las piezas fabricada por impresión 3D así como las propiedades mecánicas del material empleado para tal fin.



Figura 9.4. Matrices y rosca de ABS fabricadas por la técnica de impresión 3D.

| ASTM Method | Description | White 14120 | ABS* (transparent) | Polybutylene Terephthalate* |
|-------------|-----------------------|-------------|--------------------|-----------------------------|
| D638M | Tensile Strength | 45.7 MPa | 45.7 MPa | 55 MPa |
| | Elongation at Break | 7.9 % | 41.6 % | 20 % |
| | Elongation at Yield | 3.5 % | N/A | 3.5 – 9 % |
| | Modulus of Elasticity | 2,460 MPa | 2,000 MPa | 2,700 MPa |
| | Poisson's Ratio | 0.23 | N/A | N/A |
| D790M | Flexural Strength | 68.9 MPa | 73.5 MPa | 80 MPa |
| | Flexural Modulus | 2,250 MPa | 2,300 MPa | 2,500 MPa |
| D256A | Izod Impact-Notched | 23.5 J/m | 160 J/m | 120 J/m |
| D2240 | Hardness (Shore D) | 81 | N/A | 98 – 120 (Rockwell R) |
| D1004 | Graves Tear | 123,000 N/m | N/A | N/A |
| D570-98 | Water Absorption | 0.24 % | 0.20 – 0.45 % | 0.16 % |

* <http://www.matweb.com>

N/A: Not Available

Figura 9.5. Propiedades mecánicas del material ABS para fabricación por impresión 3D.

Como necesidad complementaria a la decisión anterior, se decidió también invertir el orden de las piezas denominadas "Pieza aislante" y "pasador" para que las piezas aislantes coincidieran con las paredes de la cámara ambiental, de modo que se interpusiese una doble barrera aislante contra derivaciones al exterior de la cámara ambiental. Se aprecia en el detalle siguiente.

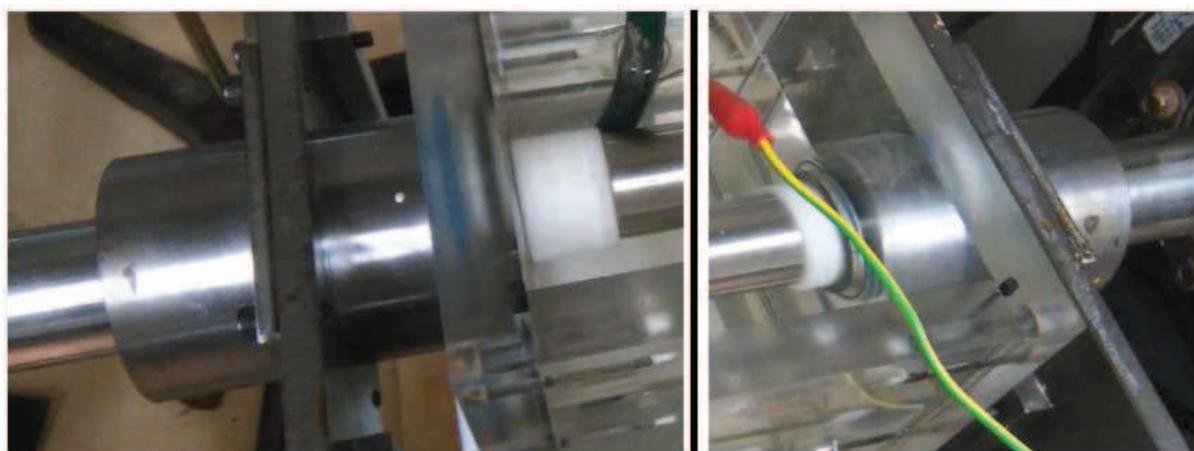


Figura 9.6. Detalles de la inversión del orden de las piezas aislantes y los pasadores.

Finalmente, para asegurar una perfecta axialidad en la transmisión de esfuerzos, se decidió añadir al punzón una cabeza semiesférica mayor. Esta fue fabricada en material aislante. Se aprecia en la figura siguiente.



Figura 9.7. Cabeza semiesférica acoplada al punzón para conseguir axialidad de fuerzas.

9.2 COSTE FINAL DE CONSTRUCCIÓN VS PRESUPUESTO

En el capítulo 8 fue presupuestado el coste de construcción del equipo en 3.294,63 € más I.V.A. y el plazo de ejecución en 4 semanas. En este apartado se analizará el coste total de construcción del equipo y el tiempo empleado en ello y se comparará con las estimaciones realizadas.

Como ya se ha comentado anteriormente los costes de construcción del equipo fueron varios, aunque no exactamente los mismos que los presupuestados, pues la distribución de trabajos fue ligeramente diferente.

- En primer lugar, todos los trabajos de mecanizado de piezas metálicas (subestructura y parte del utillaje Small Punch), así como la construcción de la cámara ambiental, el suministro de juntas, tornillería, etc. fue subcontratado a un taller de mecanizado local de tamaño medio.
- Los rodamientos fueron adquiridos a un suministrador oficial, junto con sus anillos elásticos de retención, y le fueron entregados al taller de mecanizado que se encargaba del resto de los trabajos al inicio de los mismos de cara a que consiguiera los mejores ajustes posibles.

- Las piezas fabricadas mediante impresión 3D fueron encargadas a una empresa nacional especialista en la fabricación de prototipos por esta técnica; se encargaron 3 juegos por razones de gran economía de escala (el precio fijo de salida era elevado). Estas también fueron entregadas al mecanizador local al comienzo de los trabajos de cara a obtener un acoplamiento perfecto.
- La mano de obra de montaje, ajuste, lacado, engrase y verificaciones fueron llevadas a cabo por personal del laboratorio LADICIM en sus instalaciones. Asimismo, como se detalla en el epígrafe 9.3, de cara a obtener resultados de calidad en los ensayos posteriores, fue necesaria una calibración del equipo antes de poder ser utilizado con normalidad; esta última operación no fue tenida en cuenta expresamente en el presupuesto inicial. Todo ello conllevó los costes siguientes:

1 bote de spray transparente para metales - 7,95 €

8 horas de ingeniería (12h x 30€/h) - 360,00 €

TOTAL - 367,95 €

En la tabla siguiente se detallan los costes de cada una de estas operaciones y se hace un resumen del coste final resultante.

| Concepto | Importe (€) |
|---------------------------------|-----------------|
| Trabajos de mecanizado | 2.960,00 |
| Rodamientos | 165,30 |
| Impresión 3D | 195,00 |
| Montaje y calibración | 367,95 |
| IMPORTE TOTAL SIN I.V.A. | 3.688,25 |
| I.V.A. (21%) | 774,53 |
| TOTAL | 4.462,78 |

Tabla 9.1. Resumen del coste real del equipo.

El coste presupuestado ascendía 3.294,63 € y finalmente el coste real de construcción y puesta a punto del equipo resultó ser de 3.688,25 €, es decir 393,62 € más elevado hablando de cantidades sin I.V.A.

La diferencia anterior se traduce en una variación de un 12%, que si bien puede parecer mucho en una primera aproximación, para la construcción del un prototipo es una desviación muy razonable, pues nada tienen que ver las incertidumbres que ofrece una pieza única frente a las garantías de regularidad de la producción en cadena.

La principal explicación está en que la incertidumbre en el presupuesto de la partida más importante, que representaba entorno al 70% del coste de construcción, era muy elevada ya que los presupuestos de mecanizado tomados eran aproximados y sujetos a las horas de máquina-herramienta que finalmente se emplearan. Además, fueron introducidos cambios en el diseño que implicaban nuevos procesos de fabricación, como la impresión 3D, que no habían sido contemplados inicialmente.

Por todo ello, se considera que el coste de construcción se ha ajustado bastante bien a la cuantía inicialmente prevista, más aún habida cuenta de las modificaciones introducidas.

9.3 CALIBRACIÓN

En los futuros ensayos a realizar se registrarán los valores de desplazamiento y carga obtenidos por la máquina de ensayos donde se va a monta el dispositivo. El valor de la carga transmitida sobre la probeta será directamente el proporcionado por la célula de carga de la máquina de ensayos, pues al estar todos los elementos colocados en serie es obligatorio que todos los esfuerzos que atraviesan los utillajes acaben siendo transmitidos a la probeta y viceversa.

Sin embargo, el desplazamiento que registrará el cabezal de la máquina no será el que sufre la probeta, sino un valor mayor; es el resultado de la suma del desplazamiento de la probeta más el acortamiento de todos los elementos interpuestos entre el cabezal de la máquina y esta última.

Este fenómeno es bien conocido en el mundo de los ensayos mecánicos, y fácilmente subsanable sin más que aplicar el teorema de superposición. De esta manera se puede

obtener el desplazamiento de todos los elementos intervinientes en el ensayo por separado, es decir la flexibilidad del utillaje en función de la carga aplicada sobre él. A partir de ahí el valor del desplazamiento de la probeta se calculará sin más que restar al desplazamiento registrado por la máquina de ensayos el correspondiente al utillaje en cada ensayo realizado. Esta técnica se muestra en las figuras siguientes:

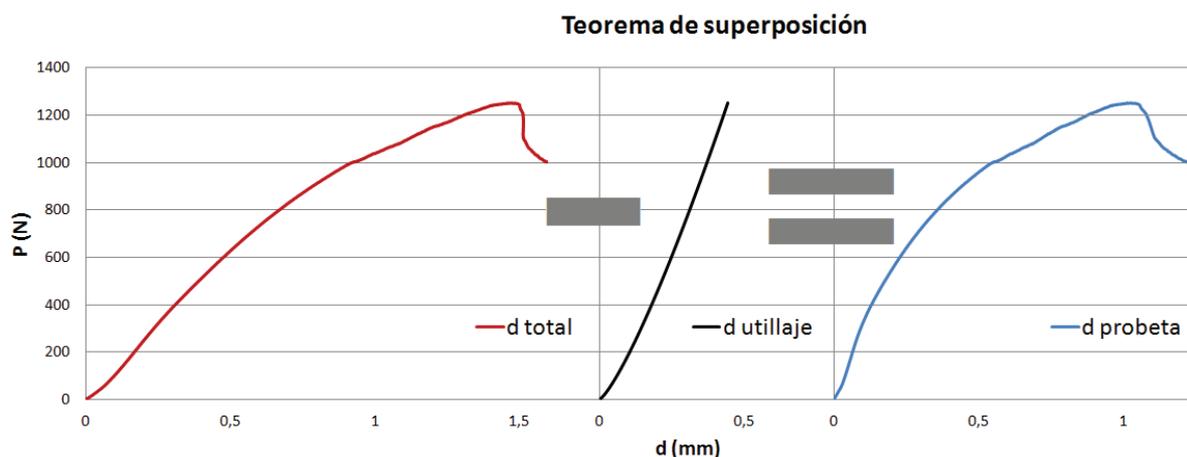


Figura 9.8. Aplicación del teorema de superposición para corregir la flexibilidad del utillaje.

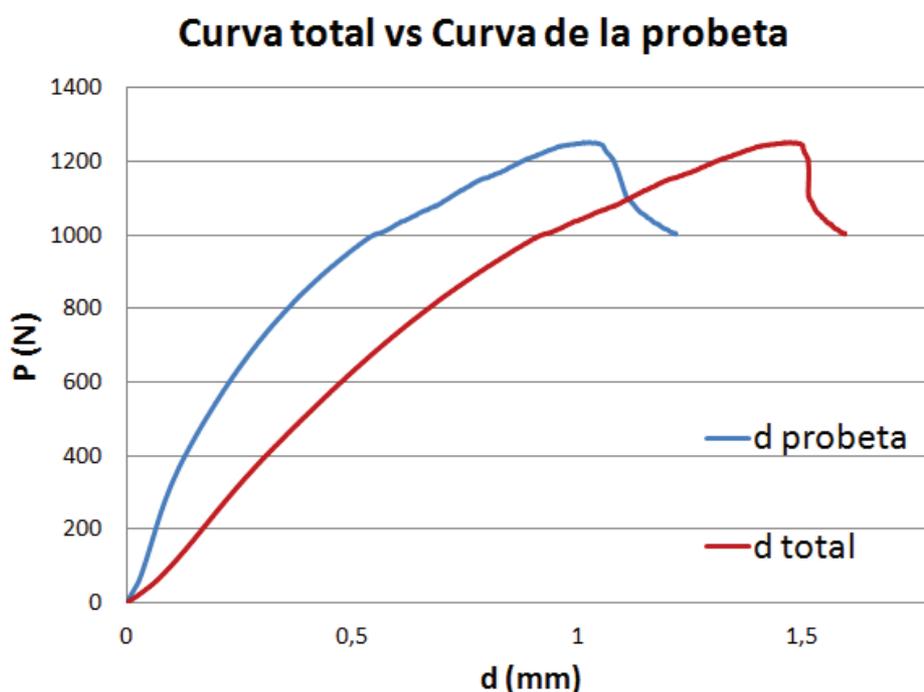


Figura 9.9. Diferencia entre la curva medida por la máquina y la curva de la probeta.

Se ha calibrado la flexibilidad del utillaje por separado, obteniendo la curva y la regresión potencial que se exponen a continuación. Para ello se ha sustituido la probeta por un taco

de acero de gran dureza, que será quasi-infinitamente más rígido que la probeta, de forma que su deformación sea despreciable. El resultado de flexibilidad es el siguiente:

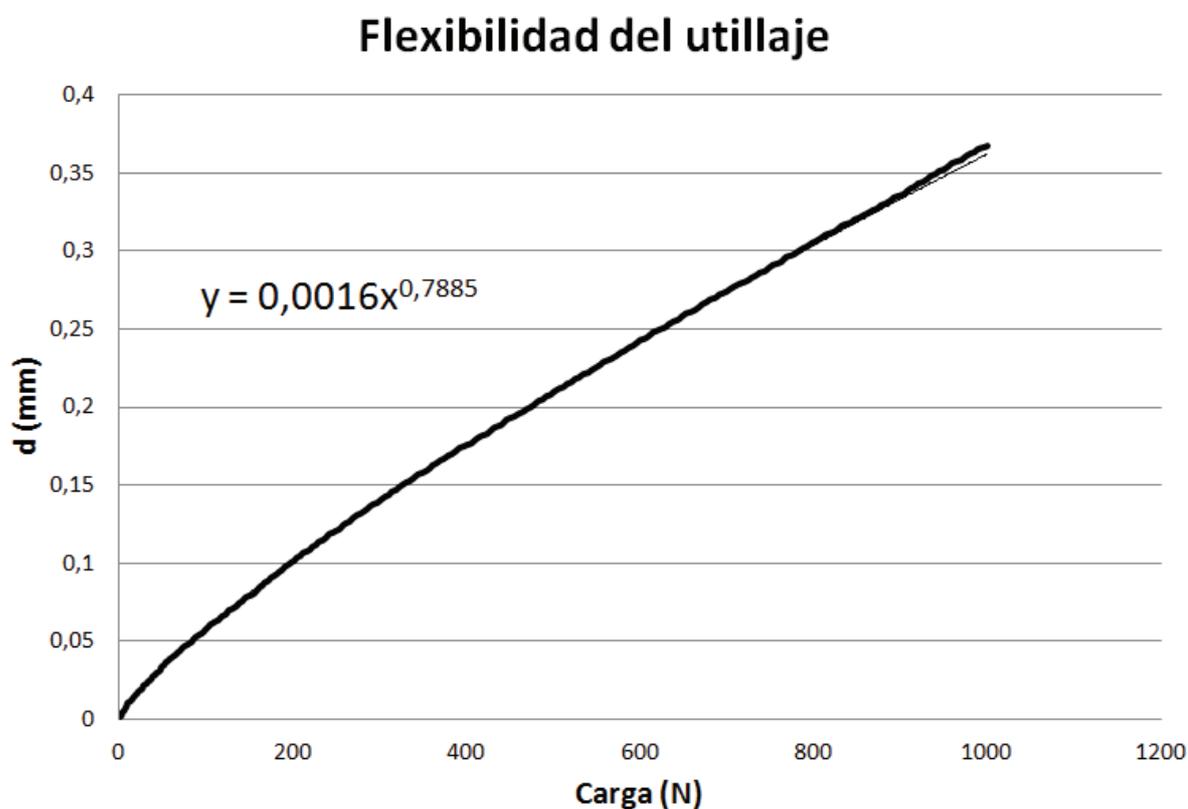


Figura 9.10. Flexibilidad de todo el sistema empleado en los ensayos.

De la observación del aspecto de la curva se aprecia una quasi-linealidad, pero en realidad se ajusta mejor a una ecuación potencial. Esto puede parecer extraño ya que los útiles empleados deben estar en rango elástico para que no se deformen permanentemente, pero es lo habitual en este tipo de ensayos, tal y como también se muestra en [1].

Esta falta de linealidad en el comienzo se debe a pequeñas holguras, presiones de contacto en las intercaras de algunas piezas al acomodarse, pequeños defectos geométricos y de linealidad, etc. Ello hace que a macroescala se muestren deformaciones más acusadas en los primeros estadios de carga, sin embargo cada pieza por separado trabaja en rango elástico lineal como se comprueba al retirar la carga, ya que recuperan totalmente las deformaciones. Es precisamente debido a este efecto, y también a su complejidad, por lo que no se hace un cálculo teórico de acortamientos de los útiles, pues sería inexacto.

9.4 VALIDACIÓN DEL EQUIPO

En el capítulo 5, se vio que para poder llevar una adecuada estimación del parámetro de iniciación en condiciones de fragilización por hidrógeno mediante técnicas Small Punch es necesario tener unas condiciones de aporte de hidrógeno a la zona plástica que sean semejantes a las que se dan en los ensayos convencionales. Básicamente para conseguir estas condiciones se requería que tanto la pre-carga en H₂ como el ensayo fueran llevados a cabo con la probeta sumergida totalmente en el ambiente agresivo en cuestión, y a velocidades de sollicitación muy lentas, quasi-estáticas. Estos dos requerimientos fueron los que indujeron la necesidad de construir el equipo.

En el capítulo 5 se compararon los resultados de ensayos convencionales, obteniendo KEAC según ISO-7539 [7], con SPT fragilizados y ensayados al aire [16-17], obteniendo K_{Jth-25}. De cara a poder llevar a cabo una validación y prueba, se preparó un programa experimental sobre una serie de probetas del mismo material que el que se utilizó en epígrafe 5.3; con el objetivo de comparar los resultados obtenidos con los que se expusieron en dicho epígrafe.

En este caso también se obtiene el parámetro K_{Jth-25}, sobre probetas Small Punch entalladas; las probetas fueron fragilizadas en el dispositivo con un medio agresivo en la cámara ambiental durante al menos 2 horas [19] y posteriormente ensayadas en el mismo ambiente. Se empleó una velocidad de sollicitación del orden de 200-400 veces más baja que en los casos anteriores, es decir $5 \cdot 10^{-5}$ mm/s. En cada condición a caracterizar se ensayaron dos probetas y se tomó la media aritmética como resultado. La metodología empleada en el cálculo del valor de K_{Jth-25} fue exactamente la expuesta en el capítulo 5; los datos de tracción empleados en los cálculos fueron los mismos que se usaron en el epígrafe 5.3 para cada condición, pues se consideraron suficientemente correctos [16]. En la tabla siguiente se recoge el plan de ensayos llevado a cabo, y en la figuras se muestra el montaje experimental empleando el dispositivo.

| SMALL PUNCH FRACTURE TESTS | | | | |
|----------------------------|---------------------|--|---------------------------------|--|
| Environment | Aggressiveness | Loading rate | Samples tested | Result |
| Cathodic Charge | 5mA/Cm ² | V _{sp} = $5 \cdot 10^{-5}$ mm/s | 2 SPT notched Samples (Average) | J _{1c} , K _{Jh} , K_{Jth25} |
| | 1mA/Cm ² | V _{sp} = $5 \cdot 10^{-5}$ mm/s | 2 SPT notched Samples (Average) | J _{1c} , K _{Jh} , K_{Jth25} |
| Cathodic Protection | 1050mV | V _{sp} = $5 \cdot 10^{-5}$ mm/s | 2 SPT notched Samples (Average) | J _{1c} , K _{Jh} , K_{Jth25} |
| | 950mV | V _{sp} = $5 \cdot 10^{-5}$ mm/s | 2 SPT notched Samples (Average) | J _{1c} , K _{Jh} , K_{Jth25} |

Tabla 9.2. Ensayos Small Punch llevados a cabo.

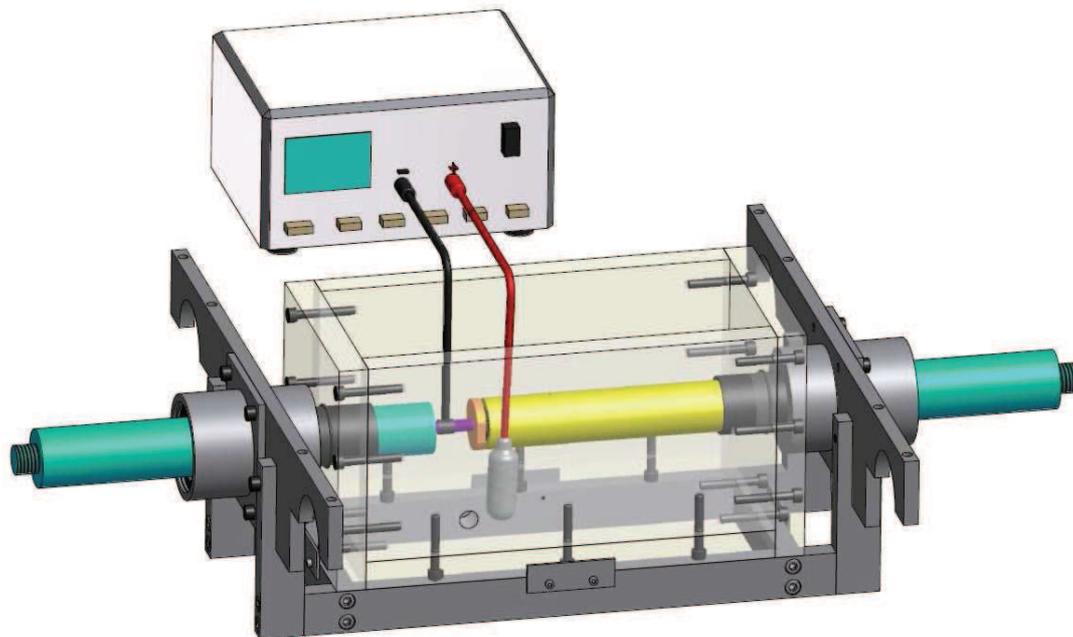


Figura 9.11. Esquema del montaje experimental llevado a cabo.

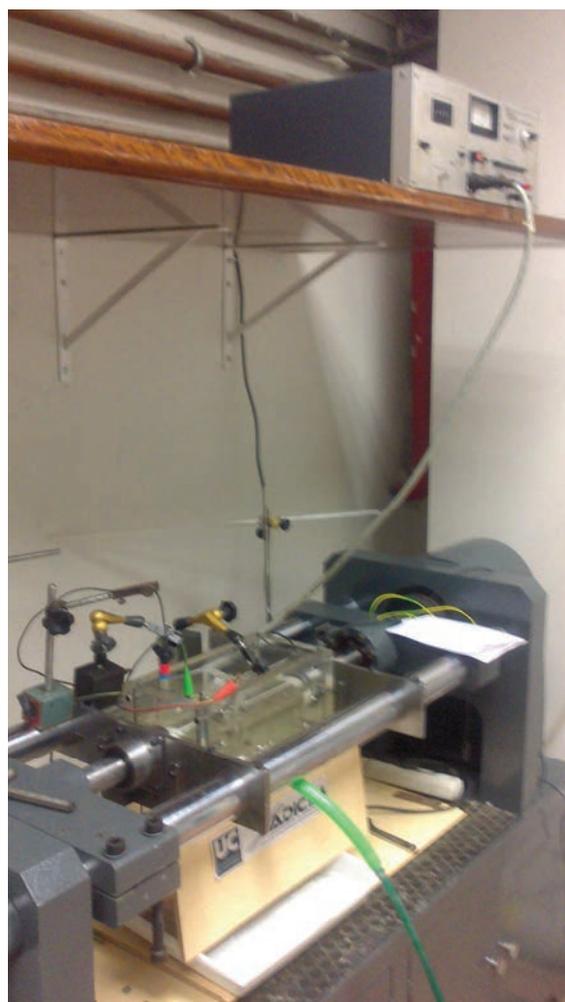


Figura 9.12. Montaje experimental llevado a cabo.

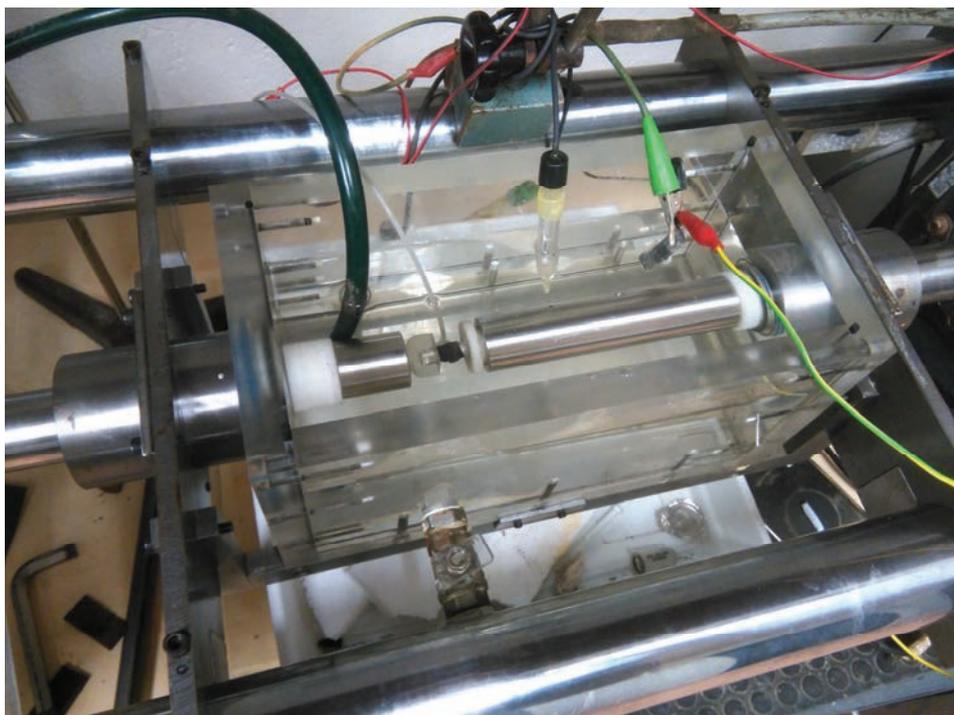


Figura 9.13. Detalle del Ensayo Small Punch en el dispositivo durante su transcurso.

En la Figura 9.14 se muestran las curvas resultado de los ensayos llevados cabo, una vez eliminada la flexibilidad del utillaje; como puede apreciarse la repetitividad es buena.

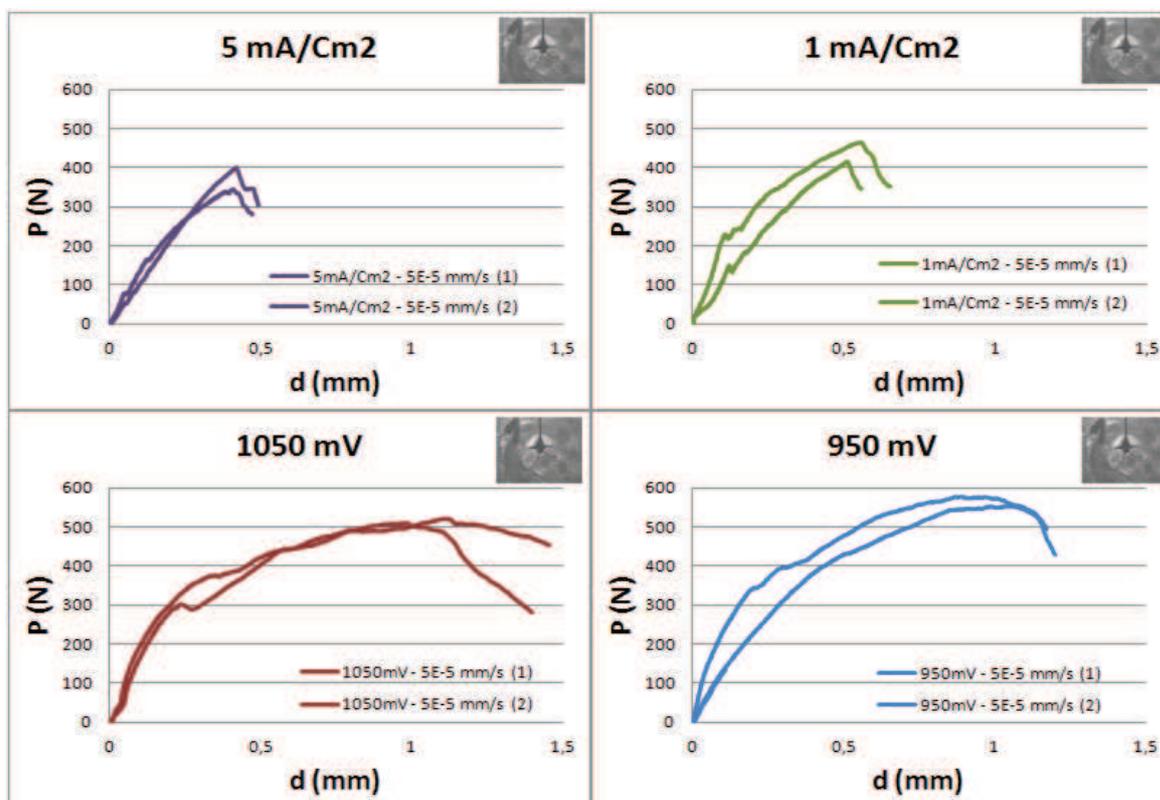


Figura 9.14. Curvas SPT en probeta entallada ensayadas en ambiente a baja velocidad.

