



Universidad de
Oviedo



ESCUELA POLITÉCNICA DE INGENIERÍA DE GIJÓN

GRADO EN INGENIERÍA EN TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES

ÁREA DE MECÁNICA DE MEDIOS CONTINUOS Y TEORÍA DE ESTRUCTURAS

COMPORTAMIENTO EN SERVICIO DE DISTINTOS TIPOS DE ACERO EN PRESENCIA DE HIDRÓGENO

Dña. María Alonso Martínez
TUTOR: Dña. María Cristina González Rodríguez
COTUTOR: D. Guillermo Álvarez Díaz

FECHA: febrero de 2024

ÍNDICE

1. Introducción	4
1.1. Contexto.....	4
1.2. Objetivos.....	6
1.3. Estructura de la memoria	6
2. Antecedentes	8
2.1. Interacción del hidrógeno en los metales.....	8
2.1.1. Fenómeno de fragilización por hidrógeno.....	10
2.1.2. Efectos del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de los aceros	14
2.2. Métodos de carga de hidrógeno	16
2.2.1. Carga gaseosa	16
2.2.2. Carga electrolítica.....	17
2.3. Ensayo miniatura de punzonado o <i>Small Punch Test</i> (SPT).....	18
2.3.1. Ensayos SPT con hidrógeno	26
3. Materiales.....	30
3.1. Aceros 42CrMo4-550 y 42CrMo4-700	30
3.2. Aceros CrMoV-BM y CrMoV-WM	32
3.3. Aceros CrNiMn: R5 y R6	33
3.4. Acero AF1-BR.....	35
3.5. Acero H8.....	36
3.6. Acero S355.....	36
4. Caracterización mecánica de los materiales mediante ensayo SPT sin hidrógeno.....	38
4.1. Procedimiento experimental	38
4.1.1. Preparación de las probetas	38
4.1.2. Ensayo SPT convencional	40
4.1.3. Análisis de datos y obtención de parámetros.....	44
4.1.4. Análisis fractográfico	45
4.1.5. Medida de la deformación biaxial	46
4.2. Resultados.....	47
4.2.1. Acero 42CrMo4.....	48

4.2.2.	Aceros CrMoV	53
4.2.3.	Aceros CrNiMn	56
4.2.4.	Acero AF1-BR.....	59
4.2.5.	Acero H8.....	61
4.2.6.	Acero S355	62
4.3.	Análisis de la correlación entre parámetros	63
5.	Comportamiento mecánico SPT en presencia de hidrógeno insitu	67
5.1	Procedimiento experimental	67
5.2.	Resultados de los ensayos SPT en hidrógeno insitu	70
5.2.1.	Aceros 42CrMo4	71
5.2.2.	Aceros CrMoV	76
5.2.3.	Aceros CrNiMn	80
5.2.4.	Acero AF1-BR.....	84
5.2.5.	Acero H8.....	86
5.2.6.	Acero S355	88
5.3.	Propiedades mecánicas bajo hidrógeno insitu	90
6.	Análisis de la fragilización por hidrógeno mediante ensayos SPT	93
8.	Presupuesto.....	99
9.	Bibliografía.....	101

1. Introducción

1.1. Contexto

A medida que pasa el tiempo, la sociedad tiene una demanda de recursos energéticos cada vez mayor. Esto es debido a que aumenta el consumo de energía. Si no