En la Figura 9.15 siguiente se presenta una comparación entre los parámetros K_{EAC} obtenidos mediante mecánica de la fractura y, K_{Jth25} mediante técnicas SPT fragilizando y ensayando inmediatamente al aire a velocidades Standard (resultados ya expuestos en el epígrafe 5.3), o ya bien ensayando en ambiente a baja velocidad de sollicitación tras la fragilización (resultados de las curvas de la Figura 9.14).

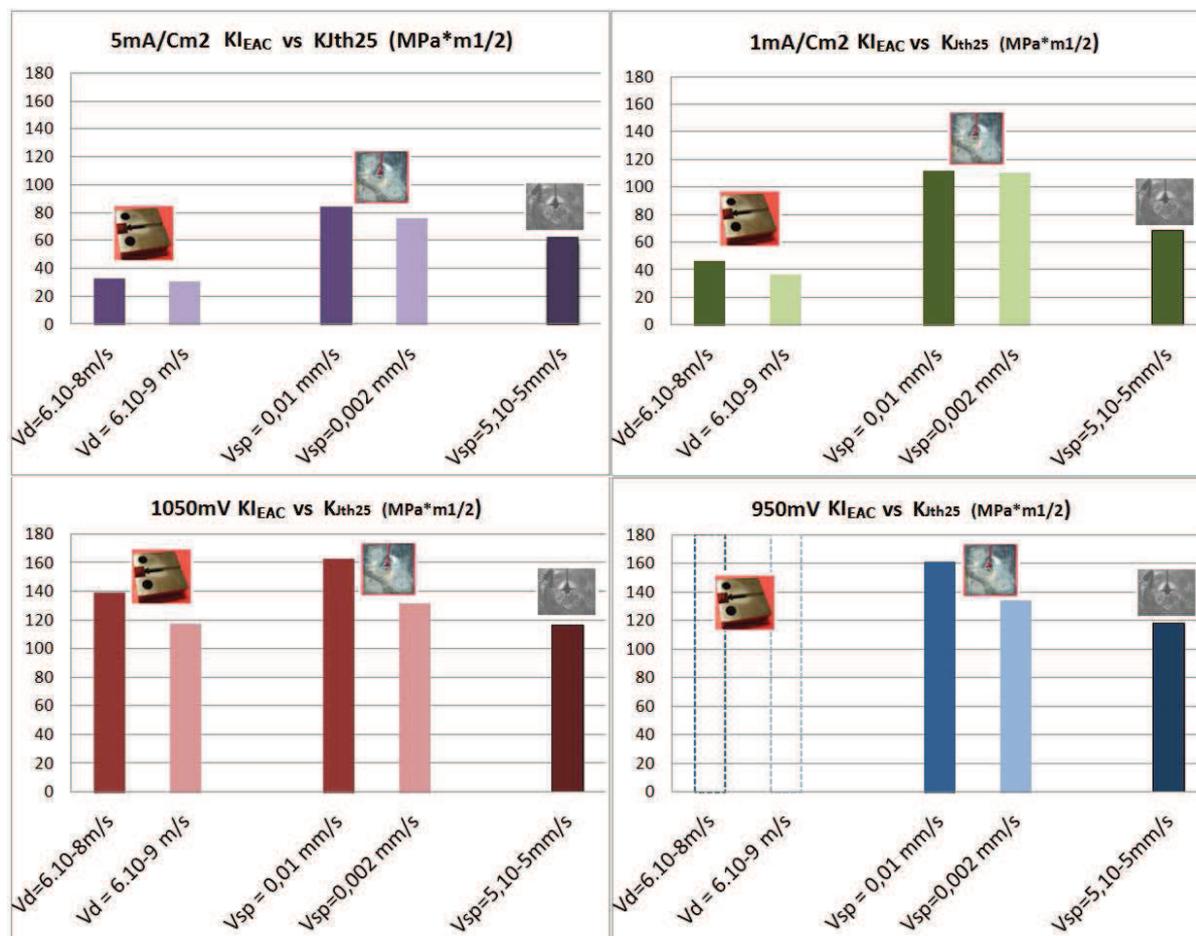


Figura 9.15. Comparación de K_{EAC} mediante ensayos de mecánica de la fractura y K_{Jth25} mediante SPT.

En la Figura 9.16 se presenta la tendencia de los resultados de K_{EAC} y K_{Jth25} estimado con ensayos SPT fragilizados y ensayados al aire, que ya fue mostrada en el capítulo 5. Además, de cara a una mejor comparación, se añaden sobre la misma gráfica la tendencia de K_{EAC} y K_{Jth25} estimado con ensayos SPT llevados a cabo en ambiente a baja velocidad de sollicitación, que se acaban de presentar. Los resultados para el ambiente de 950 mV no se incluyen en esta ocasión, pues los ensayos de mecánica de la fractura no permitieron la obtención de del valor de K_{EAC} para dicha situaciones y nos es posible obtener su tendencia.

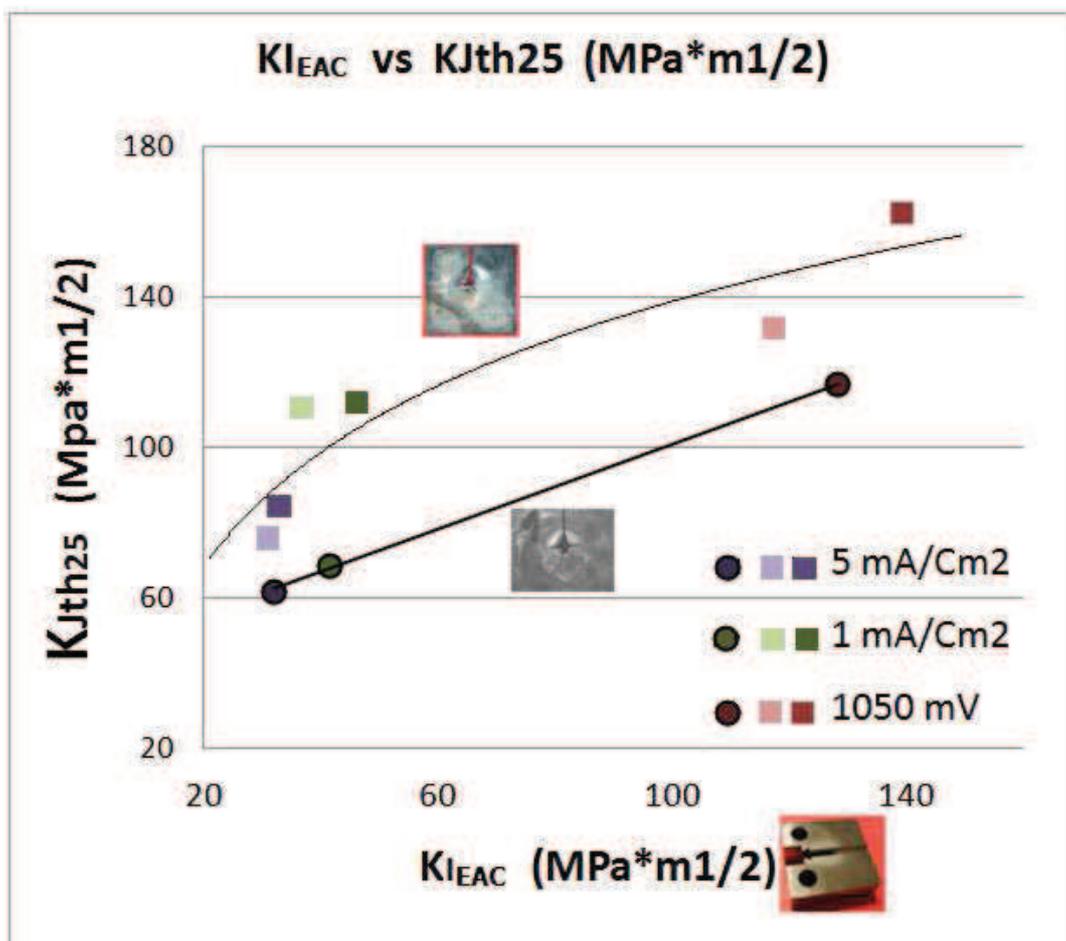


Figura 9.16. Comparación de K_{EAC} mediante ensayos de mecánica de la fractura y K_{Jth25} mediante SPT.

Puede observarse como la tendencia entre el parámetro K_{EAC} y K_{Jth25} obtenida a partir de las probetas ensayadas en ambiente a baja velocidad (línea recta más gruesa sobre puntos redondos) presenta un mejor ajuste que la obtenida a partir de los ensayos fragilizados y ensayados al aire a velocidades convencionales [1] (línea más fina y puntos cuadrados).

Esto supone una mejora sustancial, e indica la buena utilidad del equipo construido. Esta mejora se debe a que en los ensayos SPT sumergidos a baja velocidad, el aporte de H_2 si que está en estado estacionario, y la baja velocidad de punzón redonda en una tasa de crecimiento del CTOD de un orden de magnitud más cercano a las que tienen lugar en los ensayos convencionales. No obstante sería necesario estudiar el efecto de la velocidad de sollicitación con más profundidad y probar con valores más bajos, de cara mejorar esta tendencia que, a pesar de que cualitativamente sea buena, aún no arroja estimaciones lo suficientemente aproximadas.

9.5 SOLICITUD DE PATENTE Y PUBLICACIONES

Son muy pocos los grupos trabajando en el mundo en técnicas de fragilización por hidrógeno empleando el ensayo Small Punch, por ello, con el objetivo de darle mayor relevancia y constatar la iniciativa pionera del grupo de la Universidad de Cantabria en este tipo de investigaciones, se decidió solicitar una patente nacional sobre el dispositivo.

Se contactó con la oficina de valorización de la Universidad de Cantabria, donde se recibió toda la orientación y ayuda necesaria. En una primera etapa se rellenó, conjuntamente con los miembros de la oficina de valorización, la solicitud de patente; esto fue un proceso tedioso ya que fue fruto de diversas correcciones para intentar adaptar el lenguaje ingenieril al del mundo legal de las patentes. Además, también se trabajó en intentar conseguir siempre una máxima protección para la idea en general y no el detalle en particular, para intentar que los efectos de la futura patente fueran lo más contundentes posibles. En una segunda fase se presentó la solicitud de patente frente a la Oficina Española de Patentes y Marcas; afortunadamente todo esta tramitación corrió íntegramente a cargo de la oficina de valorización de la UC, tan sólo hubo que estar al pendiente para llevara a cabo algunas subsanaciones en la solicitud cuando fueron requeridas.

Finalmente, tras varios meses de trámites fue evaluada favorablemente la solicitud y concedida la Patente de Invención con Examen Previo número 2 534 613, tal como se muestra en la figura siguiente. En el Anexo 3 se incluyen la notificación de concesión y el documento de la patente propiamente dicha.

| | | |
|--|--|--|
|  | OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS ESPAÑA |  |
| | | ① Número de publicación: 2 534 613 |
| | | ② Número de solicitud: 201400788 |
| | | ③ Int. Cl.: |
| | | G01N 17/00 (2006.01) |
| ④ PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO B2 | | |
| ⑤ Fecha de presentación: 07.10.2014 ⑥ Fecha de publicación de la solicitud: 24.04.2015 Fecha de la concesión: 06.08.2015 ⑦ Fecha de publicación de la concesión: 13.08.2015 | ⑧ Titular/es: UNIVERSIDAD DE CANTABRIA (100.0%) Pabellón de Gobierno, Avda. de los Castros s/n 39005 Santander (Cantabria) ES ⑨ Inventor/es: ARROYO MARTÍNEZ, Borja y ÁLVAREZ LASO, José Alberto | |
| ⑩ Título: Dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado en condiciones de sumersión en una solución líquida | | |

Figura 9.17. Primera hoja de la patente de invención.

Además de la patente anteriormente indicada también se ha llevado a cabo, y se seguirá haciendo, la difusión de resultados mediante artículos y presentaciones en foros de conocimiento especializados donde se ha empleado el presente dispositivo.

Por el momento, se han publicado:

- Un artículo internacional en una conferencia europea de sobre el Ensayo Small Punch y otras técnicas no destructivas. Asimismo se llevó a cabo una presentación en dicha conferencia.
- Un artículo en el congreso nacional del Grupo Español de Fractura. Donde también se llevó a cabo una presentación oral.

Se encuentran en fase de publicación o de revisión final:

- Un artículo sobre fragilización por hidrógeno empleando el ensayo Small Punch. Se publicará en una revista especializada indexada con índice de calidad relativo.
- Un artículo que explica la el dispositivo en sí mismo y su funcionamiento, como se hace en el presente documento pero de forma más sucinta. Se publicará en una revista especializada indexada con índice de calidad relativo.

Finalmente también debe recordarse que el equipo y los resultados que en este trabajo fin de carrera se exponen quedarán incluidos dentro de la tesis doctoral del autor del mismo, que será dirigida por el mismo director que el presente documento.

10 CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

10.1 CONCLUSIONES

El objetivo principal de este trabajo fin de grado ha sido el desarrollo de un dispositivo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de Corrosión Bajo Tensión y fragilización por Hidrógeno, lo cual ha sido llevado a cabo con éxito.

En primer lugar se han repasado los conceptos básicos de los fenómenos de Corrosión Bajo Tensión y fragilización por Hidrógeno, además se ha hecho una pequeña revisión normativa de los ensayos mecánicos en ambientes adversos, analizando los aspectos que deben reunirse para el fin perseguido.

Posteriormente se ha realizado una revisión del estado del conocimiento de las técnicas de ensayo Small Punch y de las metodologías existentes para correlacionar los resultados de este ensayo con las propiedades mecánicas del material. Asimismo se ha propuesto una nueva metodología para la estimación de las propiedades en ambiente agresivo empleando el ensayo Small Punch, que una vez construido el equipo ha sido validada junto con él.

En una segunda instancia, con el fin de aprovechar una infraestructura existente, se ha ideado un dispositivo capaz de llevar a cabo ensayos de punzonado a pequeña escala en dirección horizontal, sumergiendo la probeta en una disolución líquida mientras se aplican velocidades de sollicitación de muy baja entidad. Se ha diseñado el dispositivo en cuestión mediante un software 3D, asegurando el cumplimiento de todos los requerimientos necesarios, validando el diseño con un pequeño análisis mediante simulación por elementos finitos. Asimismo se han dado unas directrices de montaje y se ha estimado su coste y plazo de ejecución.

Un tercer paso fue la construcción del equipo y su posterior montaje, dando cabida a algunas modificaciones encaminadas a un mejor funcionamiento del prototipo. Tras ello se pudo comparar el coste final con el presupuesto inicialmente calculado, observando que, pese a las modificaciones, no presentaba desviaciones excesivas.

Se validó el correcto funcionamiento del equipo mediante la obtención de algunos resultados experimentales. Se ha demostrado la aplicabilidad del ensayo Small Punch sobre probetas pre-entalladas para la determinación del parámetro de iniciación de grietas en

ambientes agresivos con presencia de Hidrógeno; se ha demostrado que la metodología en la que se lleva a cabo el ensayo sumergido en el ambiente agresivo a baja velocidad de sollicitación es más consistente que las técnicas de pre-fragilización y el posterior ensayo al aire. Con todo ello se ha dejado ver la utilidad del equipo construido.

Finalmente se ha esbozado como fue solicitada y concedida recientemente una patente nacional con examen previo, así como algunas otras formas de difusión de resultados como ponencias en congresos o publicaciones.

10.2 TRABAJO FUTURO

La caracterización de materiales metálicos sometidos a procesos de fragilización por hidrógeno empleando el ensayo Small Punch es un campo en el que se desarrollarán en un futuro próximo múltiples investigaciones.

Recientemente, el grupo donde ha sido llevado el presente trabajo, ha sido concesionario de un proyecto del Plan Nacional de I+D+i que se extenderá durante 36 meses, y que trata precisamente del estudio del efecto del hidrógeno en aceros de alta y media resistencia el estudio de su integridad estructural donde se aplicará el ensayo Small Punch.

10.2.1 Optimización de la metodología planteada

Dentro de las futuras investigaciones se optimizará la metodología planteada en este trabajo fin de grado. Como se vio en el capítulo 9, la metodología y condiciones de ensayo descritas arrojan estimaciones bastante aproximadas en escenarios de poca fragilización (protección catódica a 950mV), pero valores más altos del parámetro de fractura que los obtenidos mediante ensayos convencionales para el caso de escenarios de acusada fragilidad (carga catódica a 1mA/Cm² y 5mA/Cm²).

Esto es debido, como ya se anunció en el capítulo 5, a que las condiciones de crecimiento del parámetro CTOD en el frente de grieta acontecidas distan de las que se dan en los ensayos convencionales; ello hace que la capacidad de difusión del H₂ en la red microestructural no sea tampoco la misma, y provoque que la velocidad de punzón utilizada en este caso no sea lo suficientemente lenta para permitir que el hidrógeno produzca un daño de magnitudes similares. Al ser la cantidad de H₂ que debe difundir mucho mayor en escenarios frágiles no se le permite el tiempo suficiente para que surta todo el efecto

potencial sobre la probeta, mientras que en los menos frágiles esta afección se alcanza antes.

Por ello el trabajo futuro inmediato a llevar a cabo consiste en el estudio de la velocidad de sollicitación en los ensayos Small Punch bajo diversas condiciones de fragilización. Se pretende llevar a cabo un estudio de la equivalencia entre las velocidades de punzón en ensayos Small Punch y las de sollicitación para los ensayos de mecánica de la fractura convencional, de cara a asegurar la misma tasa de crecimiento del parámetro CTOD. El fin último será encontrar la velocidad de desplazamiento del punzón a partir de la cual los resultados del parámetro de fractura no dependan de la misma.

10.3 Estudio de la fragilización por hidrógeno mediante ensayos Small Punch bajo carga estática

Otra línea de investigación para la estimación de las propiedades de materiales metálicos en ambientes agresivos consiste en la realización de ensayos Small Punch sobre probetas sometidas al ambiente bajo carga estática durante el tiempo suficiente hasta conseguir la creación o propagación de grietas en las mismas.

En el laboratorio LADICIM se han llevado a cabo algunas pruebas [44] utilizando una metodología experimental de desarrollo propio cuyo objeto es la determinación de una variable denominada carga umbral de propagación de fisuras, por debajo de la cual el agrietamiento por corrosión bajo tensión no tiene lugar, o la velocidad de crecimiento de las fisuras es tan reducida que no se producen fallos en tiempos razonables. Para ello se ha desarrollado un dispositivo experimental, que se aprecia en la figura siguiente, pues no se dispone de un mecanismo convencional para la realización de este tipo de ensayos.

Se llevarán a cabo ensayos convencionales según la normativa [7] y ensayos Small Punch en condiciones semejantes, para comprobar si en los últimos se origina la rotura de la probeta debido al agrietamiento por el ambiente. En última instancia se pretende correlacionar los resultados obtenidos mediante ambas técnicas, es decir la carga umbral en los ensayos Small Punch con la tensión de referencia en los convencionales, tal como propone el código europeo de buena práctica [10] para el estudio en condiciones de fluencia empleando el ensayo Small Punch.



Figura 10.1. Dispositivo experimental para la realización de ensayos Small Punch en condiciones adversas bajo cargas estáticas.

BIBLIOGRAFÍA

- 1 LACALLE CALDERÓN, ROBERTO, Tesis Doctoral: “Determinación de las propiedades de tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos *Small Punch*”. Santander: Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales, Universidad de Cantabria, Mayo de 2012.
- 2 GALVELE, J.R., “Corrosión Bajo Tensión, estado actual de conocimiento”, Anales de mecánica de la fractura, Vol. 18, (2001).
- 3 NATIONAL PHYSICAL LABORATORY, “Guides to Good Practice in Corrosion Control, Stress Corrosion Cracking”.
- 4 R. E. RICHER, J. L. FINK and E. ESCALANTE, “Evidence of film-induced cleavage by electrodeposited rhodium”.
- 5 M. WOLLMAN, “Structural Integrity: stress corrosion cracking, corrosion fatigue”, Universidad Politécnica de Madrid, Mayo 2012.
- 6 <http://www.analisisdefractura.com/picaduras/corrosion-bajo-tension/>
- 7 UNE-EN ISO 7539. Corrosión de metales y aleaciones. Ensayos de corrosión bajo tensión.
- 8 National Association of Corrosion Engineers (NACE). Stress Corrosion Cracking Test Methods.
- 9 ASTM G-39, “Standard Practice for Preparation and Use of Bent-Beam Stress Corrosion Test Specimens”, ASTM, Philadelphia, PA, 1979.
- 10 CWA 15627:2007. Small Punch Test Method for Metallic Materials. European Committee for Standardization, 2007.
- 11 MANAHAN, M. P., ARGON, A. S. y HARLING, O. K. “The Development of a Miniaturized Disk Bend Test for the Determination of Postirradiation Mechanical Properties”. Journal of Nuclear Materials 103-104. 1981, págs. 1545-1550.
- 12 ESKNER, M. y SANDSTRÖM, R., “Mechanical Property Evaluation by Small Punch Test”, Journal of Testing and Evaluation, Vol. 32, Nº 4, 2009.

-
- 13 FLEURY, E. y HA, J. S., "Small Punch Tests to Estimate the Mechanical Properties of Steels for Steam Power Plant: I. Mechanical Strength", *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 75, págs. 699 – 706, 1998.
 - 14 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, pags. 342-351, 2015.
 - 15 Tao Bai, Peng Chen, Kaishu Guan, "*Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility of stainless steel 304L with surface nanocrystalization by small punch test*", *Material Science & Engineering A*, 561 (2013) 498-506.
 - 16 B. ARROYO, J.A. ÁLVAREZ, R. LACALLE, F. GUTIÉRREZ-SOLANA, T.E. GARCÍA "Environmental effects on R5 steel under cathodic protection and cathodic charge. Characterization using the Small Punch Test", *Proceedings of the 2nd SSTT, Austria*, 2014.
 - 17 B. ARROYO, J.A. ÁLVAREZ, R. LACALLE, T.E. GARCÍA, F. GUTIÉRREZ-SOLANA "Capacidad del ensayo Small Punch para la determinación del parámetro de iniciación de grietas en condiciones de fisuración inducida por hidrógeno", *XXXII Encuentro del Grupo Español del Fractura, Zamora*, 2015.
 - 18 ASTM E 1820-01, "Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness", *Annual book of ASTM Standards*, 2001.
 - 19 STEVENS, M.F., "*Effect of microstructure and trapping on the hydrogen embrittlement susceptibility of a Titanium bearing HSLA steel*", *Doctoral Thesis, Carnegie Mellon University*, 1984.
 - 20 ASTM E 4, "Standard Practices for Force Verification of Testing Machines"
 - 21 ASTM E 74, "Practice for Calibration of Force Measuring Instruments for Verifying the Force Indication of Testing Machines", *Annual Book of ASTM Standards, Vol 07.01*.
 - 22 ASTM G 129, "Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking", *Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.02*.

-
- 23 ASTM E 8, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.
 - 24 <http://www.cathodicprotection101.com/proteccion-catodica.htm>
 - 25 ASTM D 1141, "Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water", Annual Book of ASTM Standards.
 - 26 ÁLVAREZ, J.A., "*Fisuración inducida por hidrógeno de aceros soldables microaleados: Caracterización y modelo de comportamiento*", Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria 1998.
 - 27 G.M. PREYSSOURE, PHD Thesis, Carnegie Mellon University, 1997.
 - 28 <http://es.wikipedia.org/wiki/Polimetilmetacrilato>
 - 29 STURM, ROMAN and GRUM, JANEZ, "Accelerated Test Determination of Creep Properties for Different P24 Steel Weldment", Ostrava: Metallurgical Journal LXIII, 2010. Determination of Mechanical Properties of Materials by Small Punch and other Miniature Testing Techniques. Págs. 44-49.
 - 30 HYO-SUN YU, EVI-GYUN NA, and SE-HI CHUNG, "Assessment of stress corrosion cracking susceptibility by a small punch test"
 - 31 JEROME ISSELIN, AKIRA KAI, KAZUHIKO SAKAGUCHI and TETSUO SHOJI, "Assessment of the Effects of Cold Work on Crack Initiation in a Light Water Environment Using the Small Punch Test", Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 39A, Mayo 2008.
 - 32 TAO BAI, PEN CHEN and KAISHU GUAN, "Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility os stainless Steel 304L with surface nanocrysalization by small punch test", Materials Science & Engineering A 561 (2013) 498 – 506.
 - 33 <http://oa.upm.es/3786/1/Picazo-E15.pdf>
 - 34 [http://www.skf.com/pe/products/linear-motion/linear-guides-and-tables/linear-ball-](http://www.skf.com/pe/products/linear-motion/linear-guides-and-tables/linear-ball-bearings/linear-ball-bearing-lbc/index.html)
 - 35 [bearings/linear-ball-bearing-lbc/index.html](http://www.skf.com/pe/products/linear-motion/linear-guides-and-tables/linear-ball-bearings/linear-ball-bearing-lbc/index.html)
 - 36 http://www.epidor.com/documentos/B-JuntasToricas_JuntasEQ.pdf
 - 37 http://www.sanmetal.es/docs/SANMETAL_TORICAS.pdf
-

-
- 38 ANDRÉS ÁLVAREZ, D., Trabajo Fin de Máster: “Diseño de una máquina para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de fluencia”, Universidad de Cantabria, Octubre de 2012.
- 39 D. A. VERMILYEA; Stress-Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron-Base Alloys (R. W. Staehle, J. Hockmann, R. D. McCright, and J. E. Slater, eds.), NACE, Houston (1977).
- 40 R. W. STAEHLE Stress-Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron-Base Alloys (R. W. Staehle, J. Hockmann, R. D. McCright, and J. E. Slater, eds.), NACE, Houston (1977).
- 41 R. N. PARKING; Corrosión, Sci. , 20 (1980), pág. 147.
- 42 P. L. ANDERSEN; Corrosion, 47 (1991) págs. 9-17.
- 43 R. C. NEWMAN K. SIERADZKI, and H. S. ISAACS; Metall. Trans.A, 13A(1982)p.2015.
- 44 MERINO GUTIÉRREZ, S., Trabajo Fin de Grado: “Determinación del parámetro umbral de tensiones empleando ensayos Small Punch en condiciones de fragilización por hidrógeno”, Universidad de Cantabria, Junio de 2015.

ANEXO 1:

INFORME DE LA SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS



Informe de análisis de tensión

| | |
|-------------------------------|-----------------------------------|
| Archivo analizado: | Estructura soporte con barras.iam |
| Versión de Autodesk Inventor: | 2012 SP2 (Build 160219200, 219) |

Propiedades físicas

| | |
|--------------------|-------------------------------------|
| Masa | 11,893 kg |
| Área | 506050 mm ² |
| Volumen | 1515030 mm ³ |
| Centro de gravedad | x=212 mm y=65 mm z=45,5931 mm |

Nota: los valores físicos pueden ser diferentes de los valores físicos utilizados por CEF indicados a continuación.

Simulación

Objetivo general y configuración:

| | |
|--|-------------------|
| Objetivo del diseño | Punto único |
| Tipo de simulación | Análisis estático |
| Fecha de la última modificación | 03/09/2013, 11:03 |
| Detectar y eliminar modos de cuerpo rígido | No |
| Separar tensiones en superficies de contacto | No |
| Análisis de cargas de movimiento | No |

Configuración avanzada:

| | |
|---|-------|
| Tamaño medio de elemento (fracción del diámetro del modelo) | 0.1 |
| Tamaño mínimo de elemento (fracción del tamaño medio) | 0.2 |
| Factor de modificación | 1.5 |
| Ángulo máximo de giro | 60 gr |
| Crear elementos de malla curva | No |
| Usar medida basada en pieza para la malla del ensamblaje | Sí |

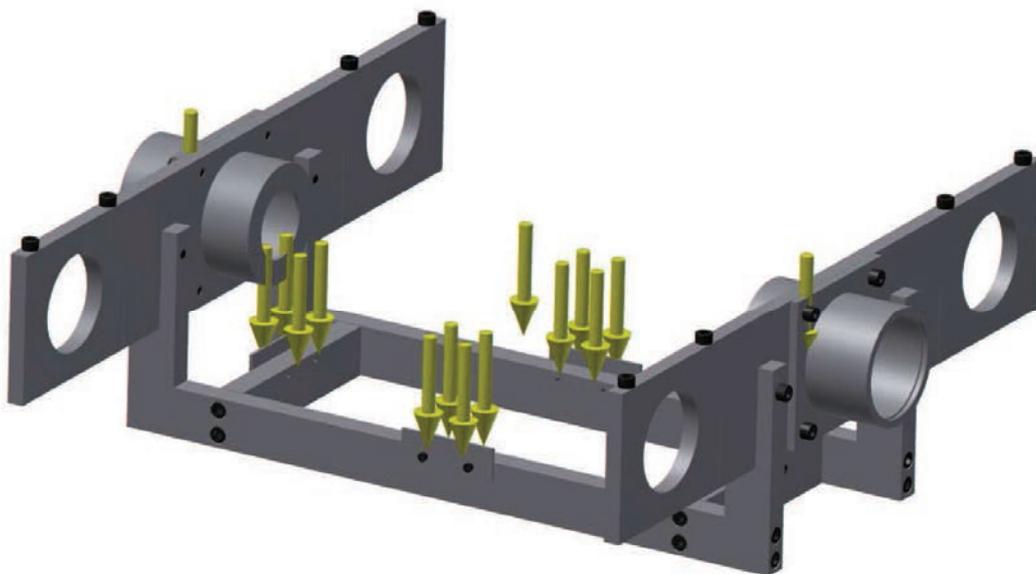
Material(es)

| | | |
|-----------------|-------------------------------|------------------------|
| Nombre | Acero | |
| General | Densidad de masa | 7,85 g/cm ³ |
| | Límite de elasticidad | 207 MPa |
| | Resistencia máxima a tracción | 345 MPa |
| Tensión | Módulo de Young | 210 GPa |
| | Coefficiente de Poisson | 0,3 su |
| | Módulo cortante | 0 GPa |
| Tensión térmica | Coefficiente de expansión | 0,000012 su/c |
| | Conductividad térmica | 56 W/(m K) |
| | Calor específico | 460 J/(kg c) |

Condiciones de funcionamiento**Gravedad**

| | |
|---------------|-----------------------------|
| Tipo de carga | Gravedad |
| Magnitud | 9810.000 mm/s ² |
| Vector X | 0.000 mm/s ² |
| Vector Y | 0.000 mm/s ² |
| Vector Z | -9810.000 mm/s ² |

Cara(s) seleccionada(s)



Presión: Cámara

| Tipo de carga | Presión |
|---------------|-----------|
| Magnitud | 0.007 MPa |

Para obtener la presión que produce la cámara ambiental, se ha tenido en cuenta el peso de la cámara ambiental y el peso de la disolución.

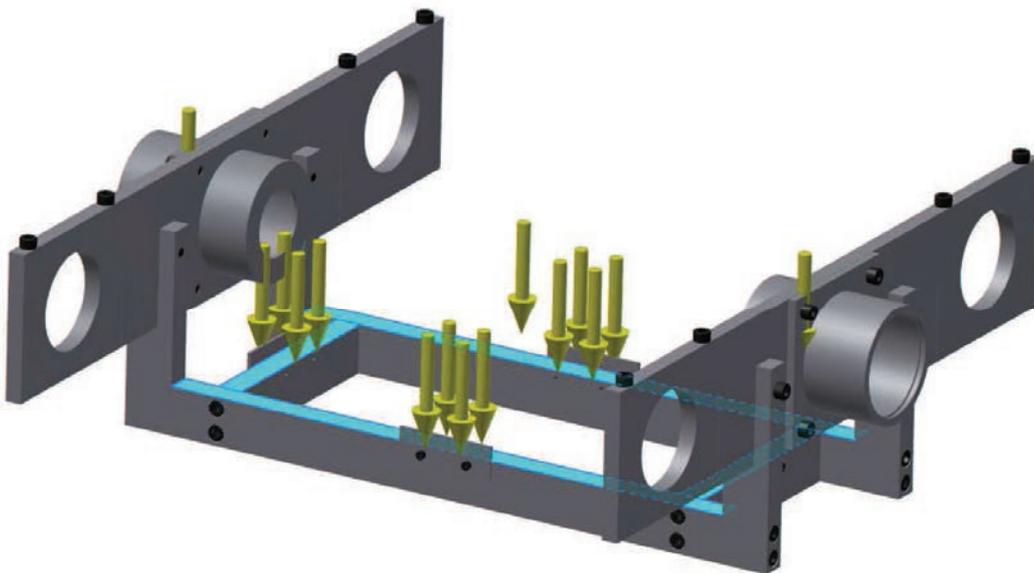
Peso de la cámara ambiental = 4.415 Kg.

Peso de la disolución (densidad 1 g/cm^3 , recipiente lleno) = 4.704 Kg

Peso total = 9.119 Kg

El peso dividido por el área de las caras posteriormente seleccionadas obtenemos la presión.

Cara(s) seleccionada(s)



Fuerza: 1

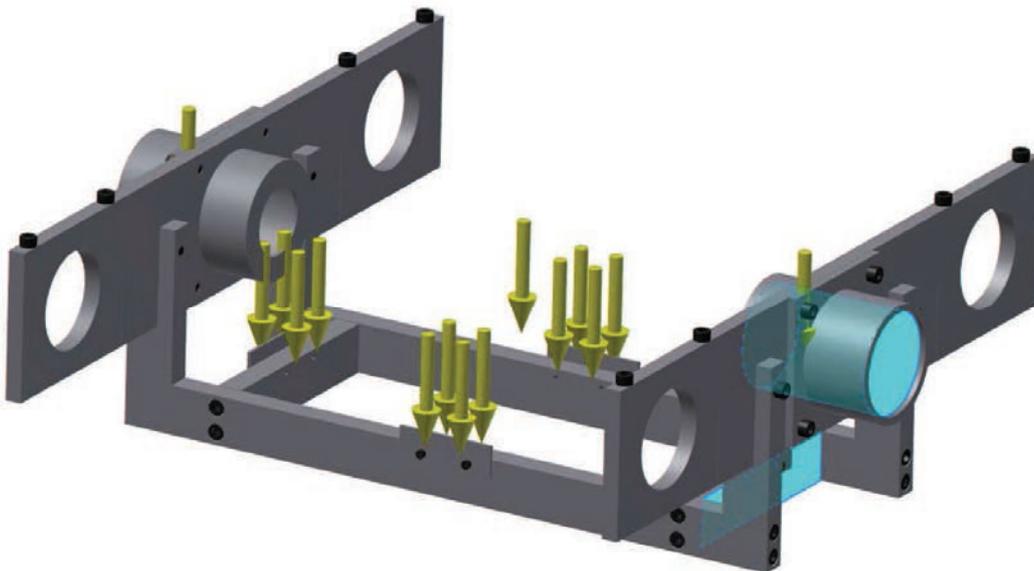
| Tipo de carga | Fuerza |
|---------------|-----------|
| Magnitud | 26.031 N |
| Vector X | 0.000 N |
| Vector Y | 0.000 N |
| Vector Z | -26.031 N |

Para la Fuerza 1 y la Fuerza 2, se ha calculado el peso del utillaje y se ha dividido entre dos.

Peso total del utillaje con una densidad de $7.85 \text{ g/cm}^3 = 5,307 \text{ Kg}$.

A cada cepo le corresponde 2.6535 Kg, que pasados a Newton, son 26.031 N.

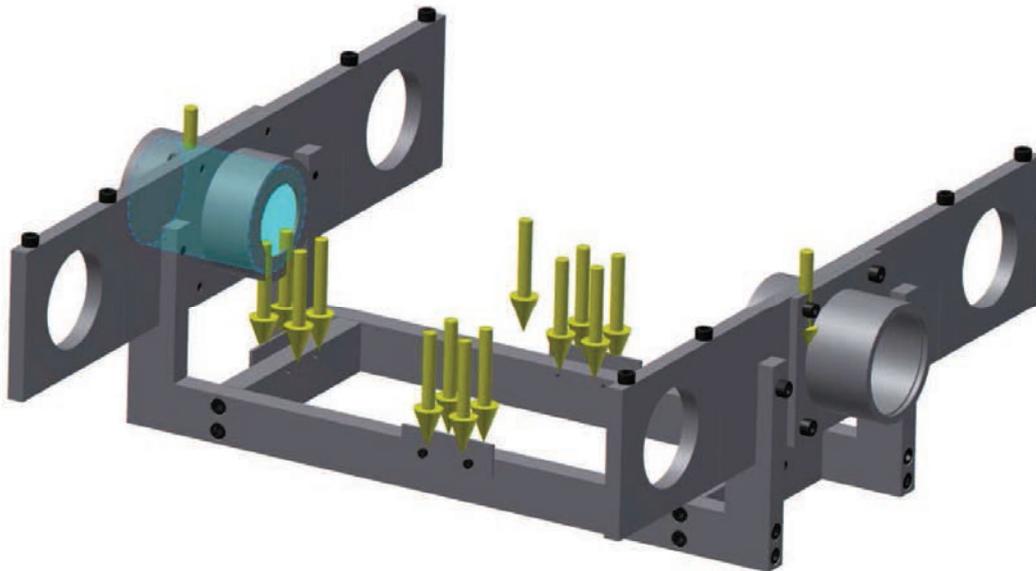
Cara(s) seleccionada(s)



Fuerza: 2

| Tipo de carga | Fuerza |
|---------------|-----------|
| Magnitud | 26.031 N |
| Vector X | 0.000 N |
| Vector Y | 0.000 N |
| Vector Z | -26.031 N |

Cara(s) seleccionada(s)



Restricción fija: 1

| Tipo de restricción | Restricción fija |
|---------------------|------------------|
|---------------------|------------------|

Cara(s) seleccionada(s)



Resultados

Fuerza y pares de reacción en restricciones

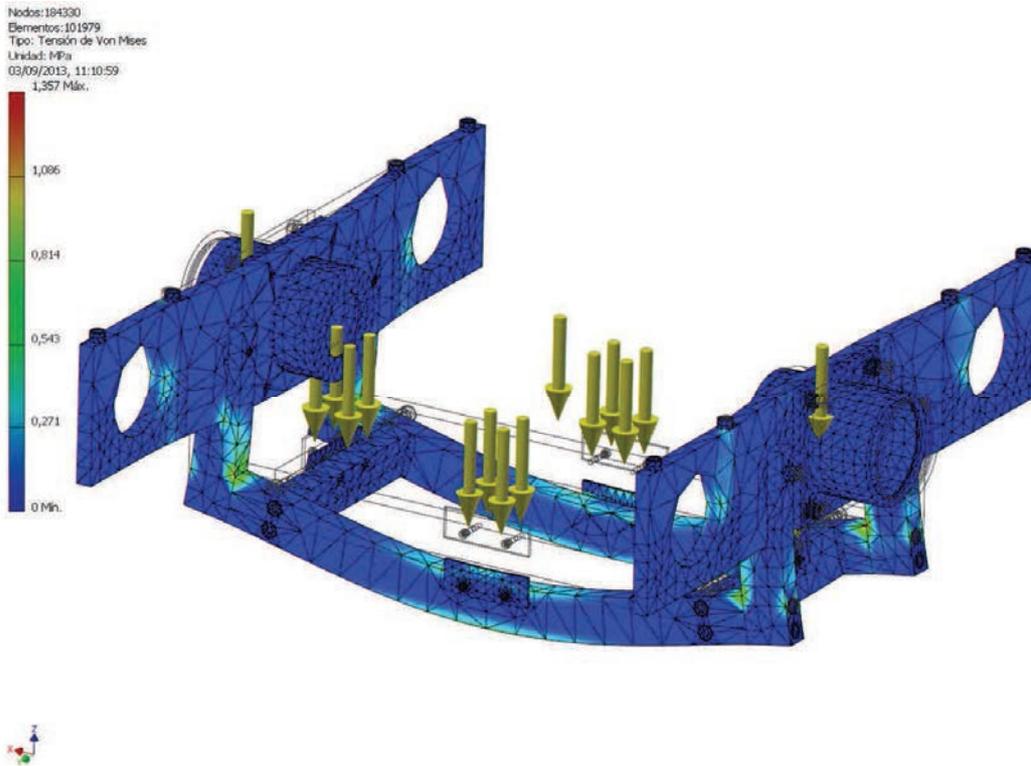
| Nombre de la restricción | Fuerza de reacción | | Pares de reacción | |
|--------------------------|--------------------|--------------------|-------------------|--------------------|
| | Magnitud | Componente (X,Y,Z) | Magnitud | Componente (X,Y,Z) |
| Restricción fija:1 | 267,973 N | 0 N | 0,26976 N m | 0 N m |
| | | 0 N | | -0,26976 N m |
| | | 267,973 N | | 0 N m |

Resumen de resultados

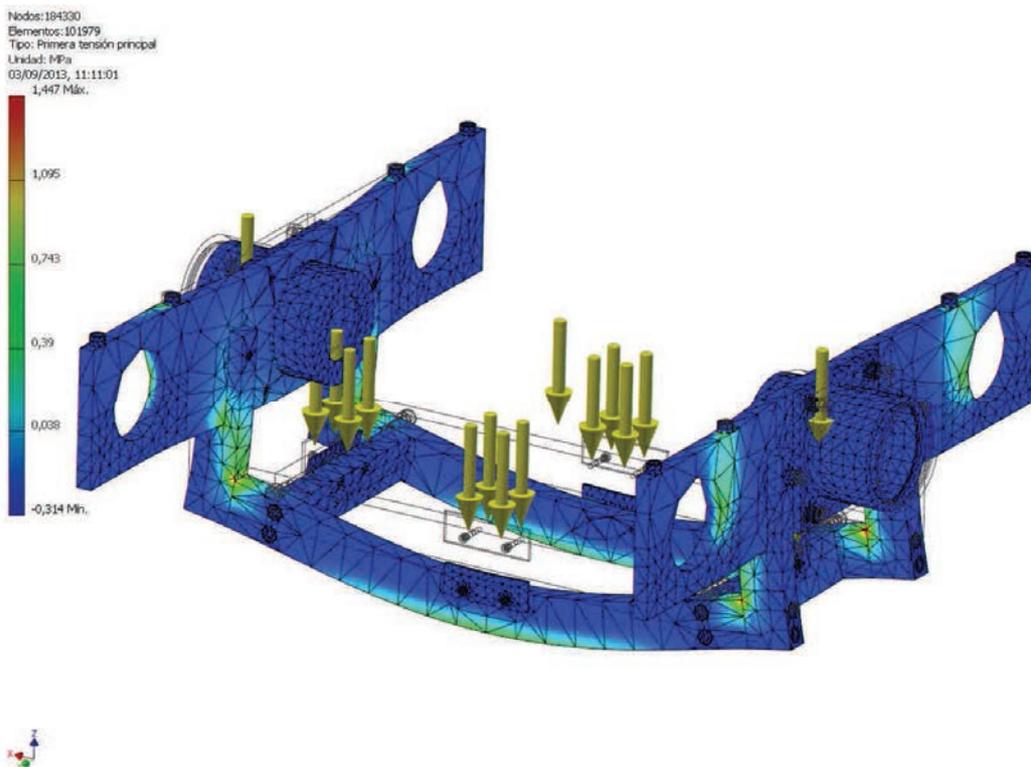
| Nombre | Mínimo | Máximo |
|---------------------------|-------------------------|-----------------|
| Volumen | 1515030 mm ³ | |
| Masa | 11,893 kg | |
| Tensión de Von Mises | 0,0000159244 MPa | 1,35735 MPa |
| Primera tensión principal | -0,314368 MPa | 1,44723 MPa |
| Tercera tensión principal | -1,59896 MPa | 0,289363 MPa |
| Desplazamiento | 0 mm | 0,00264911 mm |
| Coefficiente de seguridad | 15 su | 15 su |
| Desplazamiento X | -0,000740424 mm | 0,000770116 mm |
| Desplazamiento Y | -0,000127723 mm | 0,000127615 mm |
| Desplazamiento Z | -0,00264901 mm | 0,0000608547 mm |

Figuras

Tensión de Von Mises

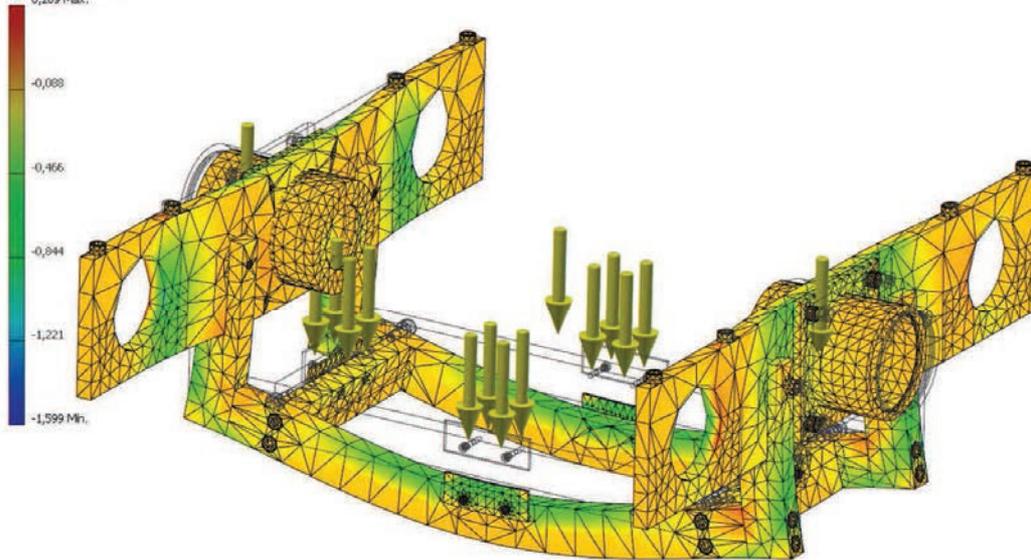


Primera tension principal



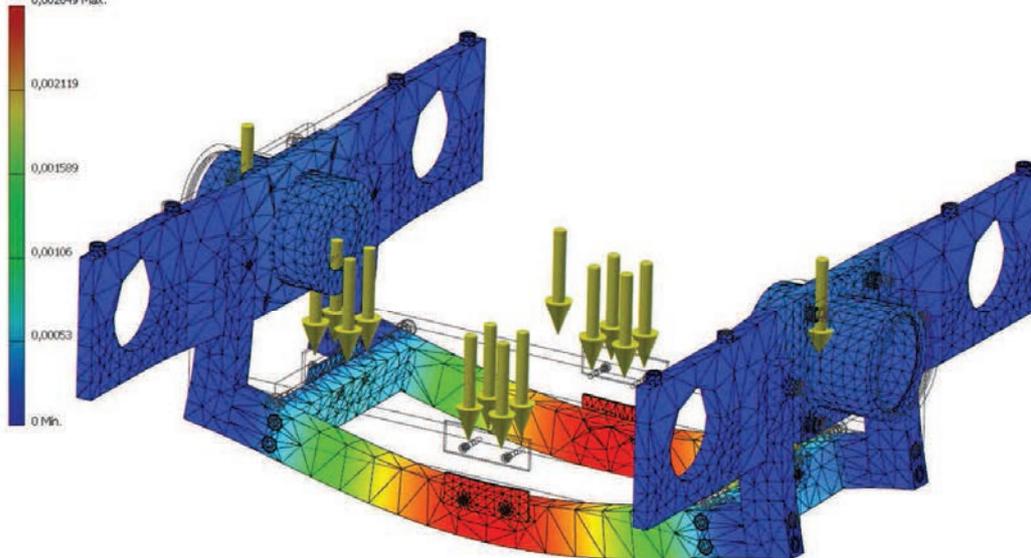
Tercera tensión principal

Nodos: 194330
Elementos: 101979
Tipo: Tercera tensión principal
Unidad: MPa
03/09/2013, 11:11:04
0,289 Max.



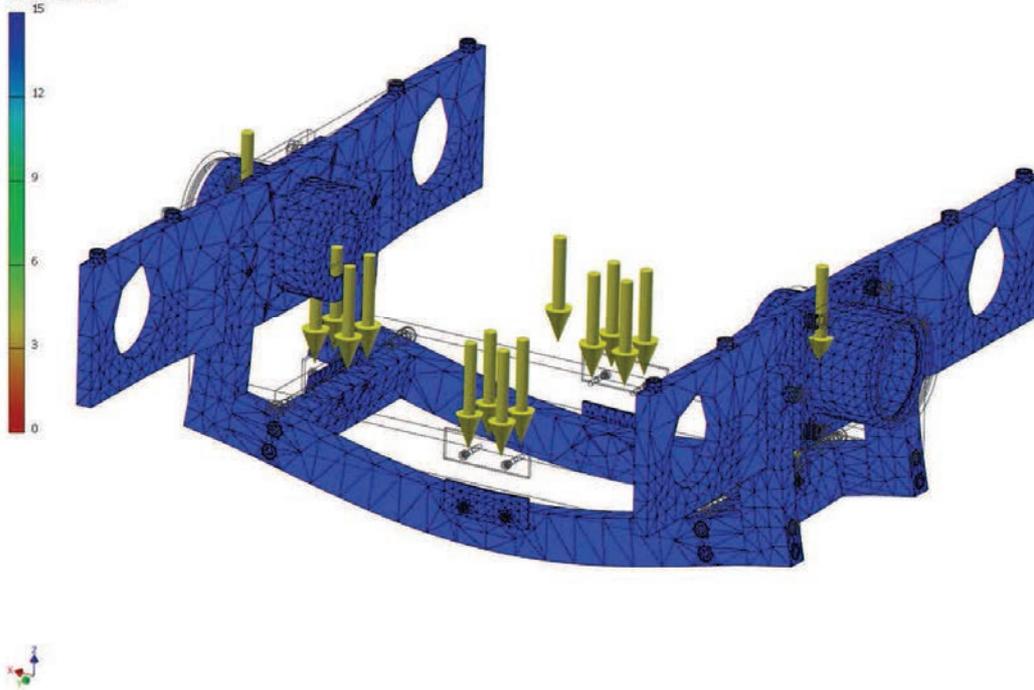
Desplazamiento

Nodos: 194330
Elementos: 101979
Tipo: Desplazamiento
Unidad: mm
03/09/2013, 11:11:09
0,002649 Max.



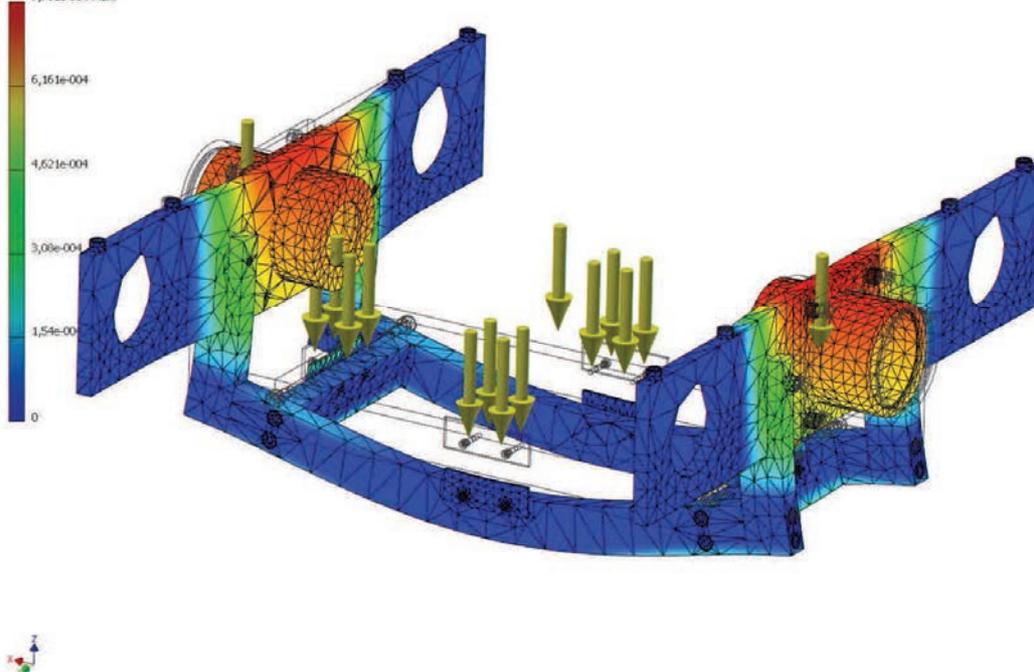
Coeficiente de seguridad

Nodos: 194330
Elementos: 101979
Tipo: Coeficiente de seguridad
Unidad: u1
03/09/2013, 11:11:06



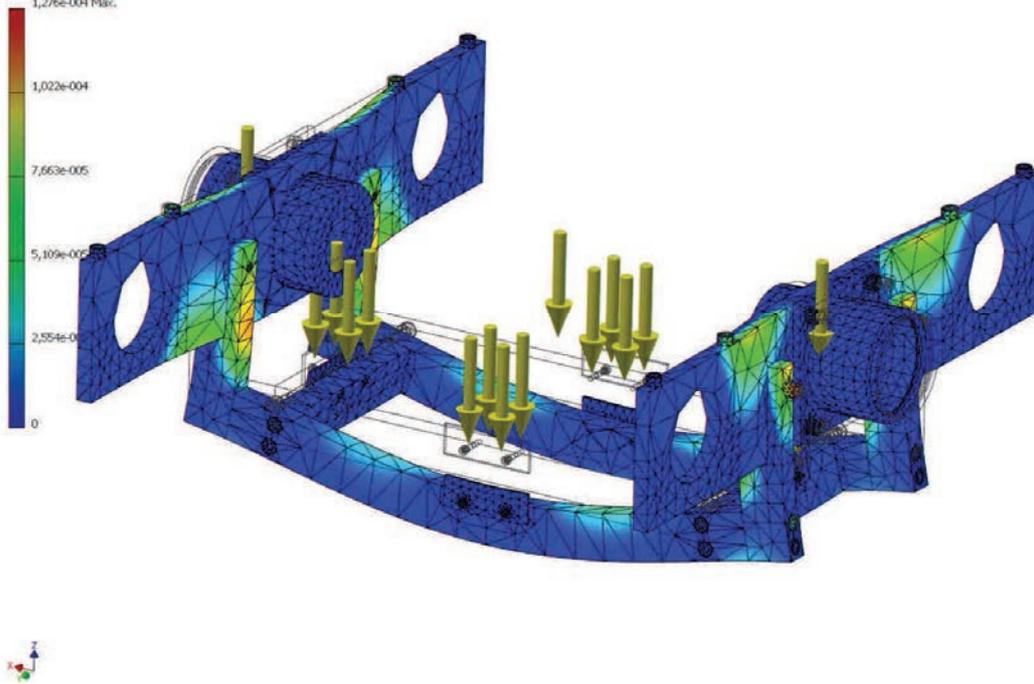
Desplazamiento X

Nodos: 194330
Elementos: 101979
Tipo: Desplazamiento X
Unidad: mm
03/09/2013, 11:11:11
7,701e-004 Max.



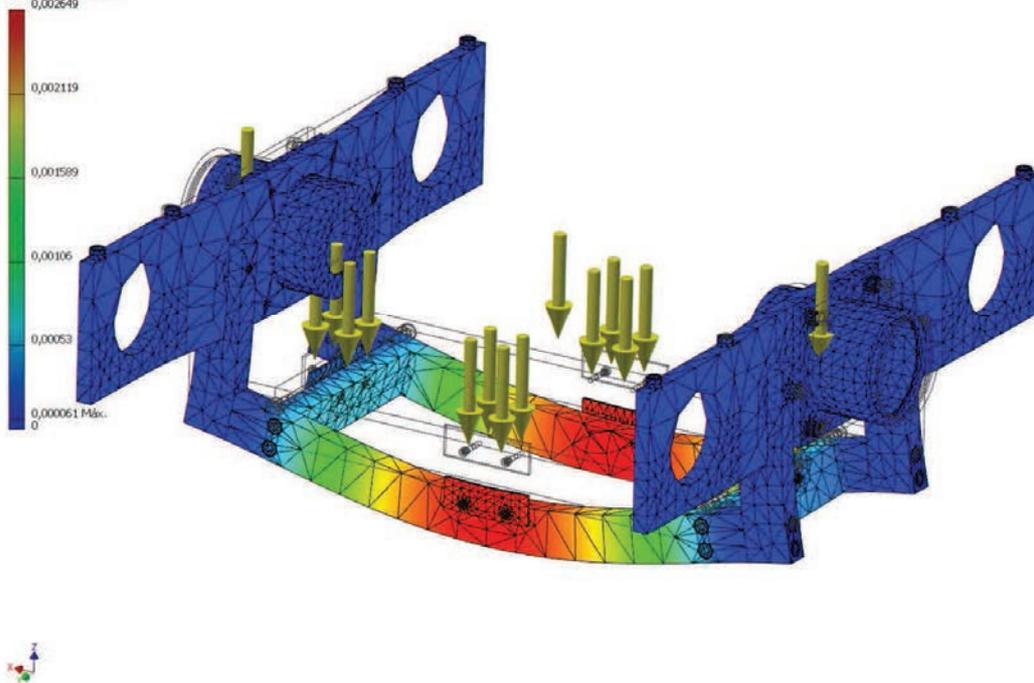
Desplazamiento Y

Nodos: 194330
Elementos: 101979
Tipo: Desplazamiento Y
Unidad: mm
03/09/2013, 11:11:14
1,276e-004 Máx.



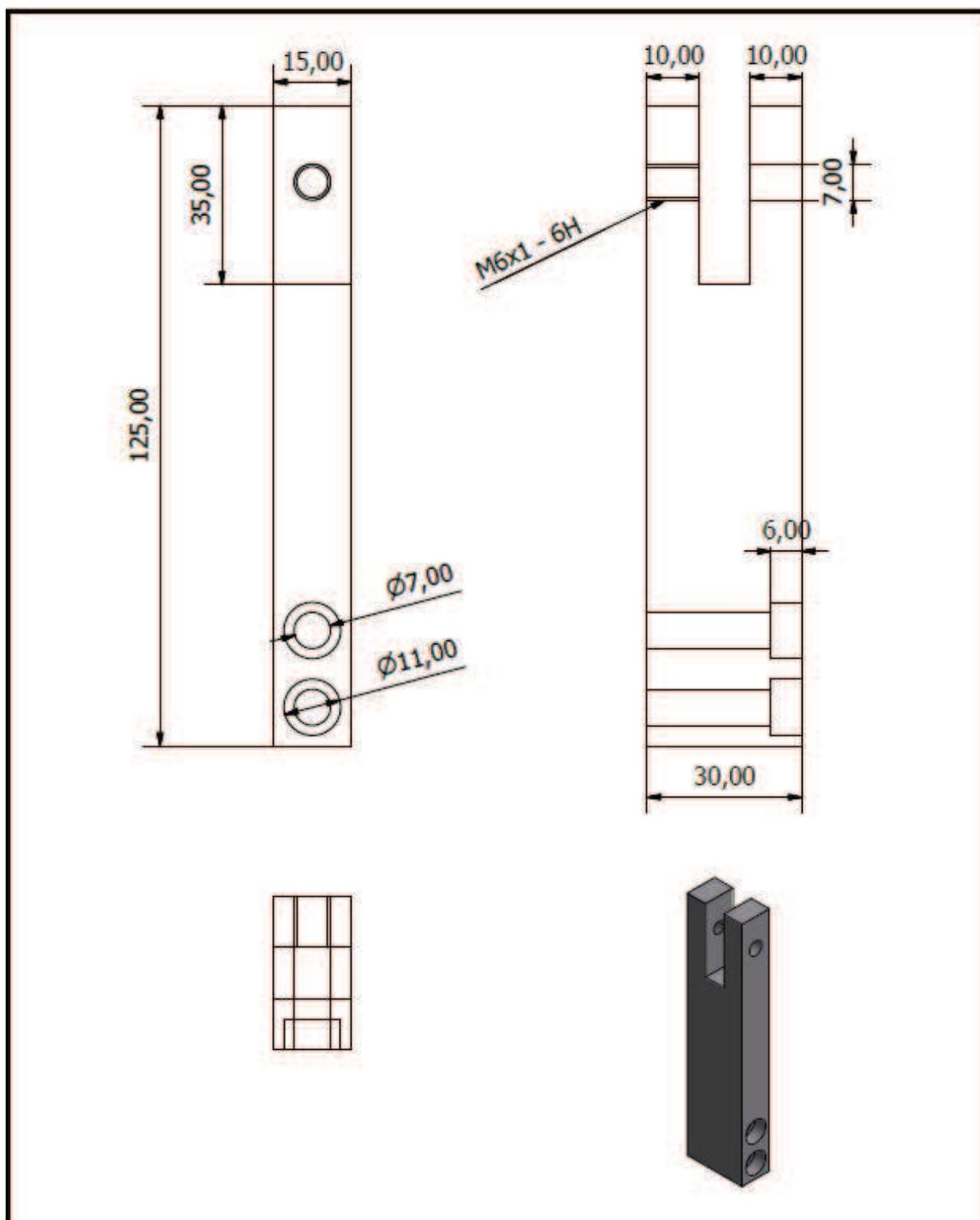
Desplazamiento Z

Nodos: 194330
Elementos: 101979
Tipo: Desplazamiento Z
Unidad: mm
03/09/2013, 11:11:16
0,002649

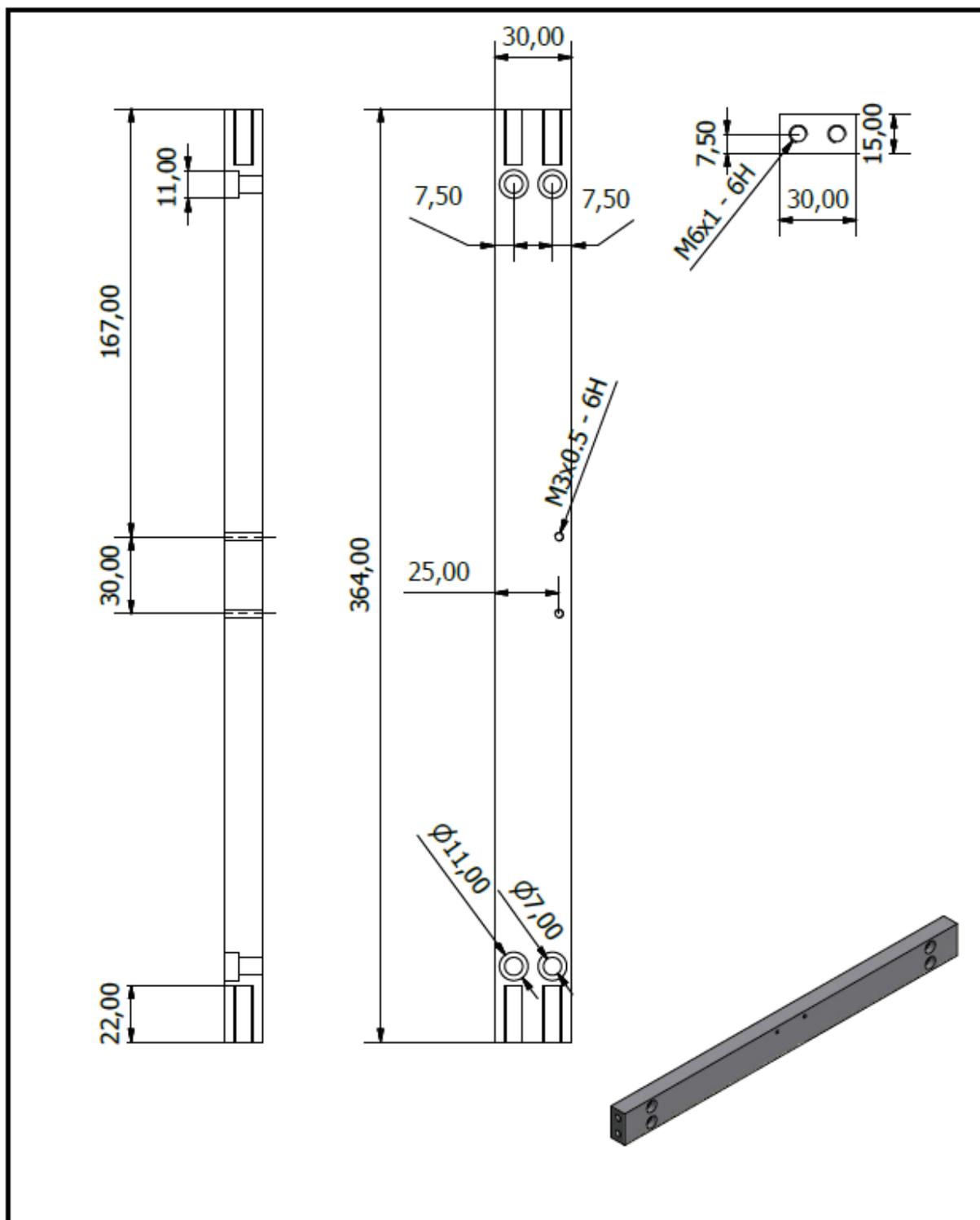


ANEXO 2:

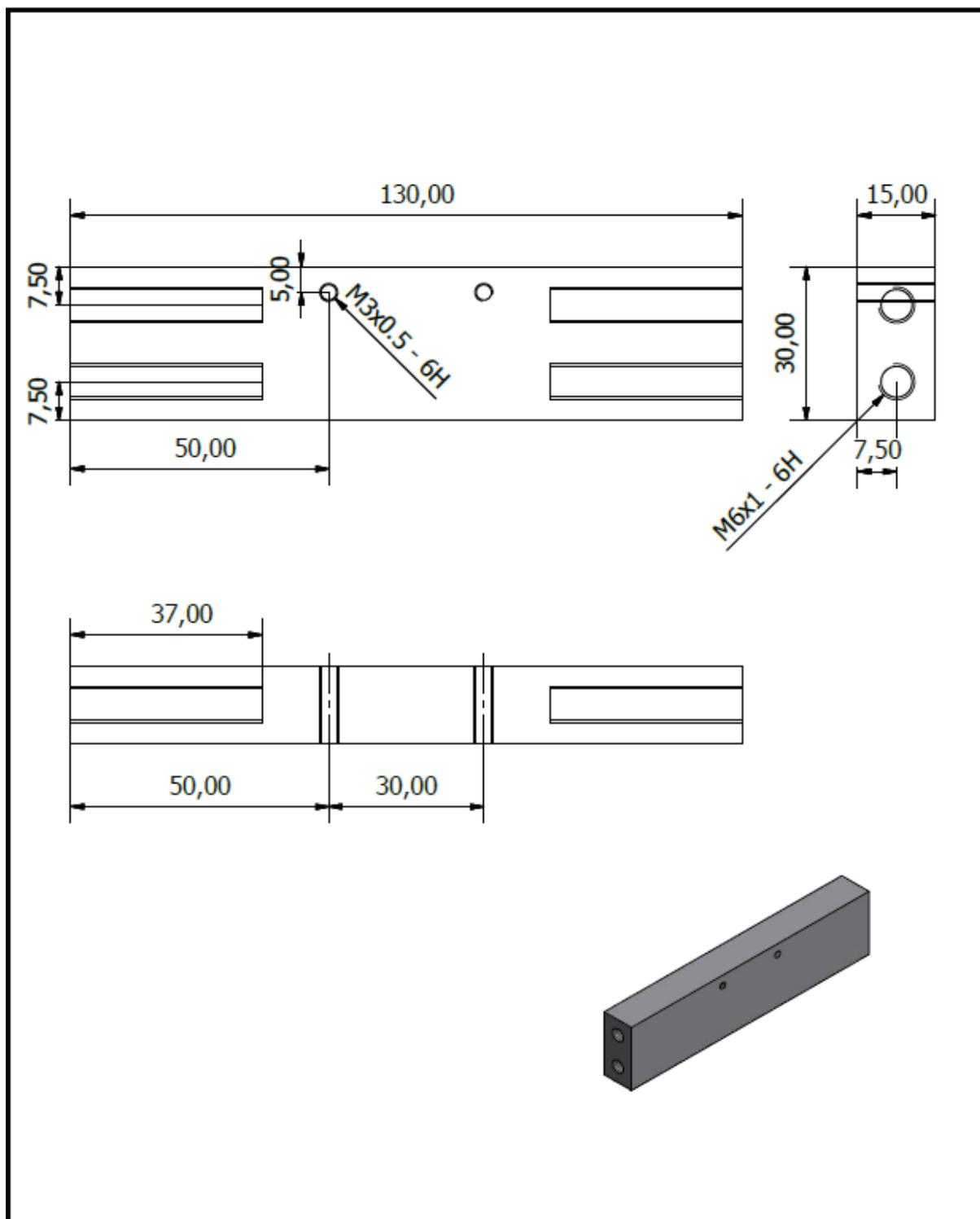
PLANOS PARA EL MECANIZADO



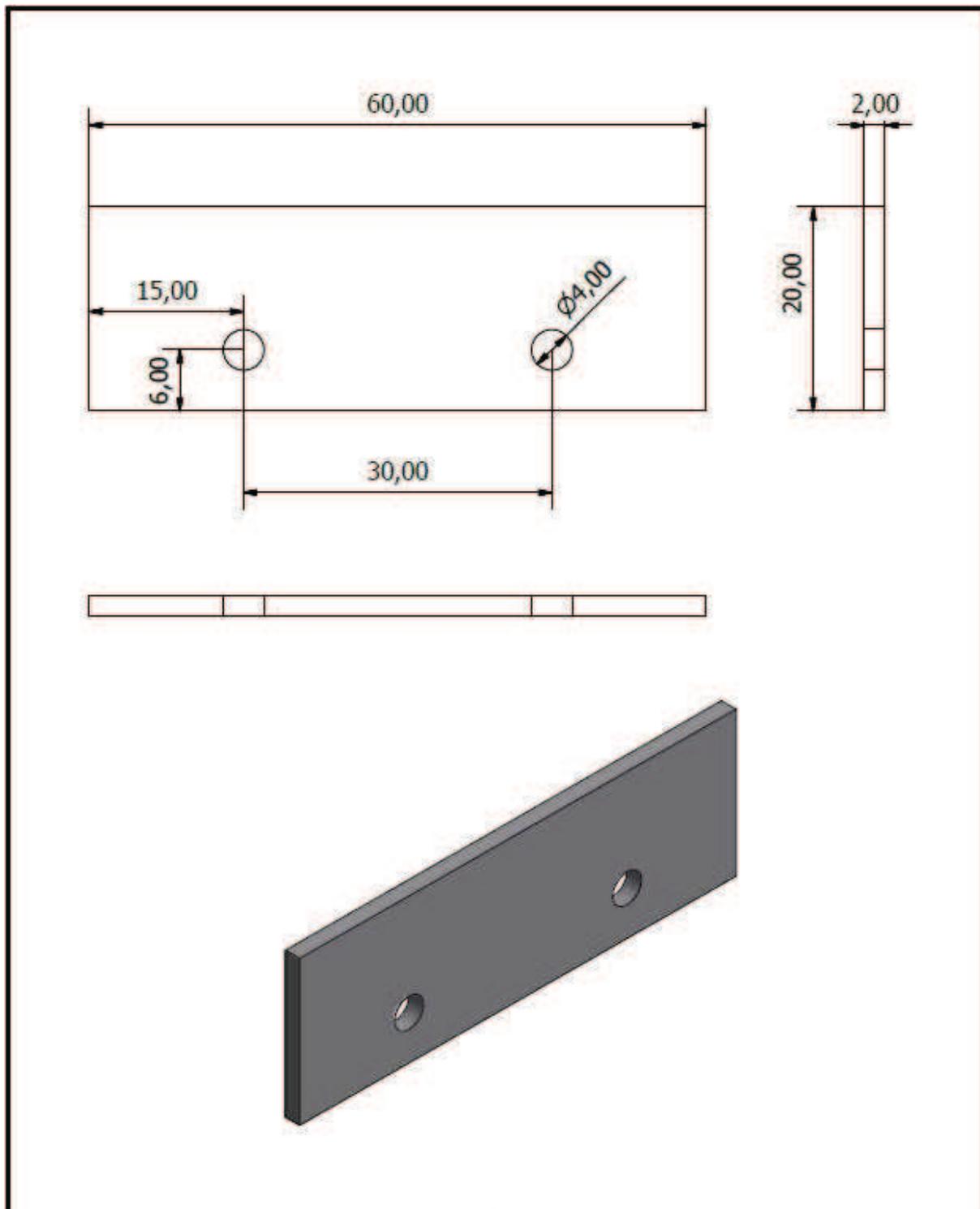
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Pieza 1 | |
| | Escala | 1:2 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 4 |



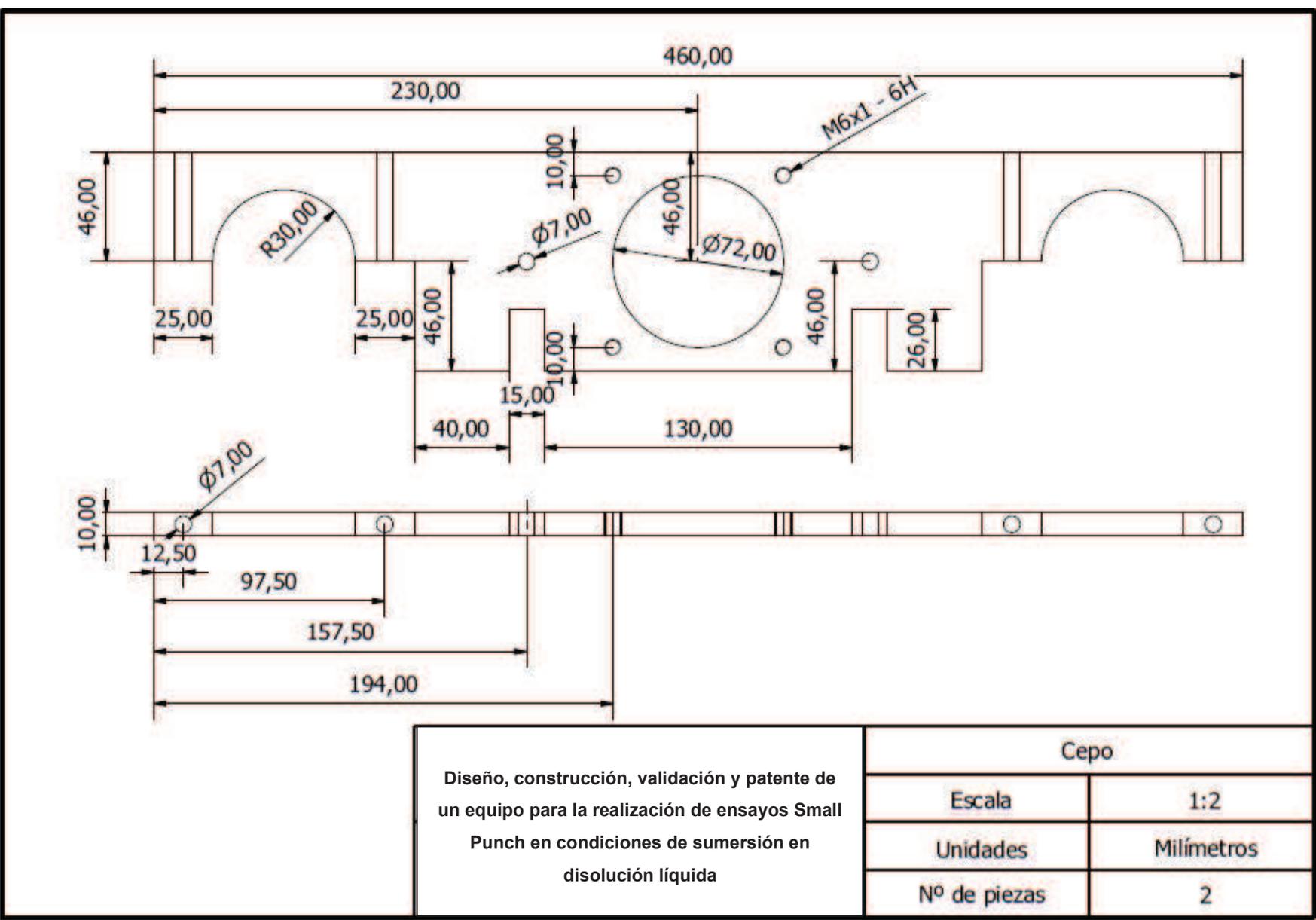
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Pieza 2 | |
| | Escala | 1:2 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 2 |

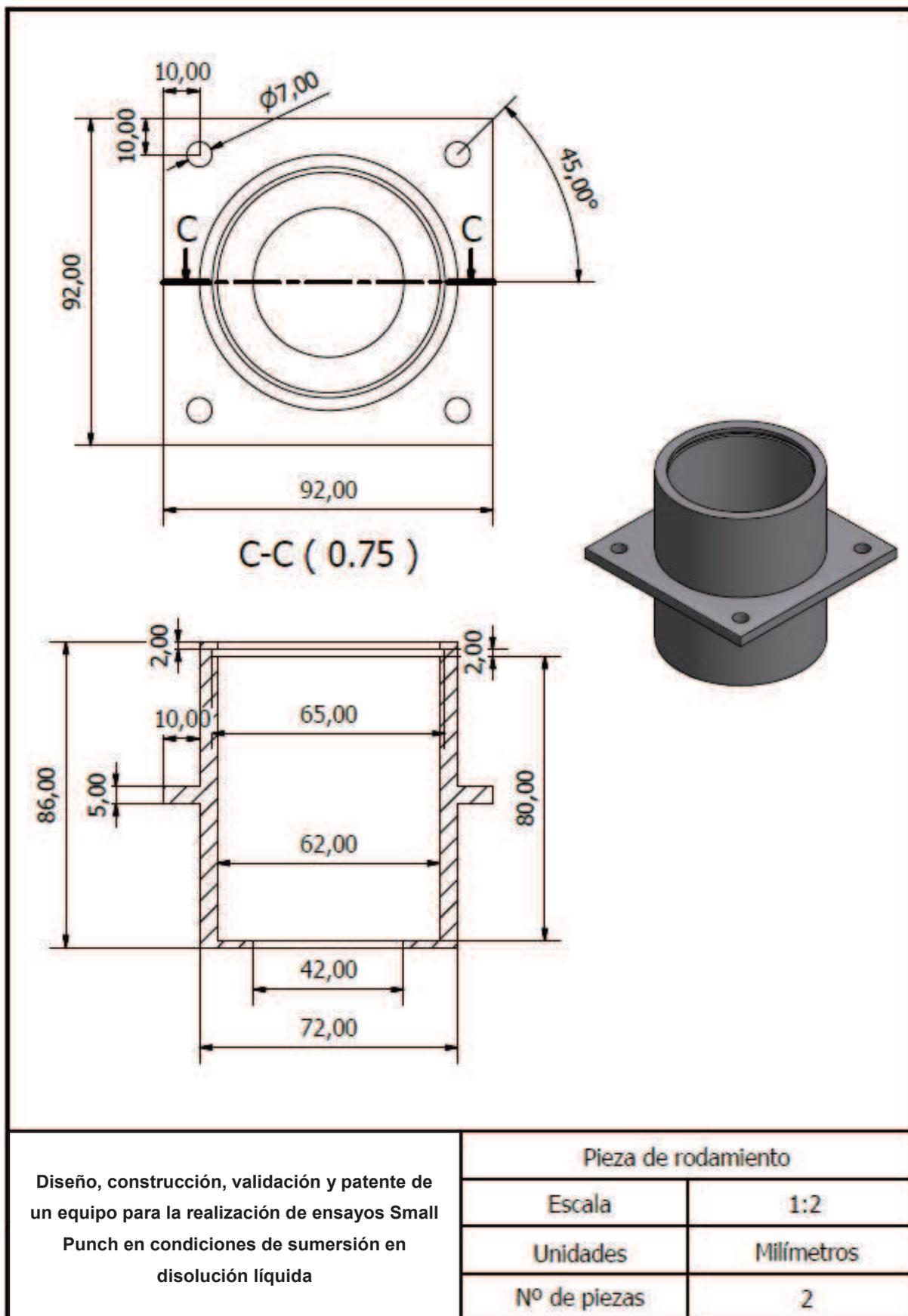


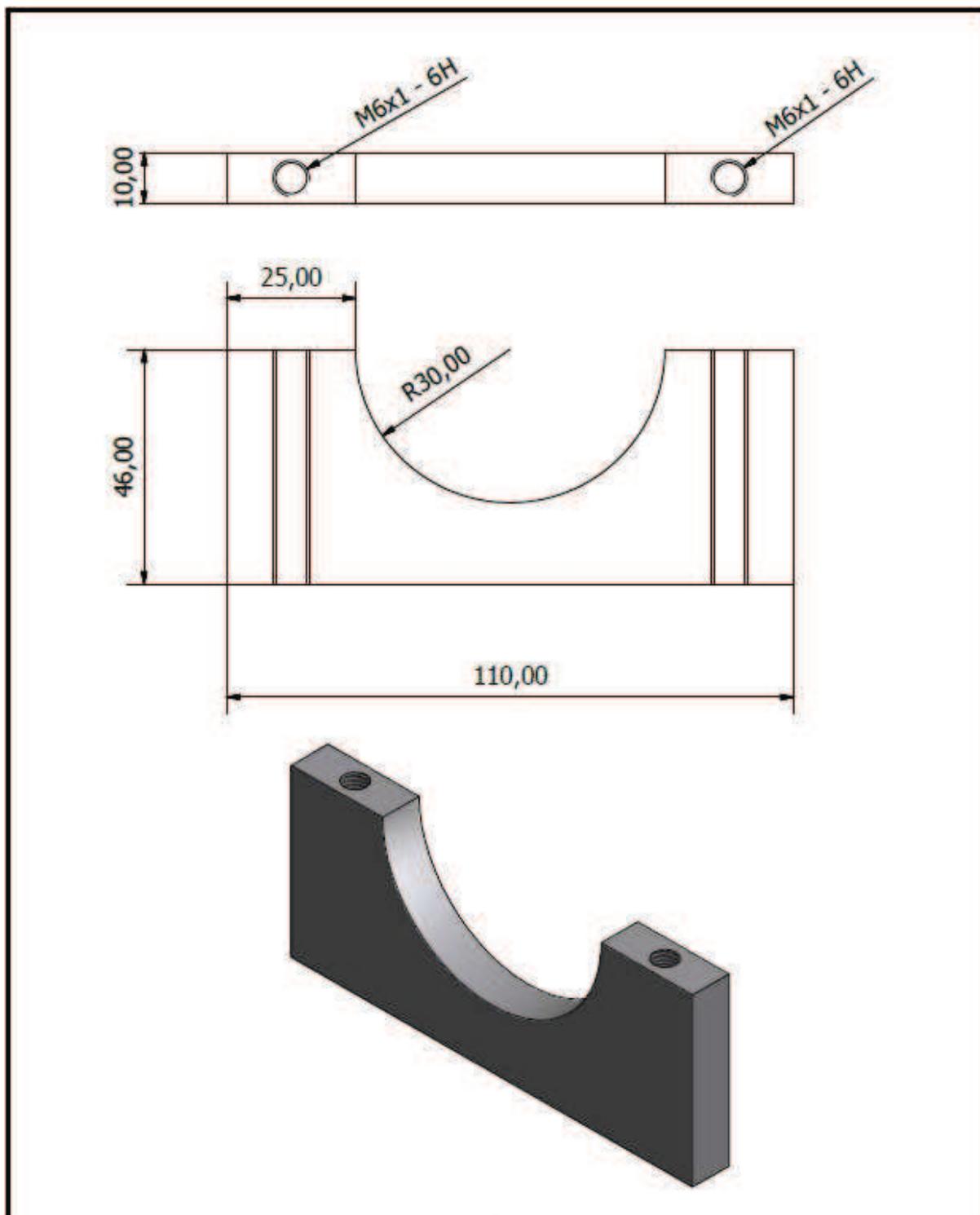
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Pieza 3 | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 2 |



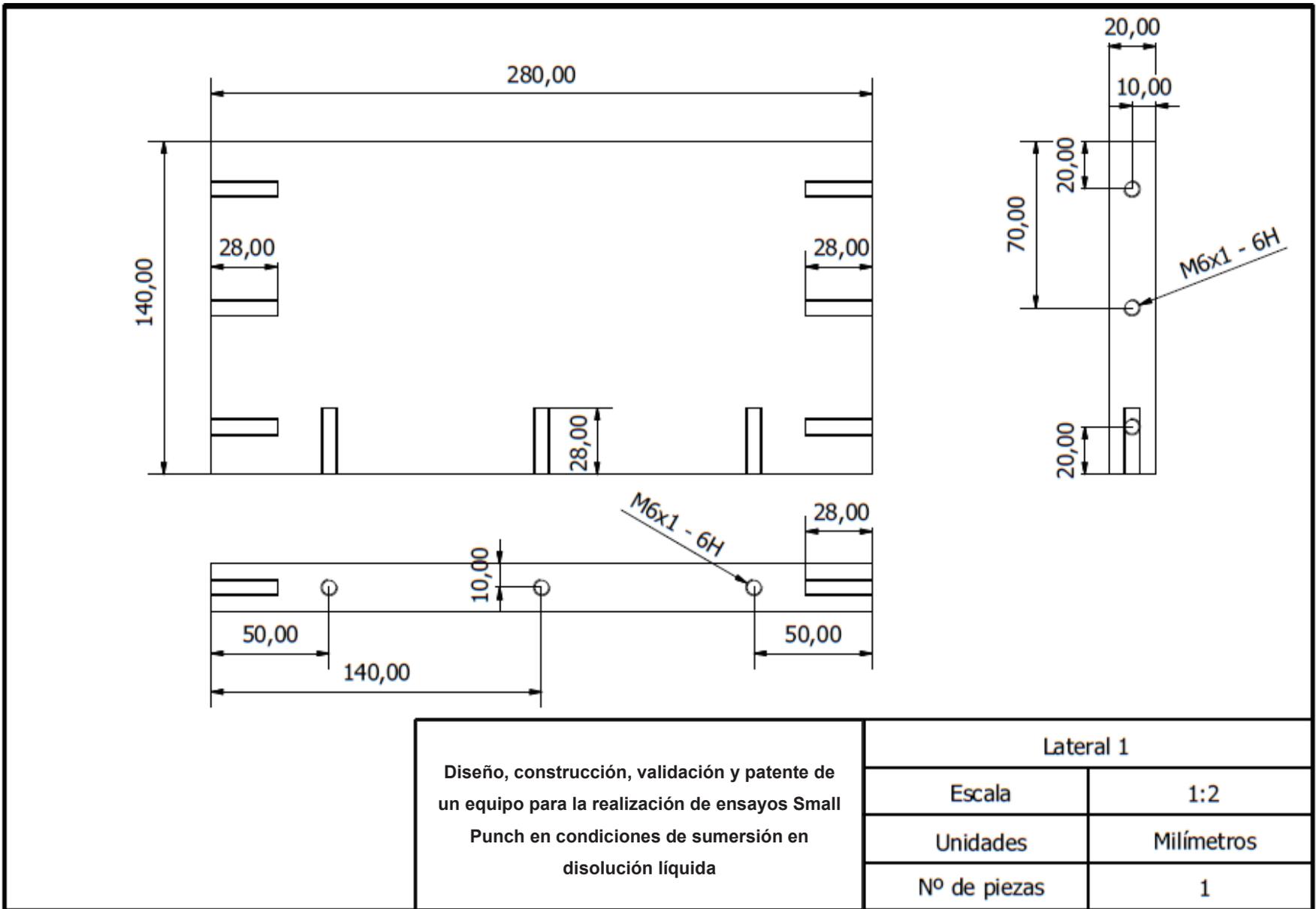
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Pieza 4 | |
| | Escala | 2:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 4 |

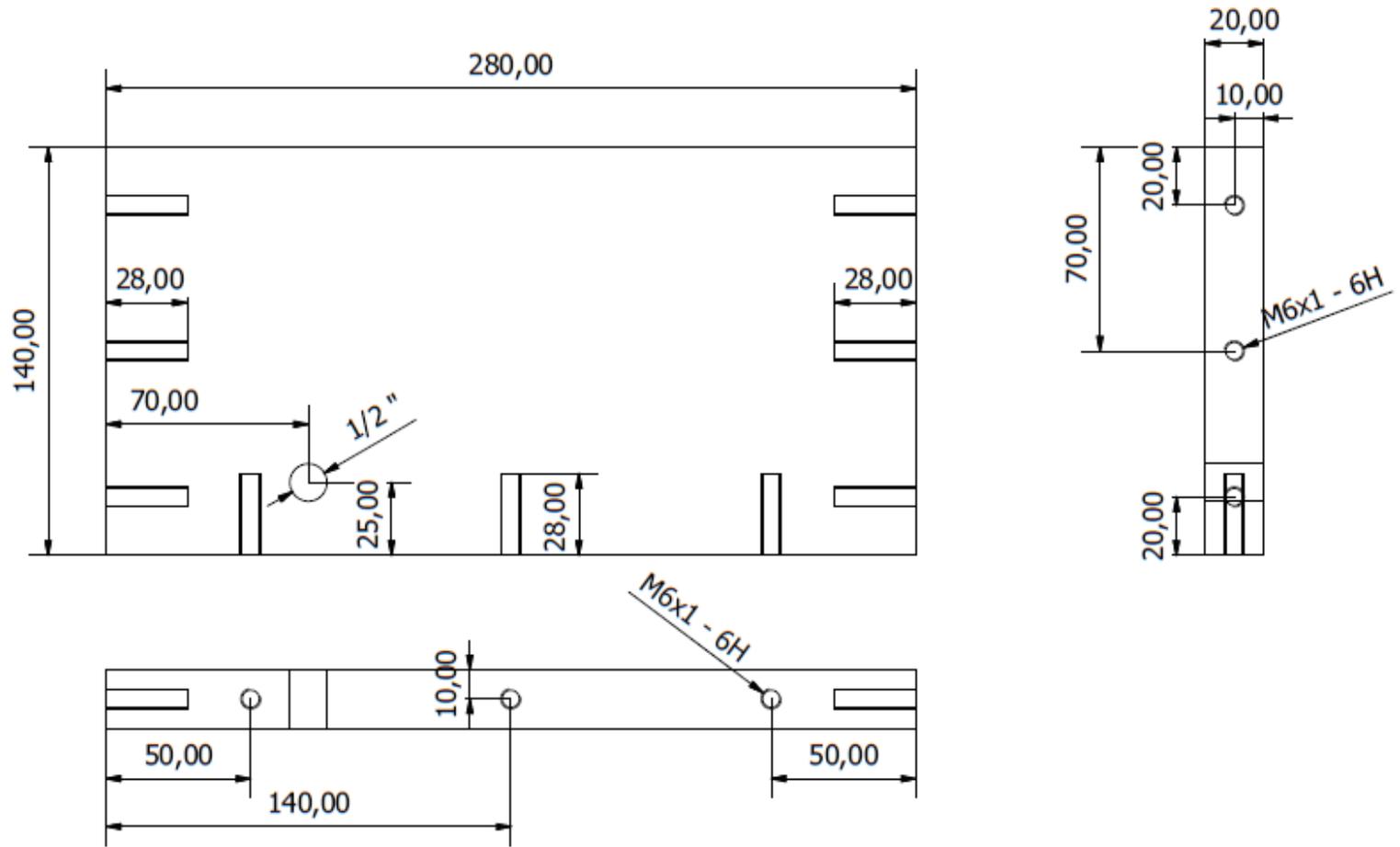




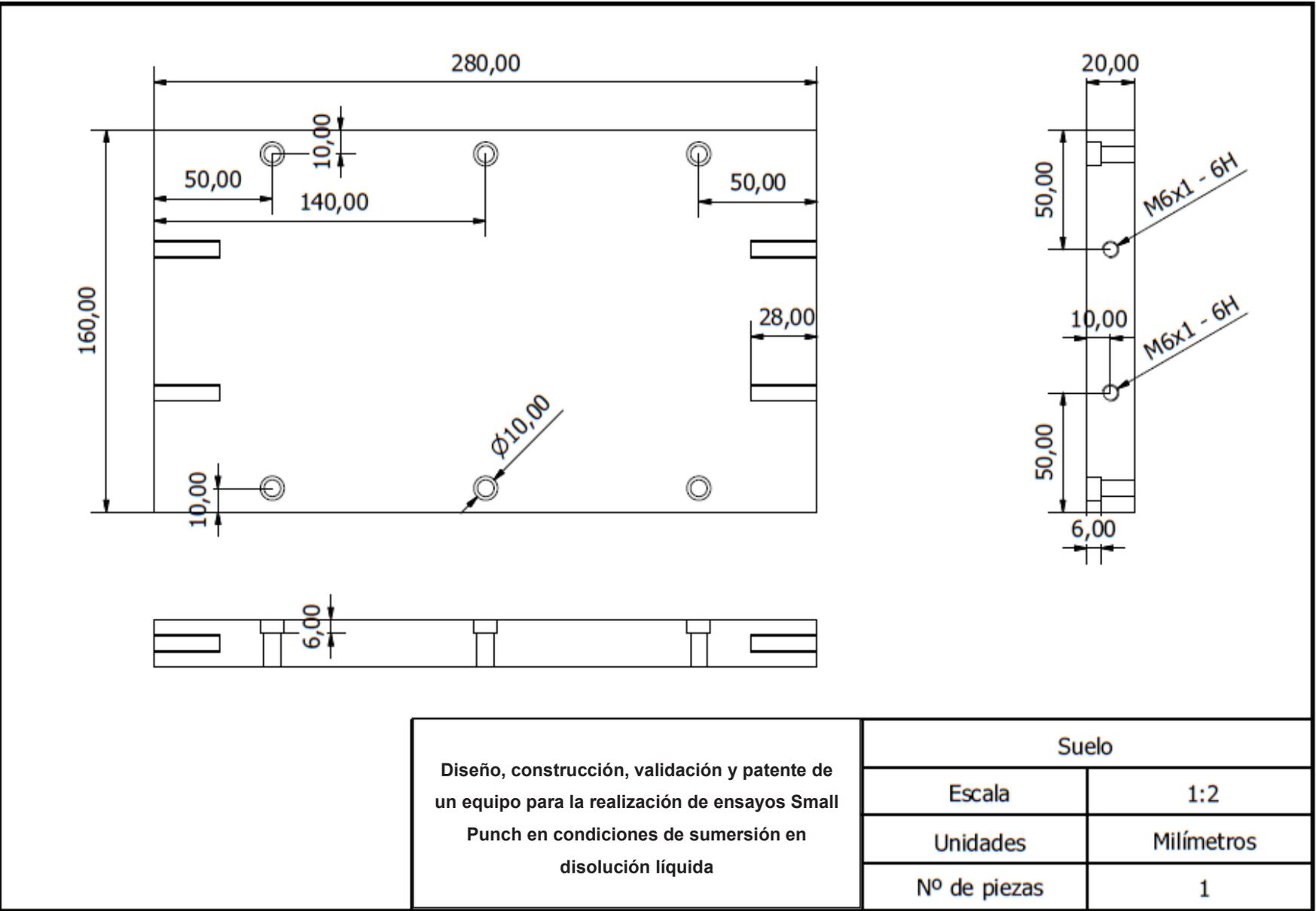


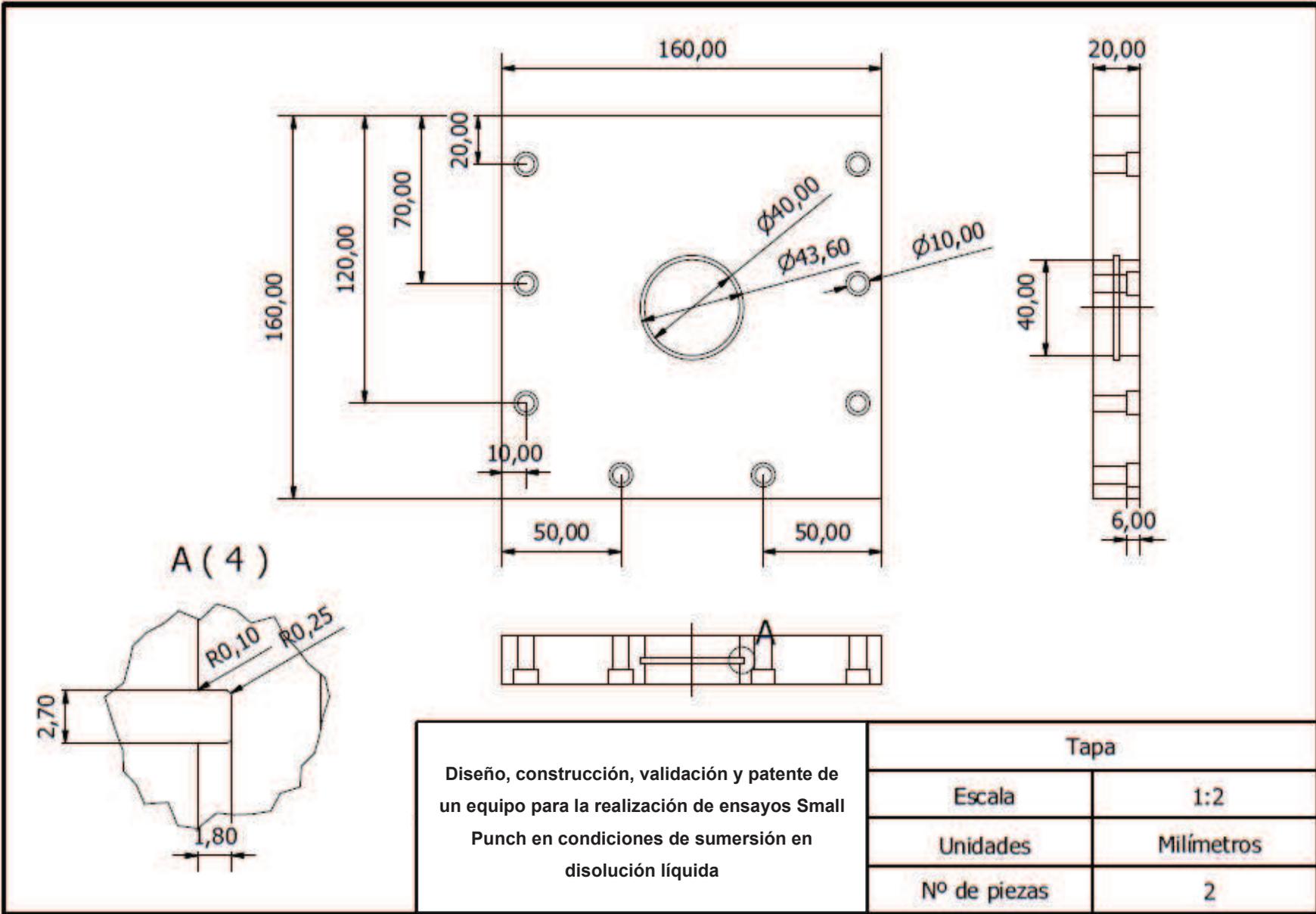
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Sujeción | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 4 |

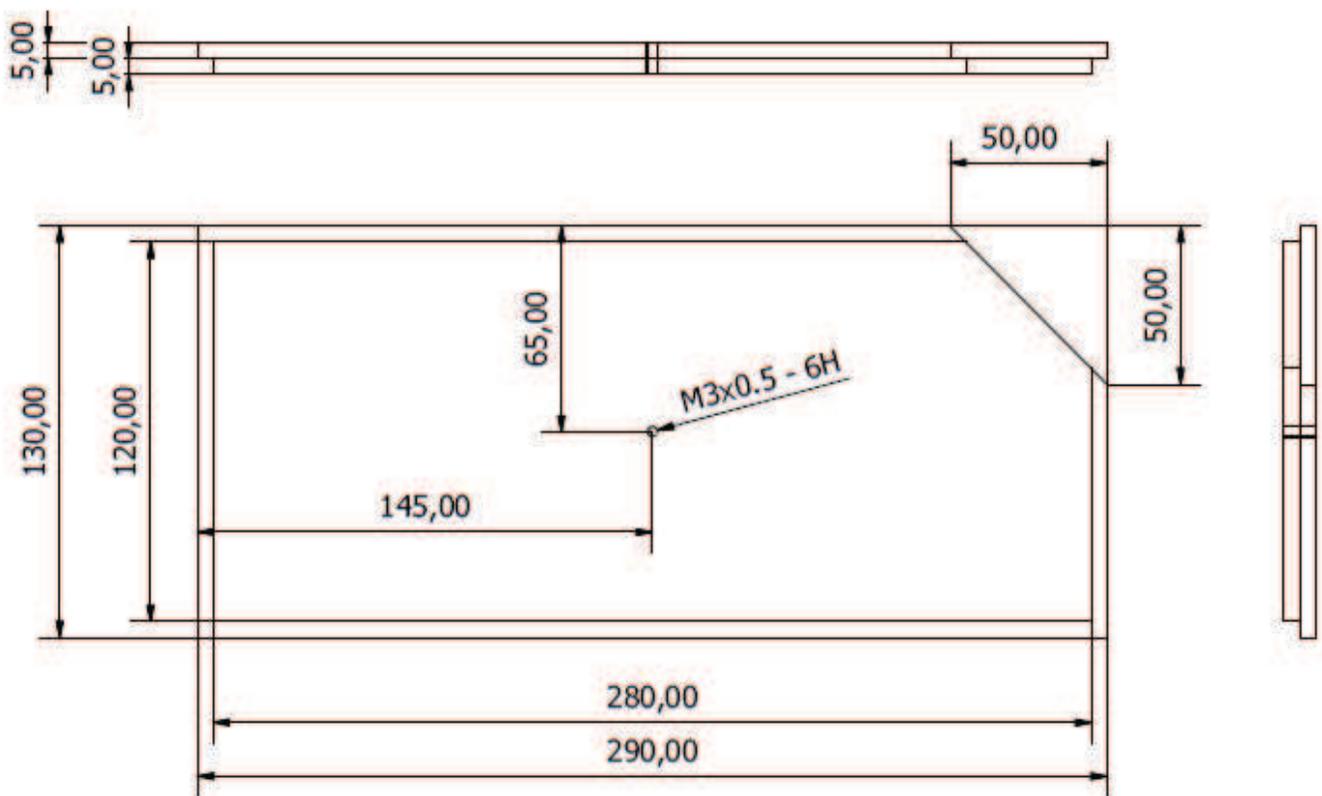




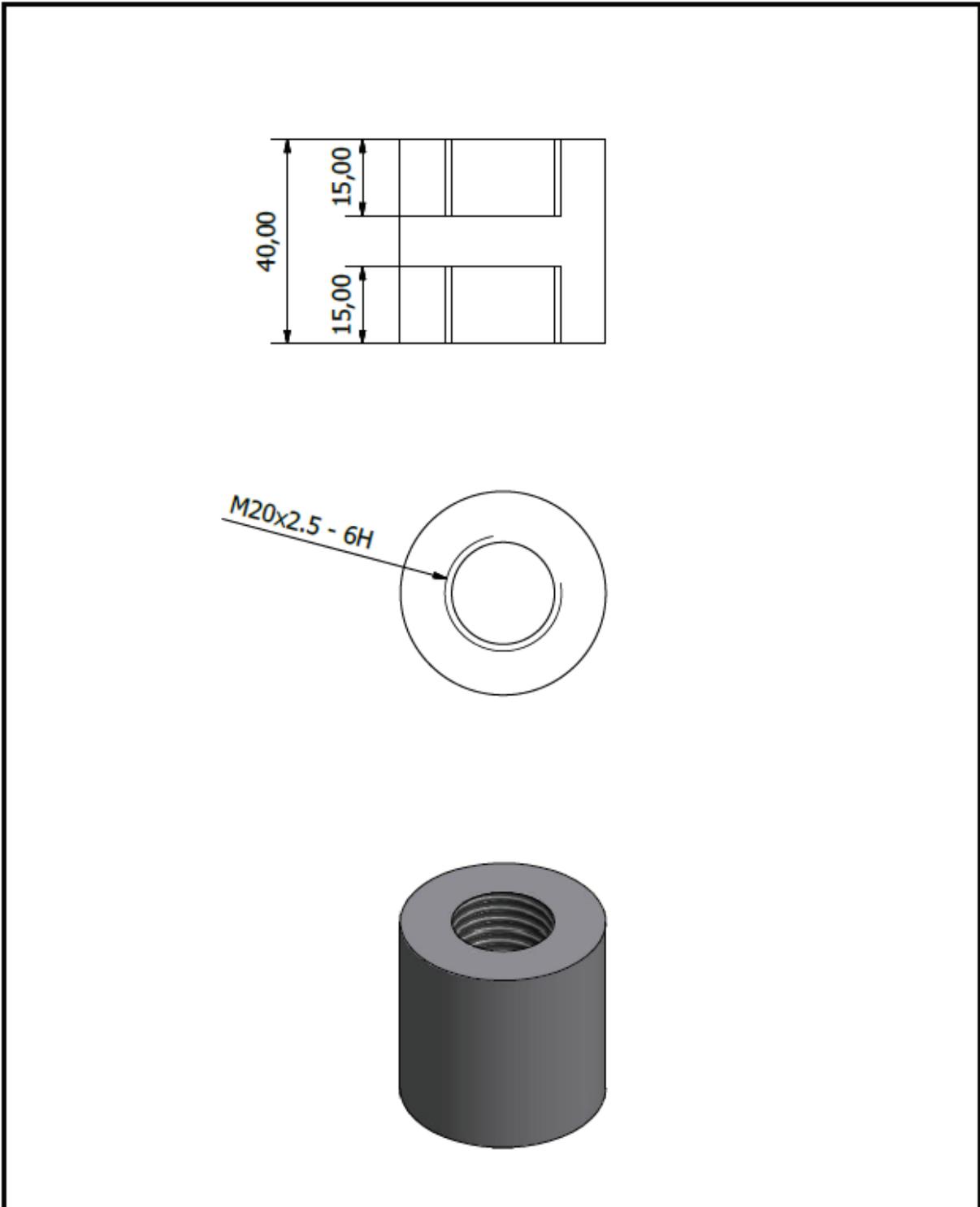
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Lateral 2 | |
| | Escala | 1:2 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



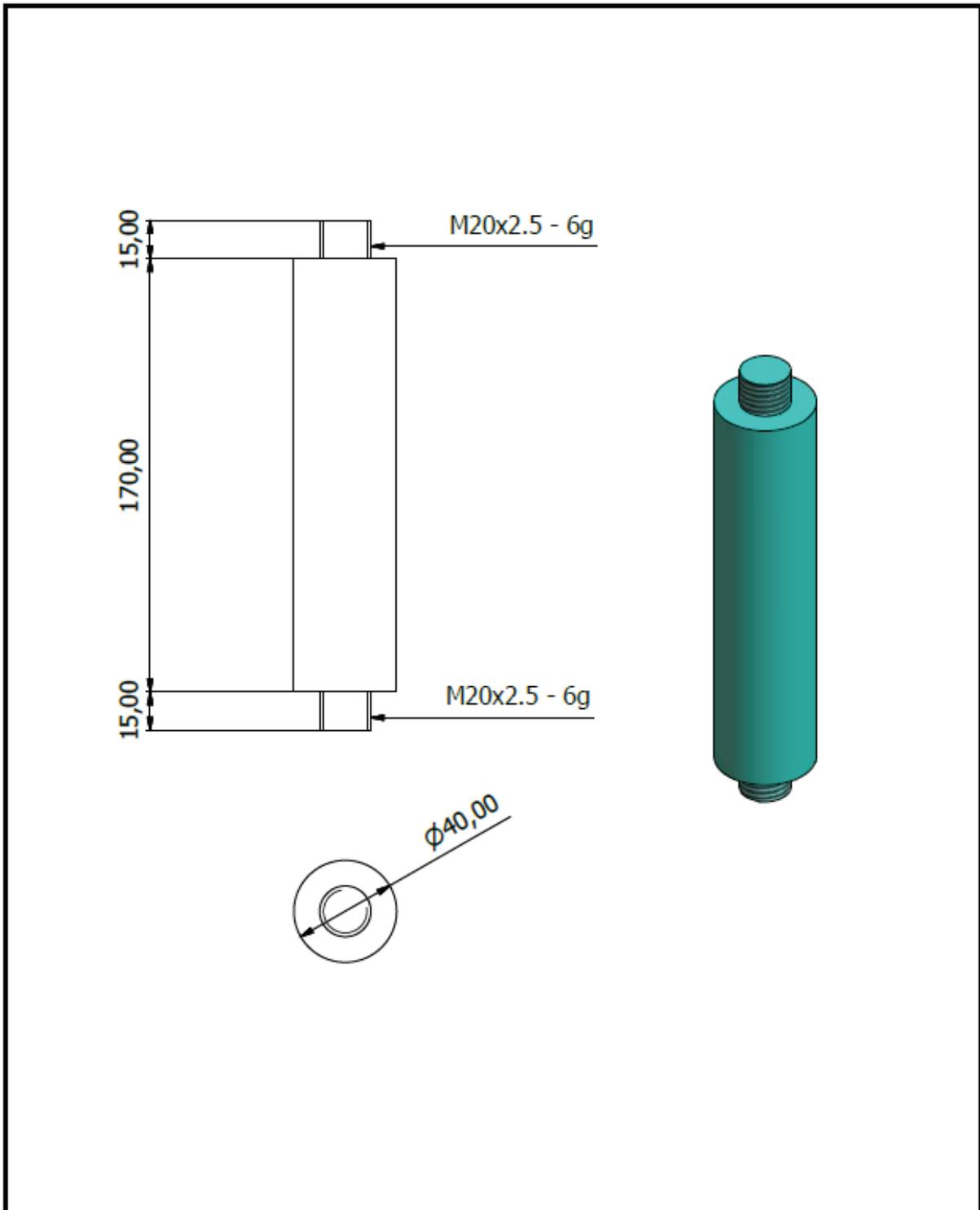




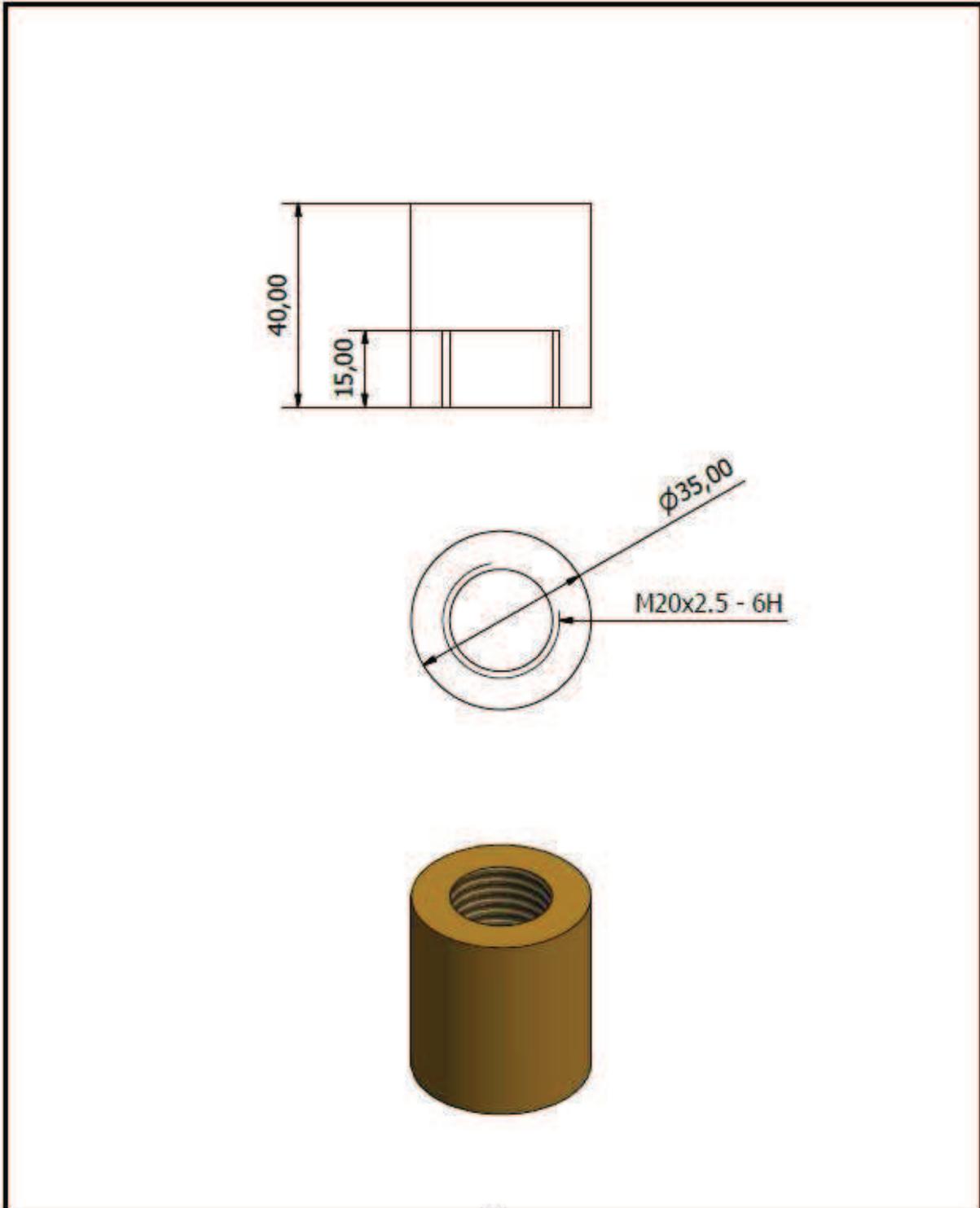
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Cubierta | |
| | Escala | 1:2 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



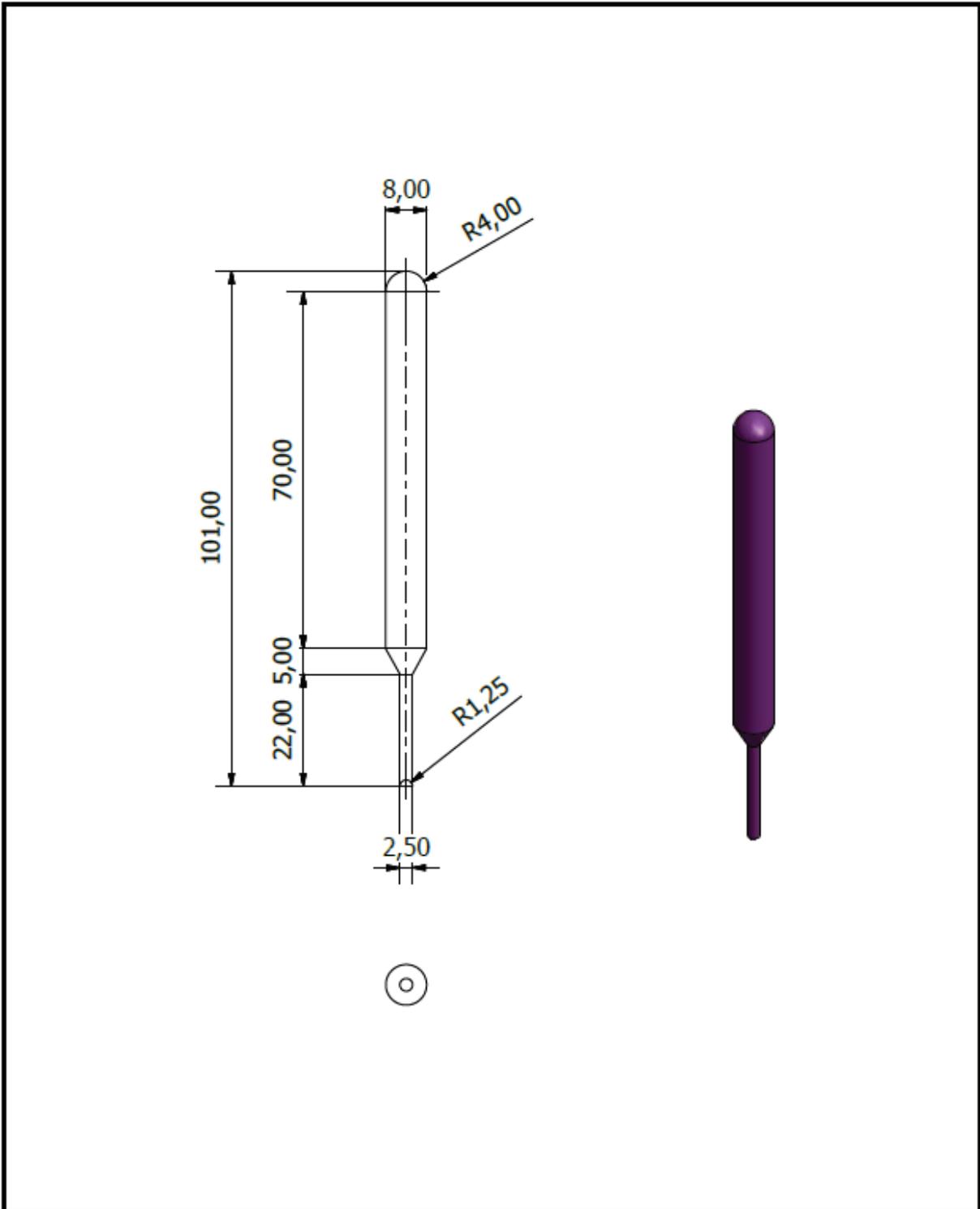
| | | |
|--|----------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Pieza aislante | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 2 |



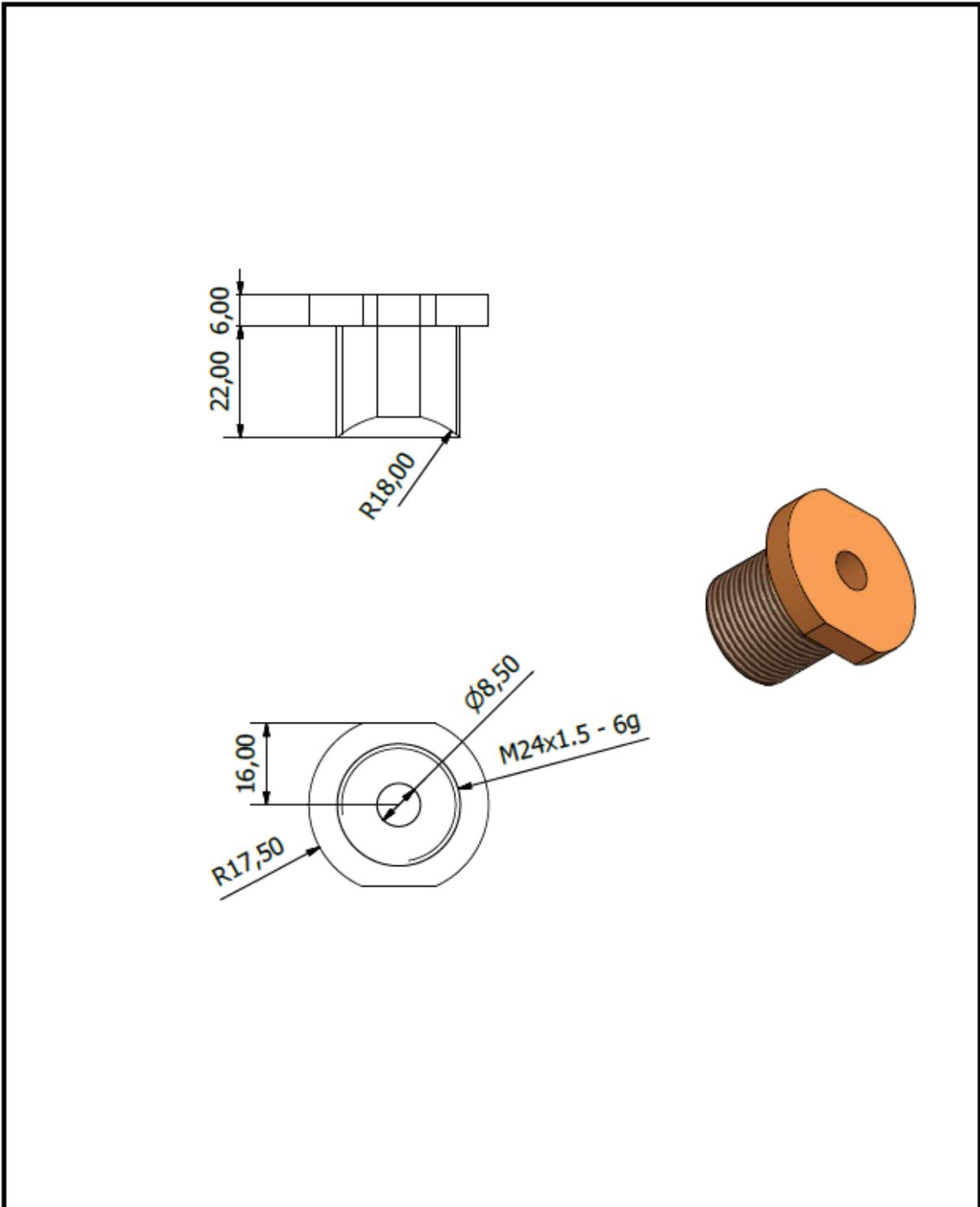
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Pasador | |
| | Escala | 1:2 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 2 |



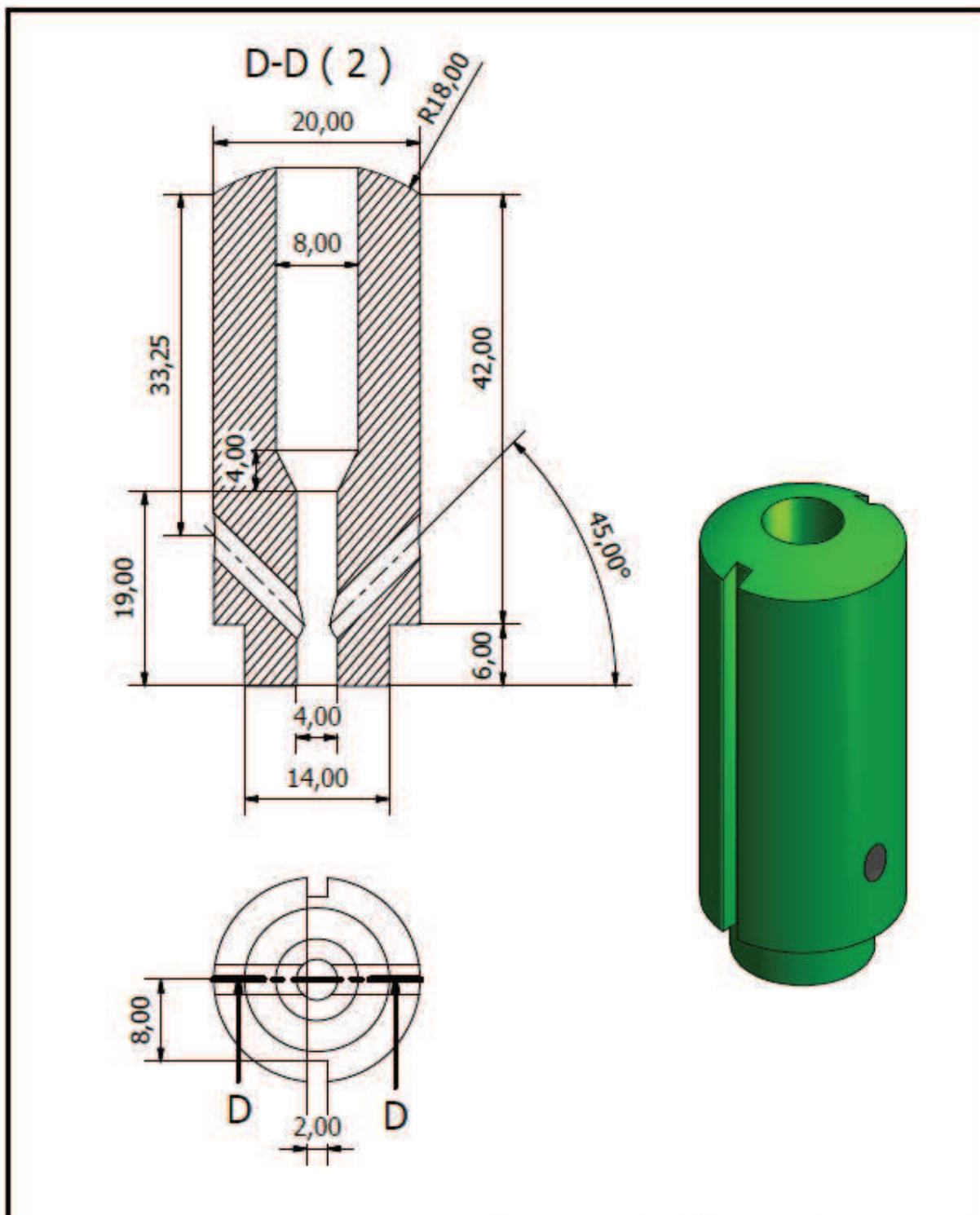
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Presionador | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



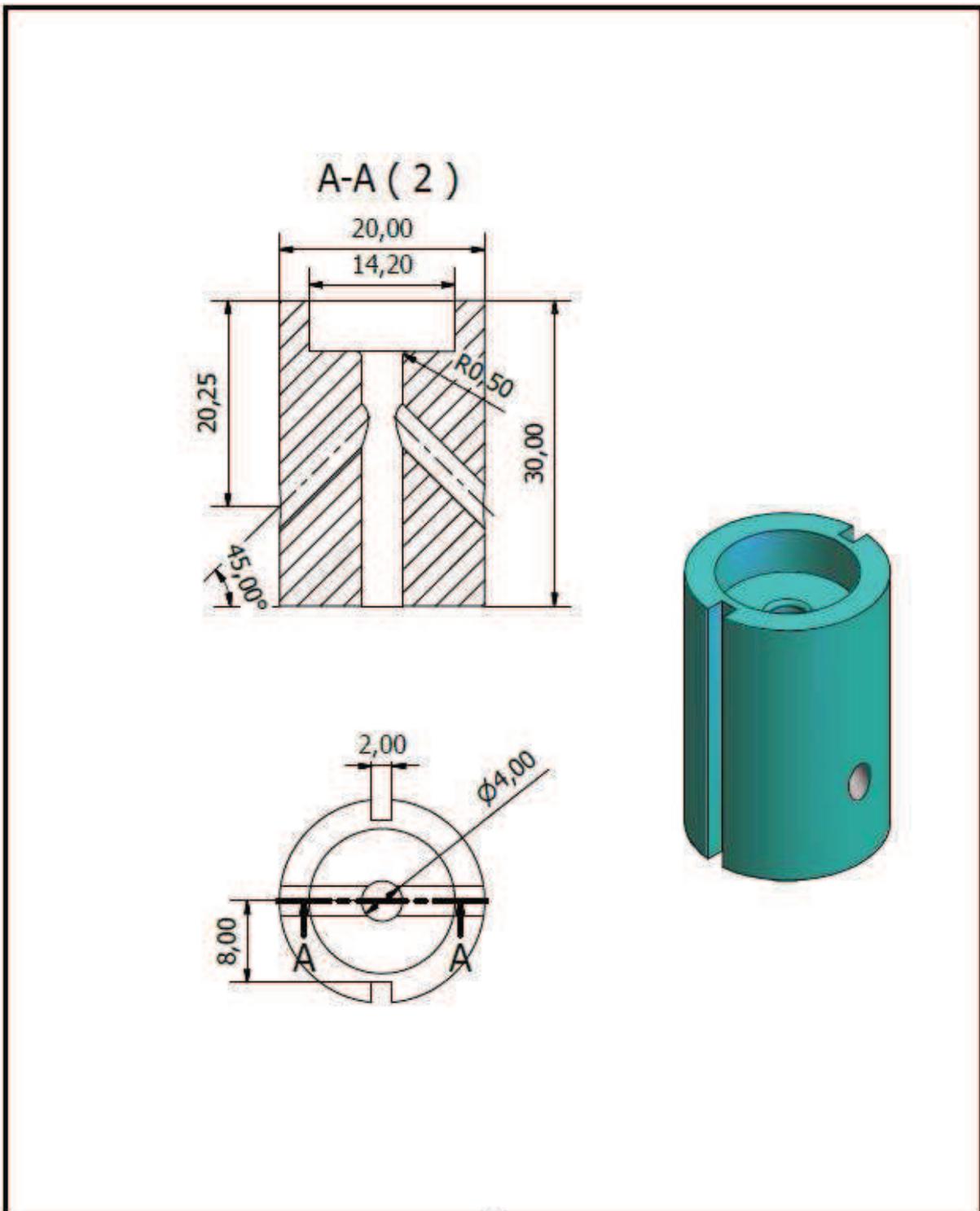
| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Punzón | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Rosca | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



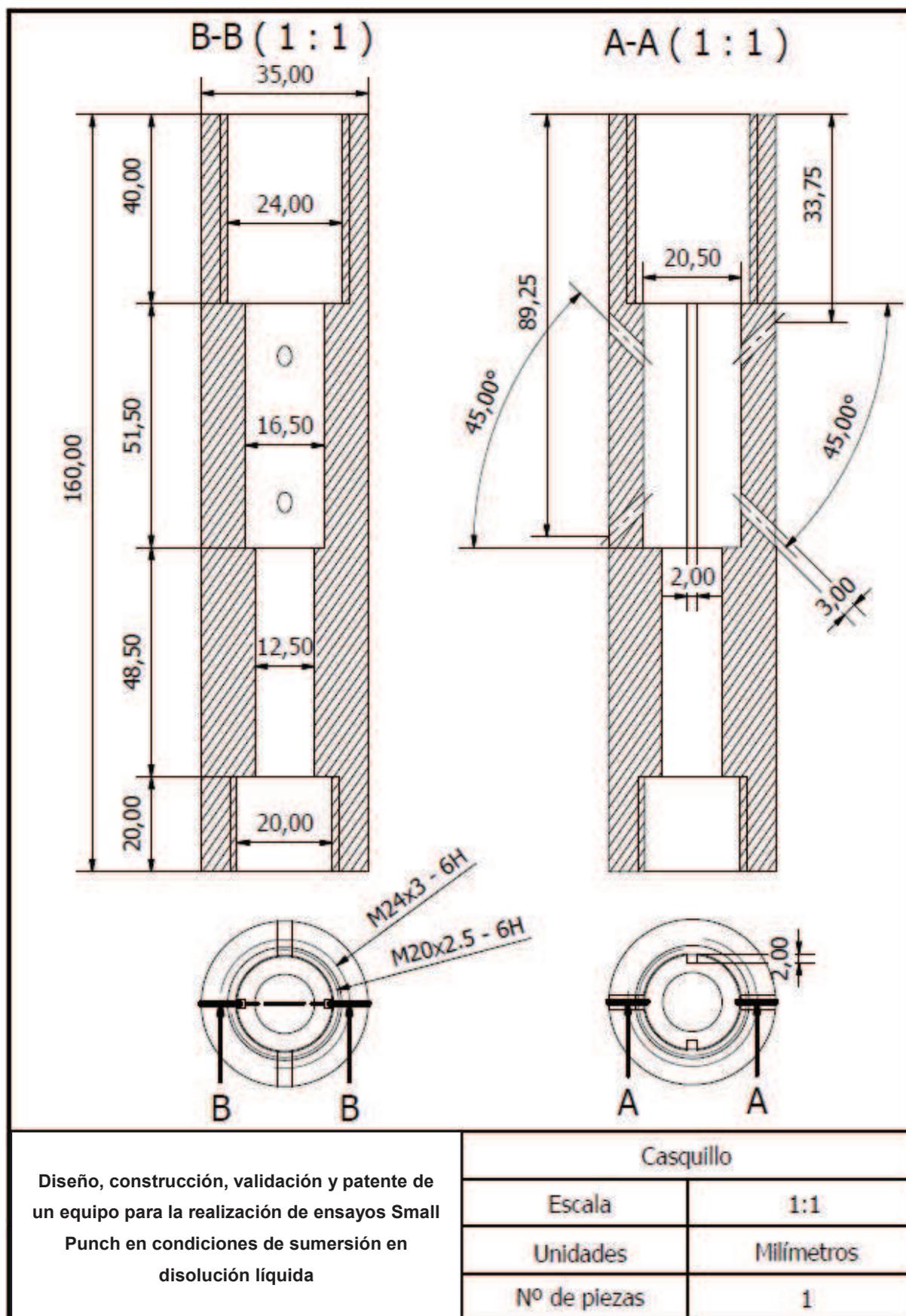
| | | |
|--|-----------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Matriz superior | |
| | Escala | 2:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



| | | |
|--|-----------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Matriz inferior | |
| | Escala | 2:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



| | | |
|--|--------------|------------|
| Diseño, construcción, validación y patente de un equipo para la realización de ensayos Small Punch en condiciones de sumersión en disolución líquida | Casquillo | |
| | Escala | 1:1 |
| | Unidades | Milímetros |
| | Nº de piezas | 1 |



ANEXO 3:
NOTIFICACIÓN DE CONCESIÓN
Y PATENTE NACIONAL CON EXAMEN PREVIO



UNIVERSIDAD DE CANTABRIA
Pabellón de Gobierno, Avda. de los Castros s/n
39005 Santander
Cantabria



Madrid, a 6 de agosto de 2015

Concesión con Examen Previo de la solicitud de Patente Nacional 201400788

Conforme al artículo 39 de la Ley 11/1986 de Patentes, se le notifica que una vez realizado el Examen Previo de su solicitud de patente y:

- No habiendo objeciones por parte de esta Oficina, ni oposiciones de terceros,
- Subsanadas las objeciones señaladas por la Oficina,
- Alegadas adecuadamente y/o subsanadas las oposiciones de terceros,

ha sido acordada la Concesión de la patente solicitada.

Está previsto que dicha concesión sea publicada en el Boletín Oficial de la Propiedad Industrial (BOPI) de fecha 13/08/2015, que podrá consultarse en la web de la OEPM.

Contra el presente acto, que no pone fin a la vía administrativa, cabe interponer recurso de alzada ante la Dirección General de la OEPM, en el plazo de **un mes** a contar desde la fecha de publicación de la mención de la resolución en el BOPI.

Atentamente,

Fdo.: Ana Mª Navarro Farell
El/La Director/a del Departamento de Patentes e I.T.
P.D. Firma: El/La Jefe/a de Servicio de Examen de Patentes (Res. 05/09/2007)



Motivos de la resolución de la solicitud de Patente Nacional 201400788

Examinador: Beatriz Tejedor Miralles

Nº Publicación: ES2534613

RESOLUCIÓN

| | SI | NO | | SI | NO |
|--------------------------|--------------------------|-------------------------------------|----------|--------------------------|-------------------------------------|
| Hubo Objeciones | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> | Contestó | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Hubo Oposiciones | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> | Contestó | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Hubo Resolución Motivada | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> | Contestó | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |

Motivos de la Resolución:

No hubo objeciones ni oposiciones.

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 613**

21 Número de solicitud: 201400788

51 Int. Cl.:

G01N 17/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

07.10.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

24.04.2015

Fecha de la concesión:

06.08.2015

45 Fecha de publicación de la concesión:

13.08.2015

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD DE CANTABRIA (100.0%)
Pabellón de Gobierno, Avda. de los Castros s/n
39005 Santander (Cantabria) ES**

72 Inventor/es:

**ARROYO MARTÍNEZ , Borja y
ÁLVAREZ LASO , José Alberto**

54 Título: **Dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado en condiciones de sumersión en una solución líquida**

ES 2 534 613 B2

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 613**

21 Número de solicitud: 201400788

57 Resúmen:

Dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, con alineación de cargas y minimización de los rozamientos, que permite la caracterización mecánica de una probeta (25, 35) sumergida en un líquido y comprende:

- un dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61) que comprende a su vez: la probeta (25, 35) objeto de ensayo situada entre una matriz de opresión (27) y una matriz de apoyo (28); un punzón (26, 66) de cabeza semiesférica; la matriz de opresión (27) que presenta una abertura configurada para servir de guía al punzón (26, 66); la matriz de apoyo (28) que presenta una abertura configurada para permitir la deformación de la probeta (25, 35); y al menos un elemento de apriete;
- un sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) que comprende dos tramos (320, 321, 420, 421) configurados para transferir la fuerza generada por la máquina de ensayos a cada uno de los dos extremos del dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61);
- un recipiente (13, 43, 53, 63, 83) configurado para albergar en su interior un líquido en el que sumergir totalmente la probeta (25, 35), que comprende dos aberturas (60) en dos de sus laterales enfrentados configuradas para, durante el ensayo, situar el conjunto dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61) y sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) a lo largo del eje comprendido entre las dos aberturas (60);
- un soporte (14, 74) configurado para sustentar el dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61), el sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) y el recipiente (13, 43, 53, 63, 83).

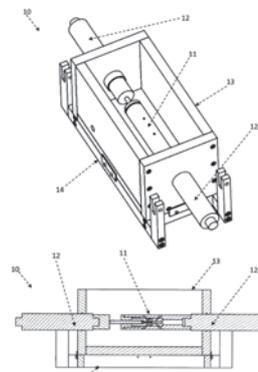


Figura 1

ES 2 534 613 B2

DESCRIPCIÓN

DISPOSITIVO PARA LA REALIZACIÓN DE UN ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO EN CONDICIONES DE SUMERSIÓN EN UNA SOLUCIÓN LÍQUIDA

5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención pertenece al campo de los dispositivos para la caracterización de las propiedades mecánicas de una muestra sumergida en un líquido y, más concretamente, al de los dispositivos para la caracterización de una muestra en
10 condiciones de corrosión bajo tensión y fragilización inducida por el ambiente.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En la actualidad, la caracterización de materiales en condiciones de sumersión en un líquido es una práctica de interés, independientemente del tipo de material y del área de
15 aplicación.

Concretamente, los metales son un elemento muy importante a nivel estructural, tanto en ámbitos industriales, energéticos, de edificación o de cualquier otro tipo de obra
20 civil. Dicha importancia es debido a sus numerosas cualidades que los hacen óptimos para la labor que desempeñan, ya sea por su resistencia, rigidez, dureza o tolerancia a las altas temperaturas. Sin embargo, a pesar de poseer excelentes cualidades, los metales son susceptibles a los llamados efectos de corrosión o degradación cuando se encuentran en contacto con determinados medios líquidos. Únicamente los metales
25 nobles, como el oro o el platino, están exentos de estos fenómenos, pero su utilización en obras civiles es inusual por su elevado coste e inferiores propiedades mecánicas que el resto de los metales.

Debido a esta variabilidad que sufren la mayoría de los materiales metálicos, es

recomendable controlar sus propiedades mecánicas durante su vida de servicio, mediante diversas técnicas e instrumentos que permitan caracterizar el material en condiciones de sumersión en un líquido de mayor o menor agresividad para el mismo.

5 Por ejemplo, en numerosas ocasiones se diseñan elementos industriales o estructurales, tales como tuberías, depósitos, pórticos de soporte, etc., los cuales se encuentran sumergidos o en contacto directo con líquidos o disoluciones de diversas índoles. Son abundantes los casos en que es necesario transportar, contener o tratar elementos líquidos tales como productos vinícolas, grasas animales, efluentes procedentes de la industria cárnica, aceites minerales y vegetales, leche, efluentes líquidos agrícolas, efluentes para estaciones de depuración, lechadas de mortero, etc.

15 Existen dispositivos para caracterizar materiales sumergidos en dichos líquidos orgánicos (leche, grasas, animales, productos vinícolas, residuos líquidos...) y estudiar su evolución con el paso del tiempo, previniendo así posibles fallos.

20 En otras innumerables ocasiones los materiales están en contacto con ambientes corrosivos, tal es el caso de aerogeneradores off-shore, plataformas petrolíferas, tuberías metálicas enterradas, instalaciones portuarias, industria naval, etc. En estos casos es de vital importancia conocer las propiedades de los materiales constituyentes de estas instalaciones frente al ambiente a que van a estar expuestos, y resulta de gran utilidad poder estudiar su evolución a lo largo del tiempo.

25 Los efectos de corrosión se pueden presentar de muy diversas maneras; no obstante es la corrosión bajo tensión (CBT) la forma de corrosión más peligrosa, ya que se suele presentar en elementos de cierta responsabilidad estructural. La CBT es un fenómeno por el cual un sólido, expuesto a la acción de ciertos medios corrosivos, se fractura a valores de tensión muy inferiores a los de diseño. Se presenta como resultado de la acción simultánea de tres factores:

- 30
- Material susceptible a la corrosión bajo tensión.

- Medio ambiente corrosivo para dicho material.
- Presencia de tensiones debidas a sollicitaciones mecánicas.

5 La CBT es frecuentemente paliada mediante la imposición de sistemas de protección frente a la misma, la técnica más empleada en los sectores energético e industrial es la conocida como protección catódica, mediante la cual se evita la pérdida de material por este fenómeno debido a una pasivación del metal a proteger. El sistema consiste en la interconexión de un ánodo de sacrificio, de un metal menos noble que el que se quiere preservar, y el componente en cuestión que actuará como cátodo, cerrándose el circuito gracias al fluido electrolítico en que se encuentran estos sumergidos. De este modo se genera un flujo de electrones entre cátodo y ánodo que producirá la pasivación anteriormente citada; generalmente, a modo de estabilización del proceso, se interpone una fuente externa de corriente en la conexión entre cátodo y ánodo, el rango de potenciales externos empleados oscila en torno a 1V, en aquellas situaciones en que la estructura o componente a proteger sea de grandes dimensiones (pe. una plataforma petrolífera) se colocarán varios ánodos de sacrificio y fuentes externas de potencial para conseguir un proceso homogéneo en toda ella.

20 Si bien los anteriores sistemas de protección son eficaces frente a la corrosión, generan en el metal a proteger problemas de fragilización por Hidrógeno, lo que implica una importante merma de la resistencia mecánica, este fenómeno se conoce como fragilización inducida por el ambiente (FIA), o más concretamente fragilización por Hidrógeno ("Hydrogen Embrittlement" - HE) para este caso concreto. El daño producido por este proceso no es detectable en inspecciones rutinarias y puede desencadenar mecanismos rápidos de fractura asociados y estrepitosos fallos de componentes y estructuras. Son numerosas las pérdidas ocasionadas como consecuencia de estos procesos, incluyendo rotura de tuberías de transmisión de gas de alta presión, explosión de calderas, destrucción de centrales eléctricas o refinerías de petróleo.

30 En vista de lo anterior, se hace necesario caracterizar el comportamiento de los

materiales cuando vayan a estar sometidos a cualquiera de las condiciones anteriores. Los ensayos realizados consisten en reproducir en laboratorio las condiciones que se experimentarán en servicio, exponiendo a la probeta de ensayo del material en cuestión al ambiente corrosivo, al mismo tiempo que es aplicada una protección frente a la corrosión determinada (o no según proceda). Existen diferentes tipos de ensayos para evaluar la resistencia a procesos de CBT y FIA de metales y aleaciones. Los ensayos se pueden dividir según la forma de aplicación de la carga, así como el tipo de probeta utilizada, existiendo una amplia variedad:

- 5
- 10
 - Ensayos de tracción uniaxial: el fundamento de esta tipología de ensayos consiste en someter una probeta a carga constante, deformación constante, o en situación de velocidad de deformación lenta.
 - Ensayos de flexión: consisten en doblar una probeta utilizando una platilla específica donde encaja la misma evitando que ésta recupere su deformación elástica.
 - 15
 - Ensayos con probetas en forma de “U”: las probetas en forma de “U” son generalmente barras rectangulares que son dobladas 180 grados con un radio de giro predeterminado que permanece deformado de manera constante durante el ensayo de corrosión.
 - 20
 - Ensayos con probetas en forma de “C”: las probetas en forma de “C” son un tipo de probetas muy versátiles para determinar la susceptibilidad al agrietamiento de varios tipos de aleaciones en una amplia variedad de formas. Las probetas en forma de “C” incrementan su tensión hasta un determinado valor, para una posterior aplicación tanto de una carga constante como de una deformación constante.
 - 25

Todos estos ensayos están normalizados según la norma estandarizada ISO-7539 (*UNE-EN ISO 7539. Corrosión de metales y aleaciones. Ensayos de corrosión bajo tensión*).

30 En la actualidad existen muchos dispositivos para la realización de ensayos de CBT

(anillos de prueba de carga, máquinas de ensayos de velocidad de deformación lenta, máquina de tracción lenta con eje horizontal...); sin embargo, todos estos dispositivos requieren la utilización de probetas de acuerdo a las diversas normativas, cuyo tamaño se cifra a partir de algunos centímetros en cualquiera de sus dimensiones. Esta limitación en el tamaño de las probetas supone un inconveniente ya que, limita y en ocasiones impide la toma de muestras de componentes estructurales en servicio, y por consiguiente su caracterización mecánica durante esta fase. Los programas de vigilancia en estos casos se limitan a las previsiones en la fase de diseño y la sustitución de los componentes periódicamente (con las consiguientes implicaciones económicas), o ya bien la reparación de urgencia cuando una evolución distinta a la esperada haya producido un fallo catastrófico antes de tiempo en algún componente (con implicaciones económicas aún de mayor importancia que las anteriores, y en ocasiones también humanas).

Por otro lado, para paliar aquellas situaciones de escasez de material, surgen las técnicas de caracterización mediante ensayos miniatura, los cuales como su nombre indica requieren cantidades mucho menores que los ensayos convencionales. El ensayo *Small Punch* es una de las técnicas miniatura más populares, que goza de grandes cotas de desarrollo durante la última década. Es un ensayo mecánico realizado sobre una muestra de material plana de pocos milímetros y décimas de milímetro de espesor, que consiste en la aplicación de una carga mecánica en una de sus superficies, mediante un punzón de cabeza semiesférica. Como resultado de este ensayo se obtiene un registro de las variables fuerza y desplazamiento del punzón (o de la cara inferior de la probeta dependiendo del método de medida), temperatura, tiempo, etc., que con la correcta metodología analítica permite estimar propiedades mecánicas de la muestra de ensayo tales como el límite elástico, la resistencia a tracción o las propiedades en fractura o en fluencia.

Se trata de una metodología de alto interés para los siguientes aspectos:

- Caracterización mecánica de componentes en servicio, ya que generalmente la

extracción de muestras *Small Punch* no supone riesgo alguno para la estructura o componente objeto de estudio o control.

- Evaluación de propiedades de materiales irradiados o peligrosos, puesto que cuanto menor volumen presenta la muestra, menor es la dosis dañina recibida, y más sencilla resulta su manipulación.
- Obtención de resultados adicionales de probetas ya ensayadas por métodos convencionales, puesto que es posible re-mecanizar probetas *Small Punch* a partir de sus zonas no dañadas y reensayar el material.
- Caracterización de capas de recubrimiento, gracias al reducido espesor de las muestras.
- Determinación de las propiedades de zonas muy localizadas, como por ejemplo las diferentes regiones de una unión soldada, que de otro modo no sería posible.
- En general, caracterización de materiales en cualquier escenario de escasez donde no exista disponibilidad para fabricar probetas convencionales.

El dispositivo experimental empleado para la realización de ensayos *Small Punch*, tal y como define el código de buenas prácticas con recomendaciones para la realización de los ensayos (*CWA 15627:2007. Small Punch Test Method for Metallic Materials. European Committee for Standardization, 2007*), debe estar constituido por los siguientes elementos (*Manahan, M.P., Argon, A. S. y Harling, O. K. "The Development of a Miniaturized Disk Bend Test for the Determination of Postirradiation Mechanical Properties". Journal of Nuclear Materials 103-104. 1981, págs. 1545-1550*), comprende:

- Una matriz rígida de apoyo de la probeta, perforada en su parte central para permitir la deformación de la misma.
- Una matriz rígida que oprime la muestra, empotrándola en todo su contorno, y que también se encuentra perforada en su parte central para permitir el paso del punzón que va a presionar la probeta.
- Un punzón de cabeza semiesférica, encargado de ejercer presión sobre la probeta.

La secuencia a seguir para realizar un ensayo *Small Punch* es la siguiente:

- 5 - Colocación de la muestra en la matriz de apoyo: para garantizar que esté correctamente emplazada, la matriz de apoyo dispone de un rebaje en el cual la probeta encaja y queda fijada, con el fin de facilitar el proceso.
- Colocación de la matriz opresora sobre la muestra, de tal forma que se garantice el correcto empotramiento de la muestra en todo su contorno.
- Acoplamiento del utillaje a una máquina universal de ensayos mecánicos, o a una máquina especialmente condicionada para este fin.
- 10 - Introducción del punzón en la probeta.
- Finalización del ensayo. El ensayo finaliza con la rotura de la probeta o cuando se alcance un descenso correspondiente al 20% de la carga máxima ejercida.

15 Como se ha comentado anteriormente, el ensayo *Small Punch* es muy útil para caracterizar materiales cuando no existe disponibilidad para fabricar probetas convencionales, como es el caso de materiales en servicio. Sin embargo, en la actualidad no existe ningún dispositivo que permita llevar a cabo el ensayo *Small Punch* sobre material sumergido en un líquido, por lo que para caracterizar un material bajo estas condiciones, lo cual es requerido para predecir su comportamiento en 20 situaciones de CBT o FIA, es necesario recurrir a los ensayos convencionales existentes para tales fines, con las implicaciones de dimensiones de muestra que ello conlleva.

25 **RESUMEN DE LA INVENCION**

La presente invención trata de resolver los inconvenientes mencionados anteriormente mediante un dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, con alineación de cargas y minimización de los rozamientos, que permite caracterizar una probeta sumergida en un líquido.

30 Concretamente, en un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un

dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, con alineación de cargas y minimización de los rozamientos, configurado para acoplarse a una máquina de ensayos configurada a su vez para ejercer una fuerza sobre el dispositivo.

5 El dispositivo permite la caracterización mecánica de una probeta sumergida en un líquido y comprende:

- un dispositivo de ensayo que comprende a su vez: la probeta objeto de ensayo situada entre una matriz de opresión y una matriz de apoyo; un punzón de cabeza semiesférica
10 configurado para transmitir la fuerza del ensayo sobre la probeta; la matriz de opresión que presenta, en el sentido de la fuerza, una abertura configurada para servir de guía al punzón y que éste entre en contacto con la probeta; la matriz de apoyo que presenta, en el sentido de la fuerza y alineada con la abertura de la matriz de opresión, una abertura configurada para permitir la deformación de la probeta en el lado opuesto en donde se
15 encuentra el punzón; y al menos un elemento de apriete configurado para, junto con las matrices, oprimir e inmovilizar la probeta en todo su contorno; siendo el punzón, la matriz de opresión y la matriz de apoyo de un material rígido considerando la fuerza a la que están sometidos;

20 - un sistema transmisor de esfuerzos que comprende dos tramos configurados para transferir la fuerza generada por la máquina de ensayos a cada uno de los dos extremos del dispositivo de ensayo, de tal forma que cada extremo del dispositivo de ensayo está en contacto con un tramo diferente;

25 - un recipiente configurado para albergar en su interior un líquido en el que sumergir totalmente la probeta, que comprende dos aberturas en dos de sus laterales enfrentados configuradas para, durante el ensayo, situar el conjunto dispositivo de ensayo y sistema transmisor de esfuerzos a lo largo del eje comprendido entre las dos aberturas, de tal forma que una parte de cada tramo comprendido en el sistema transmisor de esfuerzos
30 permanece fuera del recipiente, y el dispositivo de ensayo y la parte restante de cada tramo permanecen en el interior de dicho recipiente;

- un soporte configurado para sustentar el dispositivo de ensayo, el sistema transmisor de esfuerzos y el recipiente, de tal forma que se consigue una alineación de cargas y una colocación idéntica en todos los ensayos.

5 En una posible realización, el dispositivo está configurado para realizar el ensayo de miniatura en condiciones de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno, y comprende un circuito eléctrico formado por un primer cable metálico correctamente aislado conectado al punzón y a una fuente eléctrica y por un segundo cable metálico aislado conectado a dicha fuente eléctrica y a un electrodo sumergido en el líquido,
10 siendo dicho líquido corrosivo, ácido o agresivo según corresponda, y donde cada tramo comprendido en el sistema transmisor de esfuerzos comprende a su vez en el extremo en contacto con el dispositivo de ensayo, una pieza aislante tal que durante el ensayo cada pieza aislante se sitúa parte en el interior del recipiente y parte en el exterior del recipiente, confinando la corriente eléctrica en el interior del dispositivo de
15 ensayo.

En una posible realización, el dispositivo comprende dos elementos de apriete, de tal forma que uno de los elementos de apriete se encuentra situado adyacente a la matriz de opresión, y el elemento de apriete restante envuelve el exterior de las matrices, donde el
20 elemento de apriete adyacente a la matriz de opresión presenta una abertura, configurada para permitir el paso del punzón, en el sentido de la fuerza generada por la máquina de ensayos, estando dicha abertura alineada con la abertura que presenta la matriz de opresión, y donde el elemento de apriete que envuelve el exterior de las matrices presenta un mayor espesor en la cara interior del extremo opuesto por donde
25 penetra el elemento de apriete adyacente a la matriz de opresión. Alternativamente, el dispositivo comprende dos elementos de apriete con un sistema de enganche entre ellos, de tal forma que uno de los elementos de apriete se encuentra situado adyacente a la matriz de opresión y el elemento de apriete restante se encuentra situado adyacente a la matriz de apoyo, y donde el elemento de apriete adyacente a la matriz
30 de opresión presenta una abertura en el sentido de la fuerza generada por la máquina

de ensayos, estando dicha abertura alineada con la abertura que presenta la matriz de opresión.

5 En una posible realización, el al menos un elemento de apriete, la matriz de opresión y la matriz de apoyo, presentan una pluralidad de agujeros configurados para facilitar la inundación de la probeta.

10 En una posible realización, el soporte es modular y comprende: cuatro barras unidas formando un paralelogramo y configuradas para permitir el anclaje del recipiente al soporte; y cuatro barras perpendiculares a las anteriores situadas en los vértices del paralelogramo, y configuradas para permitir el anclaje del dispositivo a la máquina de ensayos.

15 En una posible realización, el recipiente es modular y comprende una placa base en forma de paralelogramo y cuatro placas laterales, estando dichas cinco placas unidas de tal forma que aseguran la estanqueidad del recipiente en cinco de sus direcciones espaciales. Alternativamente, el recipiente es modular y comprende una placa base en forma de paralelogramo, cuatro placas laterales y una placa superior, estando estas seis placas unidas de tal forma que aseguran la estanqueidad del recipiente, y donde
20 el recipiente comprende además en al menos una de sus seis placas, un orificio con una tapa estanca destinada al llenado del recipiente.

25 En una posible realización, las aberturas del recipiente comprenden un elemento polímero con forma de toroide configurado para permitir que el sistema transmisor de esfuerzos se deslice correctamente sin que se produzcan esfuerzos y para evitar la pérdida del líquido del interior del recipiente.

30 En una posible realización, uno de los laterales del recipiente presenta una abertura donde se acopla un grifo tal que permite vaciar el contenido de dicho recipiente y facilitar la manipulación del dispositivo de ensayo.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

5 Con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, y para complementar esta descripción, se acompaña como parte integrante de la misma, un juego de dibujos, cuyo carácter es ilustrativo y no limitativo. En estos dibujos:

10 La figura 1 muestra un esquema del dispositivo de la invención, de acuerdo con una realización de la invención, que comprende un dispositivo de ensayo, un sistema transmisor de esfuerzos, un recipiente y un soporte.

15 La figura 2 muestra un esquema del dispositivo de ensayo, de acuerdo con una realización de la invención.

La figura 3 muestra un esquema del dispositivo de ensayo y del sistema transmisor de esfuerzos, de acuerdo con una realización de la invención.

20 La figura 4 muestra un esquema del dispositivo de ensayo, del sistema transmisor de esfuerzos y del recipiente, de acuerdo con una realización de la invención

La figura 5 muestra un esquema del recipiente, de acuerdo con una realización de la invención.

25 La figura 6 muestra un esquema del dispositivo de la invención en condiciones de corrosión bajo tensión, de acuerdo con una realización de la invención.

La figura 7 muestra un esquema del soporte, de acuerdo con una realización de la invención.

30 La figura 8 muestra un esquema del soporte, de las piezas de fijación y del recipiente, de acuerdo con una realización de la invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

5 En este texto, el término “comprende” y sus variantes no deben entenderse en un sentido excluyente, es decir, estos términos no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos.

10 Además, los términos “aproximadamente”, “sustancialmente”, “alrededor de”, “unos”, etc. deben entenderse como indicando valores próximos a los que dichos términos acompañen, ya que por errores de cálculo o de medida, resulte imposible conseguir esos valores con total exactitud.

15 Además, se entiende por cuerpo rígido ideal, aquel que no sufre deformaciones por efecto de fuerzas externas. Sin embargo, las estructuras y máquinas reales nunca son absolutamente rígidas y se deforman bajo la acción de fuerzas que actúan sobre ellas, por lo tanto, en el contexto de la presente invención, se entiende por cuerpo, punzón, matriz, unión o material rígido, aquel o aquella cuyas deformaciones bajo la acción del rango de los valores de fuerza aplicados por la máquina de ensayos pueden ser despreciadas.

20 Las características del dispositivo de la invención, así como las ventajas derivadas de las mismas, podrán comprenderse mejor con la siguiente descripción, hecha con referencia a los dibujos antes enumerados.

25 Las siguientes realizaciones preferidas se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención. Además, la presente invención cubre todas las posibles combinaciones de realizaciones particulares y preferidas aquí indicadas. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la
30 invención.

A continuación se describe el dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, con alineación de cargas y minimización de los rozamientos, de acuerdo con el esquema del mismo de la figura 1. El dispositivo de la invención está configurado para acoplarse a una máquina de ensayos y permite caracterizar una probeta sumergida en un líquido. Ejemplos no limitativos de materiales de la probeta a caracterizar son aleaciones metálicas. Las especificaciones de la máquina de ensayos a la que conectar el dispositivo descrito, quedan fuera de la presente invención.

El dispositivo de la invención comprende: un dispositivo de ensayo, un sistema transmisor de esfuerzos, un recipiente y un soporte. Además, cuando se realiza el ensayo miniatura de punzonado en condiciones de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno, el dispositivo comprende además un circuito eléctrico que permite generar las condiciones eléctricas necesarias para el ensayo. La figura 1 muestra una realización particular del dispositivo de la invención 10, que comprende el dispositivo de ensayo 11, el sistema transmisor de esfuerzos 12, el recipiente 13 y el soporte 14.

Es importante destacar que el dispositivo de la invención permite ensayar cualquier material sólido, cuyas dimensiones estén acordes al dispositivo de ensayo.

El dispositivo de ensayo 21 comprende a su vez: la probeta 25 objeto de ensayo, un punzón 26 de cabeza semiesférica, una matriz de opresión 27, una matriz de apoyo 28, y al menos un elemento de apriete 291, 292. La figura 2 muestra una realización particular del dispositivo de ensayo 21.

La probeta 25 del material a ensayar se sitúa entre la matriz de opresión 27 y la matriz de apoyo 28, las cuales oprimen e inmovilizan la probeta 25 en todo su contorno. La matriz de opresión 27 presenta una abertura en el sentido de la fuerza generada por la máquina de ensayos, siendo dicha fuerza longitudinal al dispositivo de ensayo 21, de tal forma que, durante el ensayo, el punzón 26 atraviesa esta matriz de opresión 27 hasta entrar en contacto con la probeta 25, transmitiéndole así la

fuerza del ensayo. La matriz de apoyo 28 también presenta una abertura en el sentido de la fuerza, y alineada con la abertura de la matriz de opresión 27, tal que permite la deformación de la probeta 25 en el lado opuesto en donde se encuentra el punzón 26.

5 De esta forma, la probeta 25 queda oprimida e inmóvil en su zona exterior, y sólo en la zona delimitada por la abertura de la matriz de apoyo 28 (zona expuesta al punzón 26) se deforma como consecuencia de aplicarle la fuerza generada por la máquina de ensayos y transmitida por dicho punzón 26.

10 Un experto en la materia entenderá que las condiciones del ensayo, así como las características (materiales, dimensiones, formas...) de las matrices y del punzón se establecen en el código de buenas prácticas para la realización de ensayos miniatura de punzonado (en inglés *Small Punch*). Por ejemplo, las matrices y el punzón deben ser rígidos considerando la fuerza a la que están sometidos por la máquina de ensayos. O,
15 por ejemplo, la abertura de la matriz de apoyo presenta unas dimensiones determinadas y especificadas en el en código de buenas prácticas, necesarias para la deformación de la probeta, debido a que si su forma cambia, el resultado del ensayo puede ser otro.

20 Además, para conseguir una perfecta inmovilización y sellado de la probeta 25 entre las dos matrices 27, 28, el dispositivo de ensayo comprende al menos un elemento de apriete.

25 En una posible realización, el dispositivo de ensayo 21 comprende dos elementos de apriete 291, 292, de tal forma que uno de los elementos de apriete se encuentra situado adyacente a la matriz de opresión, y el elemento de apriete restante envuelve el exterior de las matrices. Como muestra la figura 2, el elemento de apriete adyacente a la matriz de opresión es un tornillo 291 con roscado exterior 294 y el elemento de apriete restante un tubo 292 con roscado interior 293, tal que dentro de dicho tubo
30 292 se sitúan las matrices 27, 28, la probeta 25, el punzón 26 y el tornillo 291. Además, el tubo 292 presenta un mayor espesor en la cara interior del extremo

opuesto por donde penetra el tornillo 291, por lo que gracias al roscado de ambos elementos de apriete 291, 292 se consigue un perfecto apriete y la imposibilidad de movimiento relativo del conjunto matrices 27, 28 y probeta 25. Además, y para permitir el paso del punzón 26 a través de la matriz de opresión 27, el tornillo 291 presenta una abertura 290 en el sentido de la fuerza generada por la máquina de ensayos, estando dicha abertura alineada con la abertura que presenta la matriz de opresión 27.

En otra posible realización, el dispositivo de ensayo comprende dos elementos de apriete, de tal forma que uno de los elementos de apriete se encuentra situado adyacente a la matriz de opresión, y el elemento de apriete restante se encuentra situado adyacente a la matriz de apoyo. Preferentemente, ambos elementos de apriete están unidos por un elemento que garantiza la unión e inmovilidad de ambos elementos de apriete. Además, y para permitir el paso del punzón a través de la matriz de opresión, el elemento de apriete adyacente a la matriz de opresión presenta una abertura en el sentido de la fuerza generada por la máquina de ensayos, estando dicha abertura alineada con la abertura que presenta la matriz de opresión.

En otra posible realización, el dispositivo de ensayo comprende un único elemento de apriete que envuelve el conjunto matrices y probeta, y que permite el paso del punzón a través de la matriz de opresión, garantizando la inmovilización de la probeta.

Preferentemente, el dispositivo de ensayo tiene forma de barra. En una posible realización, la matriz de opresión y la matriz de apoyo tienen forma cilíndrica e incorporan ranuras y protuberancias que impiden el giro relativo entre ambas matrices. Además, en esta posible realización, el elemento de apriete con forma de tubo también es cilíndrico, con un mecanizado exterior fino, macizo y de acero inoxidable o convencional.

El sistema transmisor de esfuerzos comprende dos tramos configurados para transferir la fuerza generada por la máquina de ensayos al dispositivo de ensayo.

Durante el ensayo, y como se observa en la figura 3, los dos extremos del dispositivo de ensayo 31, están en contacto con dichos dos tramos 320, 321 comprendidos en el sistema transmisor de esfuerzos 32, de tal forma que cada extremo del dispositivo de ensayo 31 está en contacto con un tramo diferente 320, 321.

5

El extremo de cada tramo 320, 321 que no se encuentra en contacto con el dispositivo de ensayo, se conecta a la máquina de ensayos, de modo que los tramos 320, 321 transmiten los esfuerzos generados por dicha máquina al dispositivo de ensayo 31, y por ende a la probeta 35.

10

En una posible realización, los tramos 320, 321 del sistema transmisor de esfuerzos 32 son macizos y de acero inoxidable o convencional con un mecanizado exterior fino. Preferentemente, cada tramo 320, 321 tiene forma de barra.

15

El acoplamiento del sistema transmisor de esfuerzos a la máquina de ensayo queda fuera del alcance de la presente invención, ya que es dependiente de la tipología concreta de la máquina de ensayo empleada. No obstante, un experto en la materia entenderá que dicho acoplamiento debe ser estable durante la duración completa del ensayo y asegurar una repetividad de resultados.

20

Como se observa en la figura 4, el dispositivo de ensayo 41 y parte de los tramos 420, 421 del sistema transmisor de esfuerzos 42, se sitúan, durante el ensayo, en el interior del recipiente 43, gracias a dos aberturas situadas en dos laterales enfrentados de dicho recipiente 43. De esta forma, el conjunto dispositivo de ensayo 41 y sistema transmisor de esfuerzos 42 se sitúa a lo largo del eje comprendido entre las dos aberturas, tal que una parte del sistema transmisor de esfuerzos permanece fuera del recipiente 43, y el dispositivo de ensayo 41 y la parte restante del sistema transmisor de esfuerzos 42 permanecen en el interior del recipiente 43.

25

30

El recipiente está configurado para poder verter en su interior el líquido necesario para realizar el ensayo correspondiente. Por ejemplo, si se desea caracterizar la

probeta en condiciones de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno, el líquido deberá ser un medio corrosivo, como por ejemplo agua marina salada o ácido sulfúrico diluido en agua destilada según el caso (son los más comunes pero ni mucho menos los únicos).

5

En una posible realización, y como se muestra en la figura 5, el recipiente 53 es modular y comprende una placa base 55 en forma de paralelogramo y cuatro placas laterales 56, 57, 58, 59 estando estas cinco placas 55, 56, 57, 58, 59 unidas de tal forma que aseguran la estanqueidad del recipiente 53 en cinco de sus direcciones espaciales. Es decir, el recipiente 53 es estanco salvo por la parte superior destinada a su llenado, evitando así la pérdida de líquido de su interior. Es por ello que, en este caso, el dispositivo de la invención debe trabajar con el eje horizontal.

10

15

En otra posible realización, el recipiente es modular y comprende una placa base en forma de paralelogramo, cuatro placas laterales y una placa superior, estando estas seis placas unidas de tal forma que aseguran la estanqueidad del recipiente. Además, el recipiente comprende en al menos una de sus seis placas, un orificio con una tapa estanca destinada al llenado del recipiente, tal que una vez introducido el líquido correspondiente y cerrado el orificio con la tapa, el recipiente es completamente estanco. En este caso, el dispositivo de la invención puede trabajar con el eje horizontal o con el eje vertical.

20

25

Además, preferentemente, las aberturas 60 del recipiente 53 comprenden un elemento polímero con forma de toroide, configurado para permitir que el sistema transmisor de esfuerzos se deslice correctamente sin que se produzcan esfuerzos y para evitar la pérdida del líquido del interior del recipiente 53.

30

En una posible realización, uno de los laterales del recipiente 53 presenta una abertura 54 donde se acopla un grifo tal que permite vaciar el contenido de dicho recipiente 53 y facilitar la manipulación del dispositivo de ensayo.

Durante el ensayo, la probeta debe permanecer completamente sumergida en el líquido. De esta forma, para favorecer la inundación de la probeta, en una posible realización el al menos un elemento de apriete, la matriz de opresión y la matriz de apriete, presentan una pluralidad de agujeros que comunican el alojamiento de la probeta con el exterior del dispositivo de ensayo. Por ejemplo, en la figura 2 se observa la pluralidad de agujeros 30 en el elemento de apriete con forma de tubo 292, en la matriz de opresión 27 y en la matriz de apoyo 28.

Como se ha comentado anteriormente, uno de los posibles ensayos que se pueden realizar con el dispositivo de la invención, es el ensayo en condiciones de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno. Para ello, en esta posible realización, y como se observa en la figura 6, el dispositivo de la invención comprende un circuito eléctrico formado por un primer cable metálico 65 correctamente aislado conectado al punzón 66 y a una fuente eléctrica 67 y por un segundo cable metálico 68 aislado conectado a dicha fuente eléctrica 67 y a un electrodo 69 sumergido en el líquido, siendo dicho líquido corrosivo electrolítico, el que cierra el circuito eléctrico.

En esta realización particular, cada tramo comprendido en el sistema transmisor de esfuerzos 62 comprende a su vez en el extremo en contacto con el dispositivo de ensayo 61, una pieza aislante 70 tal que durante el ensayo cada pieza aislante 70 se sitúa parte en el interior del recipiente 63 y parte en el exterior del recipiente 63, confinando la corriente eléctrica en el interior del dispositivo de ensayo 61. Preferentemente, cada pieza aislante 70 se une al resto del sistema transmisor de esfuerzos 62 mediante roscado. Además, y aunque como se ha mencionado previamente la máquina de ensayos utilizada durante el ensayo queda fuera de la presente invención, cabe destacar que en el caso de ensayo en corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno, ésta debe ser de baja velocidad.

El dispositivo de ensayo, el sistema transmisor de esfuerzos y el recipiente, se sustentan gracias al soporte, el cual proporciona una alineación de cargas y una colocación idéntica en todos los ensayos.

En una posible realización, como se observa en la figura 7, el soporte 74 es modular y comprende: cuatro barras unidas formando un paralelogramo 75 y configuradas para permitir el anclaje del recipiente al soporte 74; y cuatro barras perpendiculares a las anteriores 76 situadas en los vértices del paralelogramo, y configuradas para permitir el anclaje del dispositivo a la máquina de ensayos.

En concreto, como se observa en la figura 8, en una posible realización, cada par de dichas cuatro barras perpendiculares a aquellas que forman un paralelogramo, está configurado para permitir el anclaje de una pieza de fijación 85, 86, de tal forma que el eje longitudinal de cada pieza de fijación 85, 86 se sitúa paralelo a los laterales del recipiente 83 que presentan abertura. Preferentemente, cada pieza de fijación 85, 86 presenta tres aberturas, una abertura central 851, 861 y dos aberturas laterales 850, 860, 852, 862 situadas de tal forma que las aberturas centrales 851, 861 de las dos piezas de fijación 85, 86 están alineadas, al igual que cada par de aberturas laterales 850, 852 de una pieza de fijación 85 con las aberturas laterales 860, 862 enfrentadas de la segunda pieza de fijación 86.

Además, las aberturas centrales 851, 861 están a su vez alineadas con las aberturas del recipiente 83, permitiendo así el paso del dispositivo de ensayo. Preferentemente, en el interior de cada abertura central se sitúa un rodamiento 87 configurado para aguantar las cargas y proteger al dispositivo de ensayo del roce con las piezas de fijación 85, 86.

Por otro lado, cada abertura lateral 850, 852, 860, 862 está configurada para permitir el paso de una barra 88 comprendida en la máquina de ensayos, de tal forma que, durante el ensayo, el dispositivo de la invención permanece amarrado a la máquina de ensayos gracias a dos barras 88, 89, tal que cada barra 88, 89 se sitúa atravesando las dos aberturas laterales 850, 860, 852, 862 alineadas y situadas en piezas de fijación diferentes 85, 86, consiguiendo una alineación de cargas óptima.

Además, en otra posible realización, cada una de dichas cuatro barras que forman un

paralelogramo incluyen en su parte exterior una pletina configurada para permitir que el anclaje del recipiente sea siempre el mismo.

5 Un experto en la materia entenderá que para que el dispositivo de la invención funcione correctamente, es necesario que haya una perfecta alineación de las fuerzas y unos rozamientos mínimos a lo largo de todos los elementos que comprende, lo cual se consigue por medio de los efectos siguientes: el efecto de las uniones rígidas y estables entre la máquina de ensayo y el sistema transmisor de esfuerzos, y entre éste y el dispositivo de ensayo; y el efecto de la cabeza semiesférica del punzón en su contacto
10 con la probeta.

Además, otras realizaciones preferentes que contribuyen a la perfecta alineación y rozamientos mínimos son: el efecto de la alineación de las aberturas del recipiente con los rodamientos colocados en las aberturas centrales de las piezas de fijación, los cuales
15 minimizan el rozamiento y compensan la acción del peso propio y otras fuerzas en direcciones distintas al eje de de los tramos del sistema transmisor de esfuerzos; y el efecto de los elementos polímeros con forma de toroide situados en las aberturas del recipiente, consiguiendo la estanqueidad del mismo a la par que la suavidad en el deslizamientos del sistema transmisor de esfuerzos a su través.

20

25

30

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, con alineación de cargas y minimización de los rozamientos, configurado para acoplarse a una máquina de ensayos configurada a su vez para ejercer una fuerza sobre el dispositivo, estando el dispositivo caracterizado por que permite la caracterización mecánica de una probeta (25, 35) sumergida en un líquido y por que comprende:

- un dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61) que comprende a su vez: la probeta (25, 35) objeto de ensayo situada entre una matriz de opresión (27) y una matriz de apoyo (28); un punzón (26, 66) de cabeza semiesférica configurado para transmitir la fuerza del ensayo sobre la probeta (25, 35); la matriz de opresión (27) que presenta, en el sentido de la fuerza, una abertura configurada para servir de guía al punzón (26, 66) y que éste entre en contacto con la probeta (25, 35); la matriz de apoyo (28) que presenta, en el sentido de la fuerza y alineada con la abertura de la matriz de opresión (27), una abertura configurada para permitir la deformación de la probeta (25, 35) en el lado opuesto en donde se encuentra el punzón (26, 66); y al menos un elemento de apriete configurado para, junto con las matrices (27, 28), oprimir e inmovilizar la probeta (25, 35) en todo su contorno; siendo el punzón (26, 66), la matriz de opresión (27) y la matriz de apoyo (28) de un material rígido considerando la fuerza a la que están sometidos;

- un sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) que comprende dos tramos (320, 321, 420, 421) configurados para transferir la fuerza generada por la máquina de ensayos a cada uno de los dos extremos del dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61), de tal forma que cada extremo del dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61) está en contacto con un tramo (320, 321, 420, 421) diferente;

- un recipiente (13, 43, 53, 63, 83) configurado para albergar en su interior un líquido en el que sumergir totalmente la probeta (25, 35), que comprende dos aberturas (60) en dos de sus laterales enfrentados configuradas para, durante el ensayo, situar el conjunto

dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61) y sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) a lo largo del eje comprendido entre las dos aberturas (60), de tal forma que una parte de cada tramo (320, 321, 420, 421) comprendido en el sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) permanece fuera del recipiente (13, 43, 53, 63, 83), y el dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61) y la parte restante de cada tramo (320, 321, 420, 421) permanecen en el interior de dicho recipiente (13, 43, 53, 63, 83);

- un soporte (14, 74) configurado para sustentar el dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61), el sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) y el recipiente (13, 43, 53, 63, 83), de tal forma que se consigue una alineación de cargas y una colocación idéntica en todos los ensayos.

2. El dispositivo de la reivindicación 1 configurado para realizar el ensayo de miniatura en condiciones de corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno, que comprende un circuito eléctrico formado por un primer cable metálico (65) correctamente aislado conectado al punzón (26, 66) y a una fuente eléctrica (67) y por un segundo cable metálico (68) aislado conectado a dicha fuente eléctrica (67) y a un electrodo (69) sumergido en el líquido, siendo dicho líquido corrosivo, ácido o agresivo, y donde cada tramo (320, 321, 420, 421) comprendido en el sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) comprende a su vez en el extremo en contacto con el dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61), una pieza aislante (70) tal que durante el ensayo cada pieza aislante (70) se sitúa parte en el interior del recipiente (13, 43, 53, 63, 83) y parte en el exterior del recipiente (13, 43, 53, 63, 83), confinando la corriente eléctrica en el interior del dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61).

3. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende dos elementos de apriete (291, 292), de tal forma que uno de los elementos de apriete (291) se encuentra situado adyacente a la matriz de opresión (27), y el elemento de apriete restante (292) envuelve el exterior de las matrices (27, 28), donde el elemento de apriete (291) adyacente a la matriz de opresión (27) presenta una abertura (290), configurada para permitir el paso del punzón (26, 66), en el sentido de la fuerza

generada por la máquina de ensayos, estando dicha abertura alineada con la abertura que presenta la matriz de opresión (27), y donde el elemento de apriete (292) que envuelve el exterior de las matrices (27, 28) presenta un mayor espesor en la cara interior del extremo opuesto por donde penetra el elemento de apriete (291) adyacente a la matriz de opresión (27).

5

4. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2 que comprende dos elementos de apriete con un sistema de enganche entre ellos, de tal forma que uno de los elementos de apriete se encuentra situado adyacente a la matriz de opresión (27) y el elemento de apriete restante se encuentra situado adyacente a la matriz de apoyo (28), y donde el elemento de apriete adyacente a la matriz de opresión (27) presenta una abertura en el sentido de la fuerza generada por la máquina de ensayos, estando dicha abertura alineada con la abertura que presenta la matriz de opresión (27).

10

5. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde el al menos un elemento de apriete (291, 292), la matriz de opresión (27) y la matriz de apoyo (28), presentan una pluralidad de agujeros (30) configurados para facilitar la inundación de la probeta (25, 35).

15

6. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el soporte (14, 74) es modular y comprende: cuatro barras unidas formando un paralelogramo (75) y configuradas para permitir el anclaje del recipiente (13, 43, 53, 63, 83) al soporte (14, 74); y cuatro barras perpendiculares a las anteriores (76) situadas en los vértices del paralelogramo, y configuradas para permitir el anclaje del dispositivo a la máquina de ensayos.

20

25

7. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el recipiente (13, 43, 53, 63, 83) es modular y comprende una placa base (55) en forma de paralelogramo y cuatro placas laterales (56, 57, 58, 59), estando dichas cinco placas (55, 56, 57, 58, 59) unidas de tal forma que aseguran la estanqueidad del recipiente (13, 43, 53, 63, 83) en cinco de sus direcciones espaciales.

30

- 5 8. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el recipiente (13, 43, 53, 63, 83) es modular y comprende una placa base en forma de paralelogramo, cuatro placas laterales y una placa superior, estando estas seis placas unidas de tal forma que aseguran la estanqueidad del recipiente, y donde el recipiente comprende además en al menos una de sus seis placas, un orificio con una tapa estanca destinada al llenado del recipiente.
- 10 9. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde las aberturas (60) del recipiente (13, 43, 53, 63, 83) comprenden un elemento polímero con forma de toroide configurado para permitir que el sistema transmisor de esfuerzos (12, 32, 42, 62) se deslice correctamente sin que se produzcan esfuerzos y para evitar la pérdida del líquido del interior del recipiente (13, 43, 53, 63, 83).
- 15 10. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde uno de los laterales del recipiente (13, 43, 53, 63, 83) presenta una abertura (54) donde se acopla un grifo tal que permite vaciar el contenido de dicho recipiente (13, 43, 53, 63, 83) y facilitar la manipulación del dispositivo de ensayo (11, 21, 31, 41, 61).

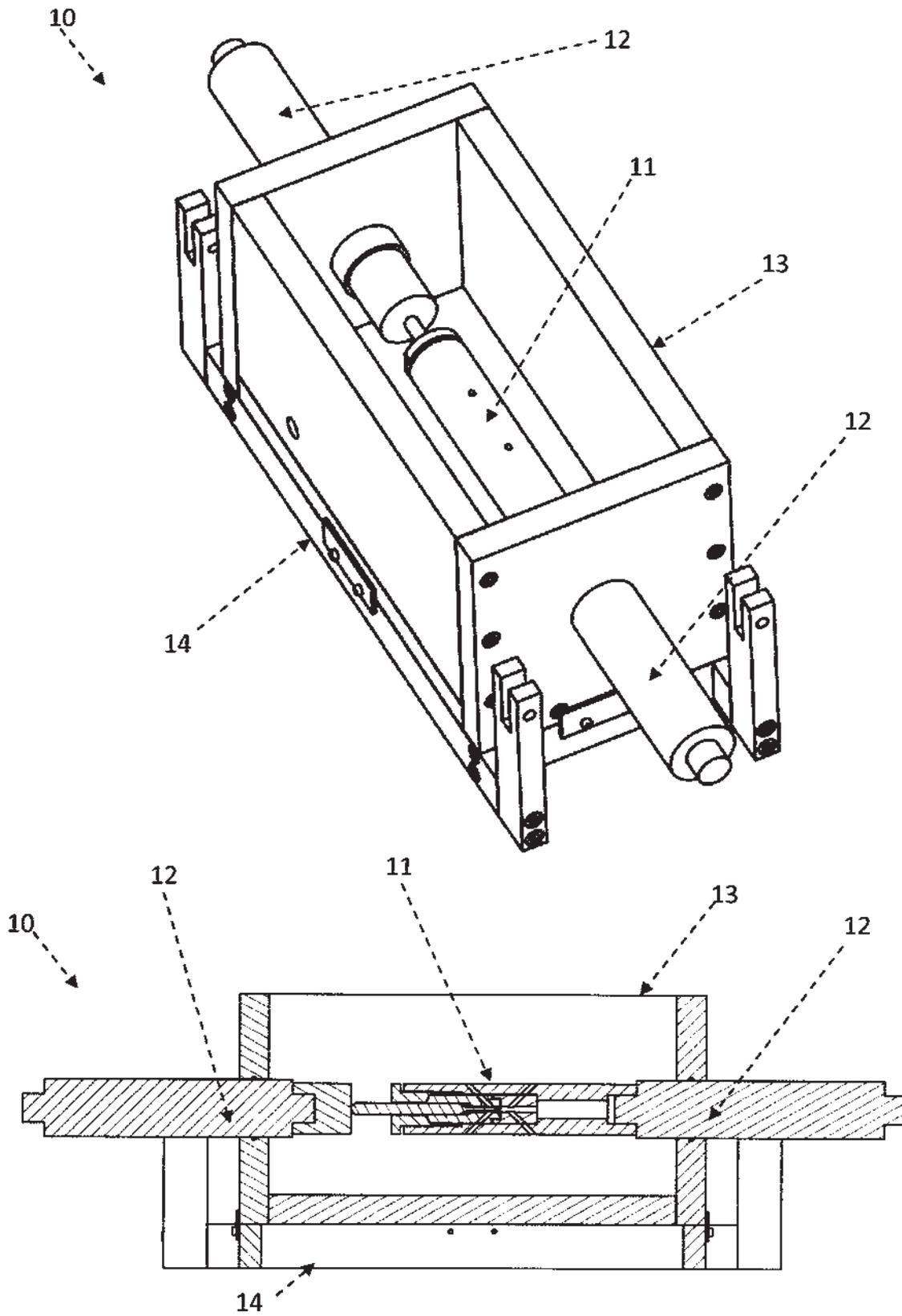


Figura 1

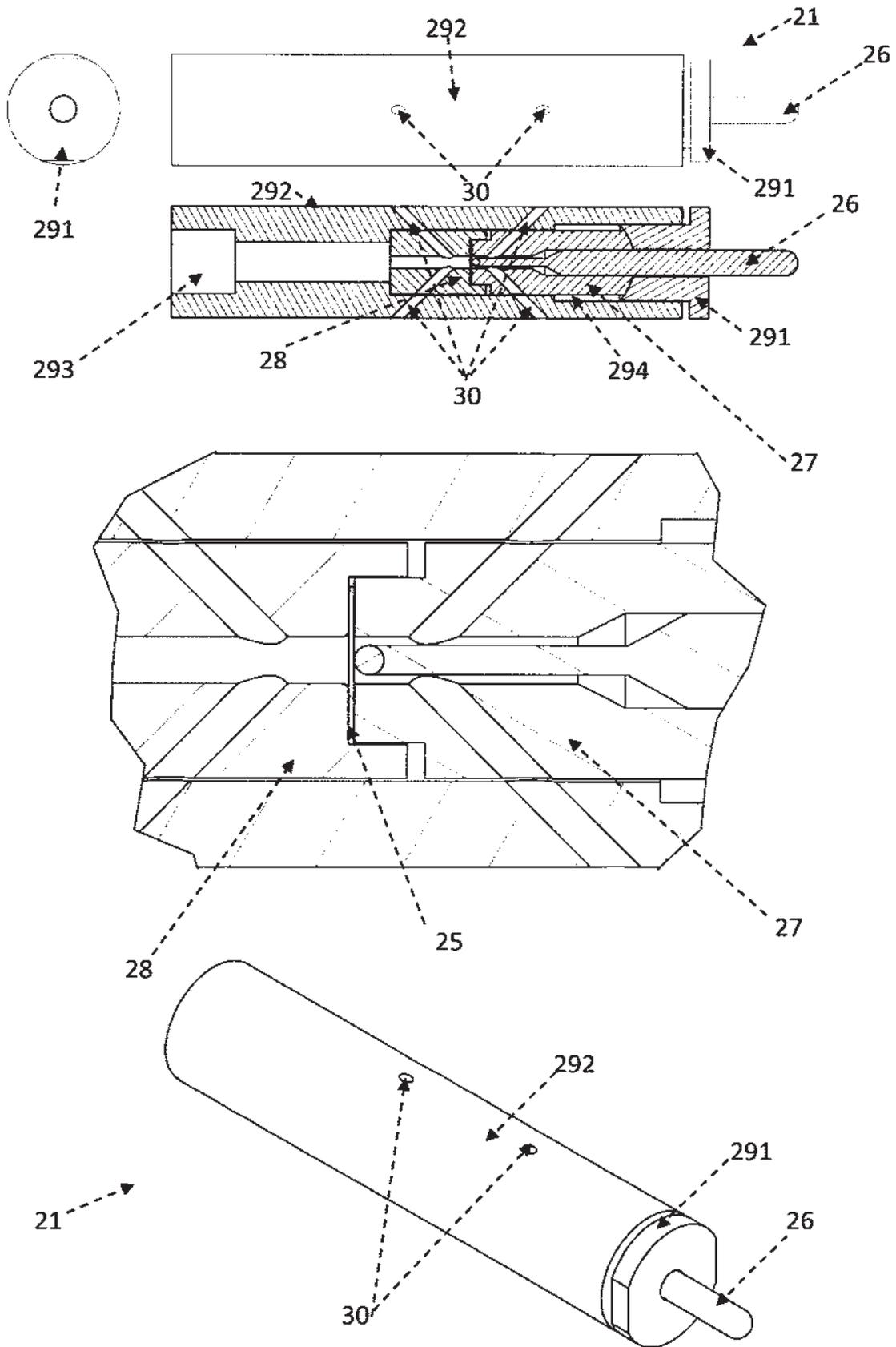


Figura 2

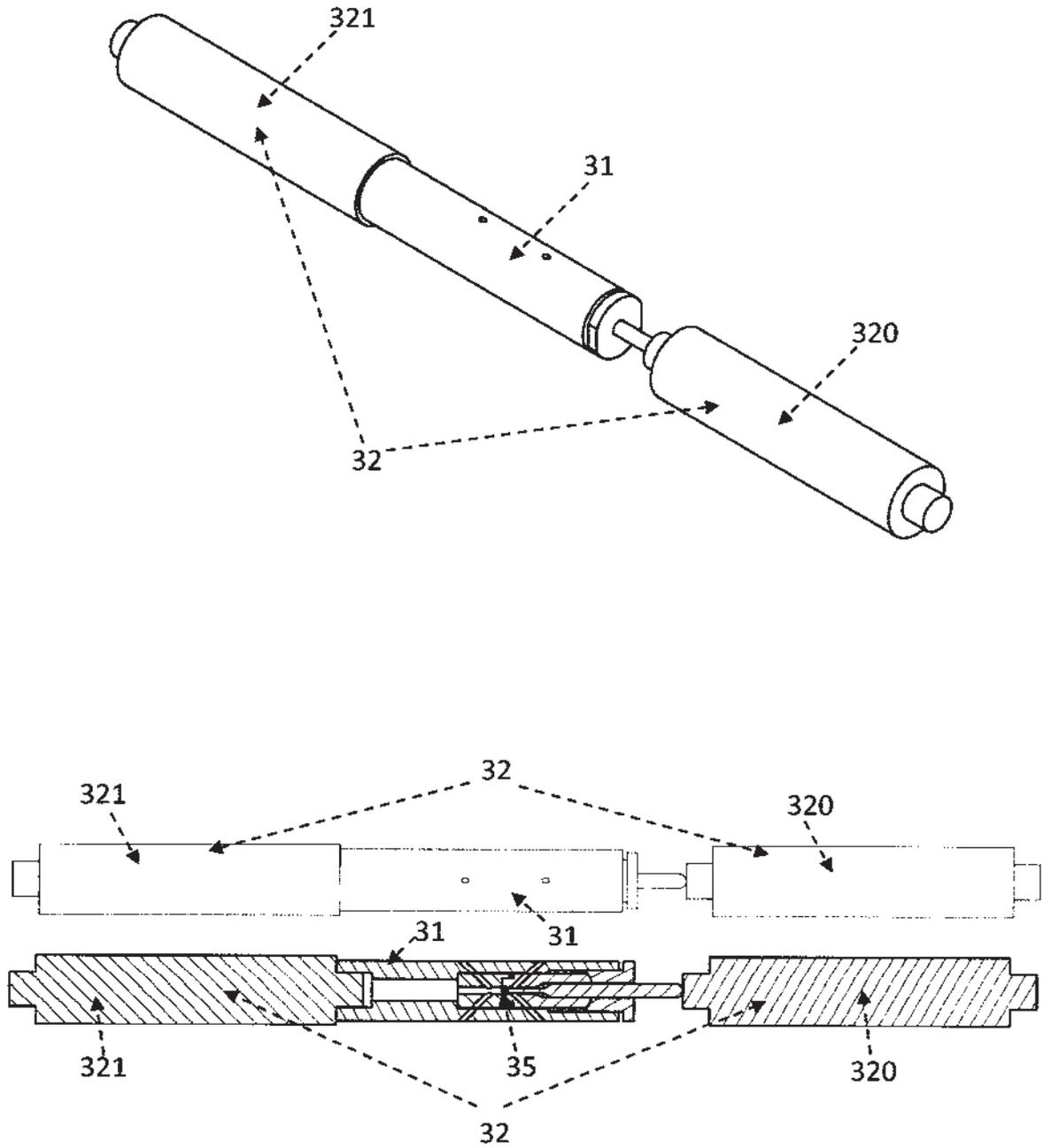


Figura 3

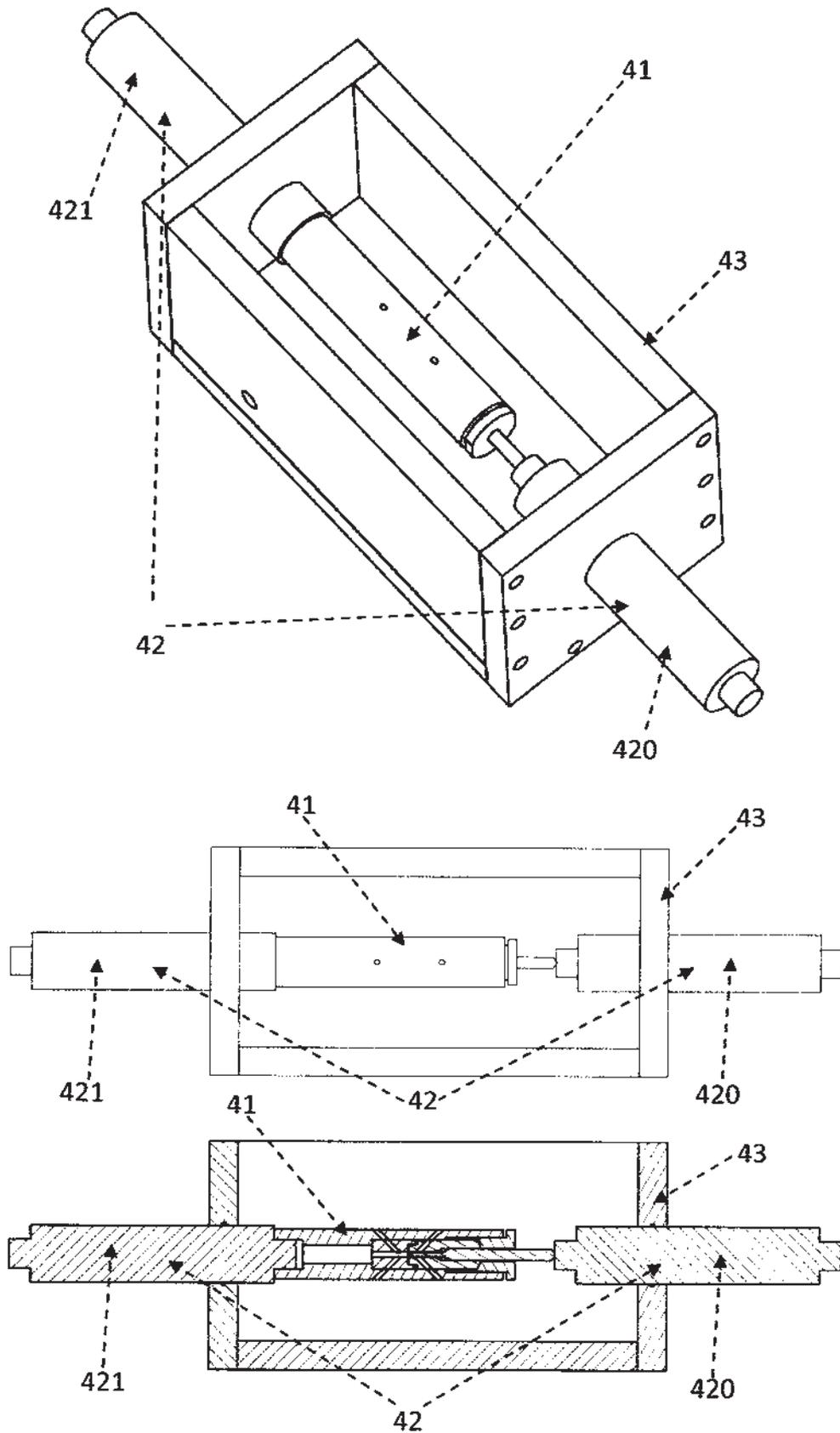


Figura 4

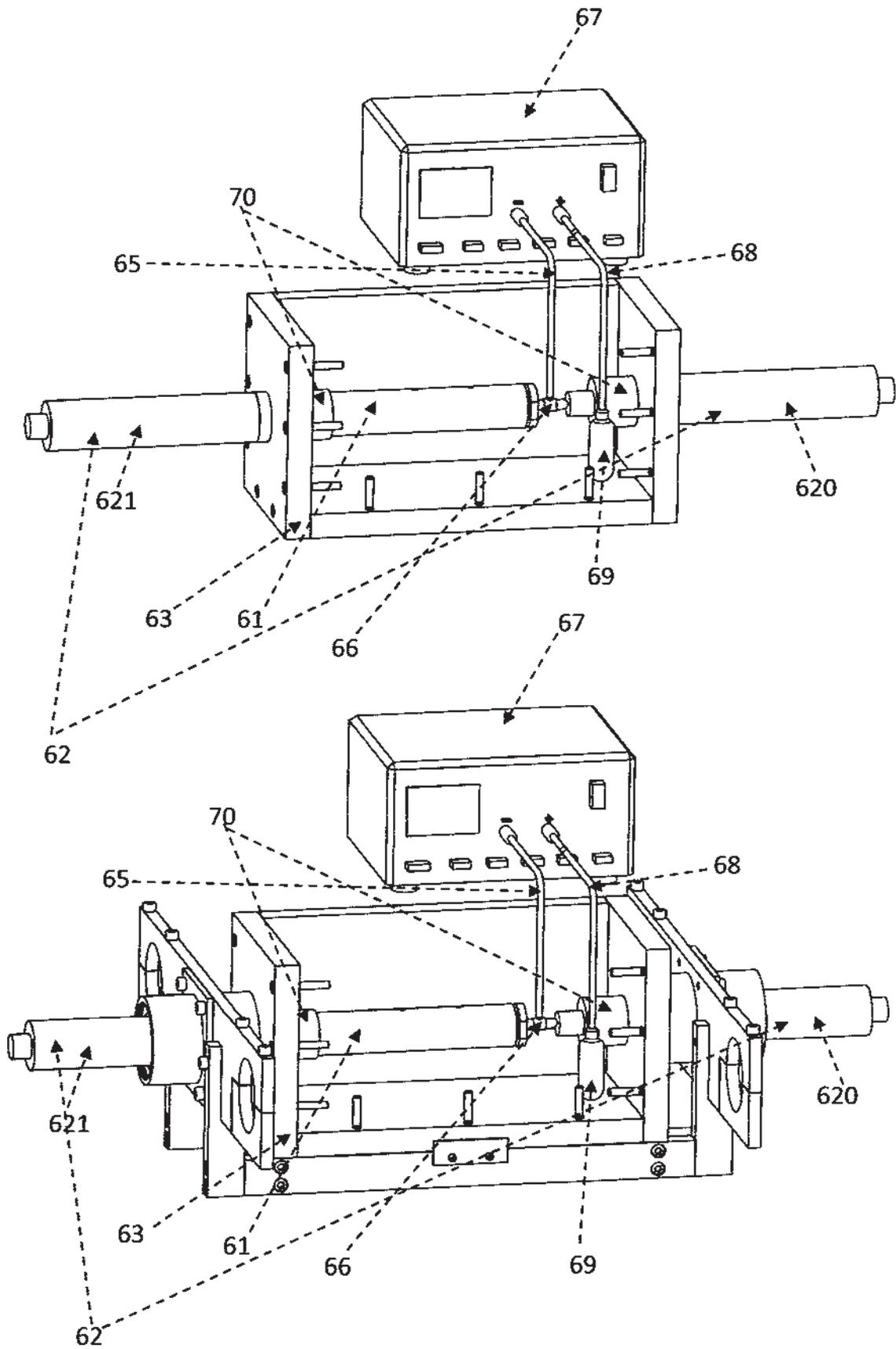


Figura 6

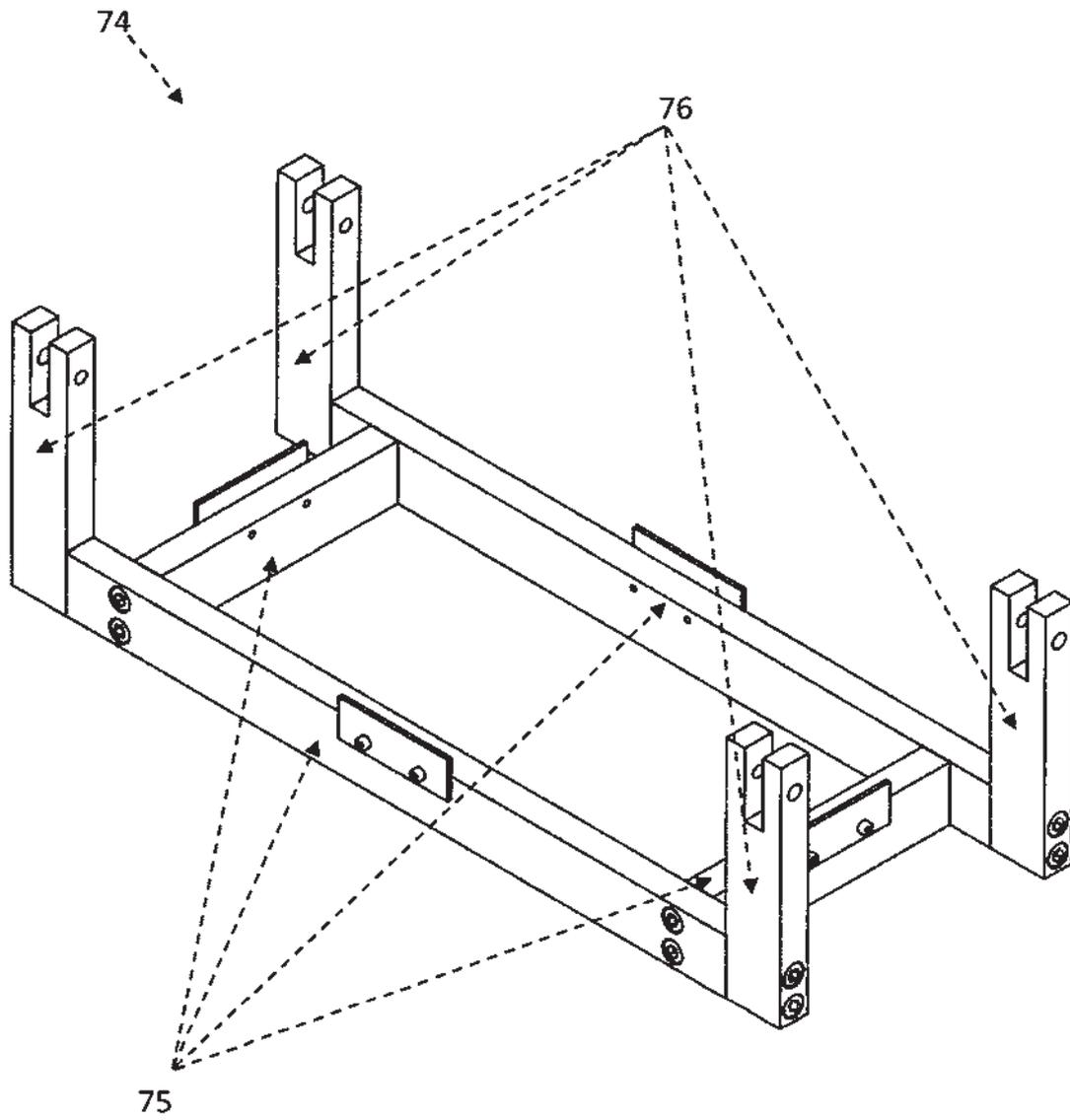


Figura 7

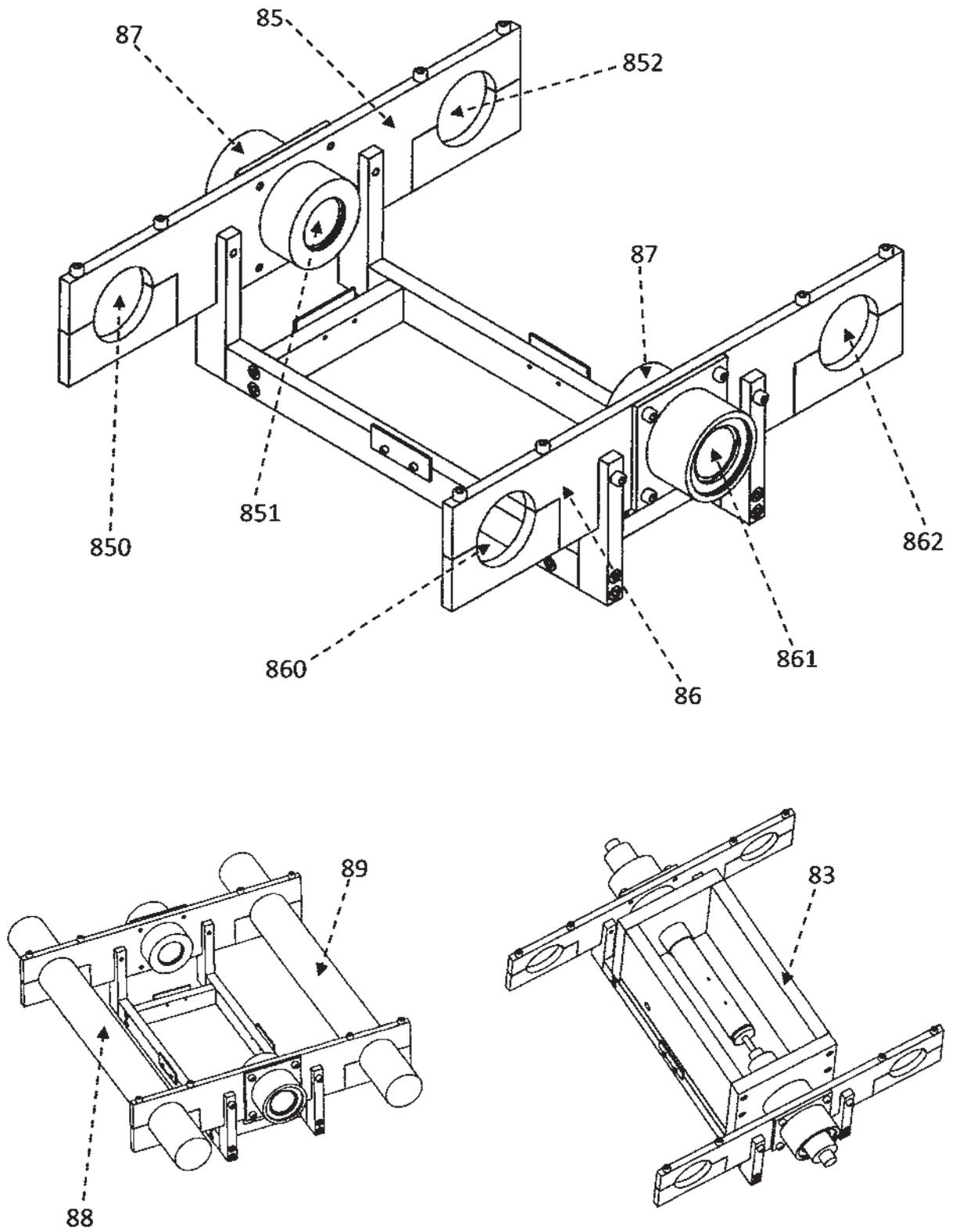


Figura 8



- ②¹ N.º solicitud: 201400788
 ②² Fecha de presentación de la solicitud: 07.10.2014
 ③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: **G01N17/00** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑤ ⁶ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|--|----------------------------|
| A | I. SERRE, J. B. VOGT. "Liquid metal embrittlement of T91 martensitic steel evidenced by small punch test". NUCLEAR ENGINEERING AND DESIGN, 20070228 AMSTERDAM, NL 28.02.2007 VOL: 237 No: 7 Págs: 677-685 ISSN 0029-5493 Doi: doi:10.1016/j.nucengdes.2006.07.007 Singh Ram Kumar; Dutta Bijon K | 1-10 |
| A | CN 102042939 A (UNIV EAST CHINA SCIENCE & TECH) 04.05.2011, Resumen y figuras de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE. | 1-10 |
| A | YAMAGUCHI Y et al. "Fracture and deformation properties of Ni-Fe superalloy in cryogenic high magnetic field environments". CRYOGENICS, 20030801 ELSEVIER, KIDLINGTON, GB 01.08.2003 VOL: 43 No: 8 Págs: 469-475 ISSN 0011-2275 Doi: doi:10.1016/S0011-2275(03)00123-1 Johnson Wesley Schnell Andrew | 1-10 |
| A | TANAKA K et al. "Evaluation on high temperature fracture toughness of CrMoV cast steel by small punch testing". INTERNATIONAL JOURNAL OF PRESSURE VESSELS AND PIPING, 20090901 ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, GB 01.09.2009 VOL: 86 No: 9 Págs: 643-648 ISSN 0308-0161. | 1-10 |

Categoría de los documentos citados

- X: de particular relevancia
 Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría
 A: refleja el estado de la técnica

- O: referido a divulgación no escrita
 P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud
 E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

- para todas las reivindicaciones para las reivindicaciones nº:

| | | |
|---|--|------------------------------|
| <p>Fecha de realización del informe 17.04.2015</p> | <p>Examinador B. Tejedor Miralles</p> | <p>Página 1/4</p> |
|---|--|------------------------------|

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, bases de patentes de texto completo, bases de literatura no patente

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 17.04.2015

Declaración

| | | |
|---|-----------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1-10 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) | Reivindicaciones 1-10 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

| Documento | Número Publicación o Identificación | Fecha Publicación |
|-----------|---|-------------------|
| D01 | I. SERRE, J. B. VOGT. | 28.02.2007 |
| D02 | CN 102042939 A (UNIV EAST CHINA SCIENCE & TECH) | 04.05.2011 |
| D03 | YAMAGUCHI Y et al. | 01.08.2003 |
| D04 | TANAKA K et al. | 01.09.2009 |

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

Se considera como estado de la técnica más próximo al objeto de la invención el documento.

Dicho documento divulga un dispositivo para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, caracterizado por disponer de un dispositivo de ensayo que comprende a su vez: la probeta objeto de ensayo situada entre una matriz de opresión y una matriz de apoyo; un punzón de cabeza semiesférica configurado para transmitir la fuerza del ensayo sobre la probeta; la matriz de opresión que presenta, en el sentido de la fuerza, una abertura configurada para servir de guía al punzón y que este entre en contacto con la probeta; la matriz de apoyo que presenta, en el sentido de la fuerza y alineada con la abertura de la matriz de opresión, una abertura configurada para permitir la deformación de la probeta en el lado opuesto en donde se encuentra el punzón; y, al menos, un elemento de apriete configurado para, junto con las matrices, oprimir e inmovilizar la probeta en todo su contorno; siendo el punzón, la matriz de opresión y la matriz de apoyo de un material rígido considerando la fuerza a la que están sometidos; un sistema transmisor de esfuerzos que comprende dos tramos configurados para transferir la fuerza generada por la máquina de ensayos a cada uno de los dos extremos del dispositivo de ensayo, de tal forma que cada extremo del dispositivo de ensayo está en contacto con un tramo diferente (D01: figura 1, apartado 2.2).

Se diferencia de la primera reivindicación en que no dispone de un recipiente configurado para albergar en su interior un líquido en el que sumergir totalmente la probeta, sino que solo la superficie superior de la probeta es la que está en contacto con el líquido. El efecto técnico que se consigue es someter a corrosión a la muestra completa. El problema técnico a resolver es como poder caracterizar un material en condiciones de corrosión.

En ninguno de los documentos citados, que reflejan el estado de la técnica anterior más próximo al objeto de la solicitud, se han encontrado presentes todas las características técnicas que se definen en la reivindicación 1 de la solicitud. Asimismo, se considera que la característica diferencial no parece derivarse de una manera evidente de ninguno de los documentos citados: ni de manera individual ni mediante una combinación entre ellos. Por todo lo anterior, se concluye que la reivindicación 1 y las reivindicaciones dependientes satisfarían los requisitos de novedad y actividad inventiva según los artículos 6.1 y 8.1 de la ley de patentes 11/1986.

Otros documentos:

Los documentos D02-D04 divulgan dispositivos adecuados para la realización de un ensayo miniatura de punzonado, sin embargo se diferencian en que la probeta no es sumergida completamente en un líquido para poder caracterizarla en condiciones de corrosión.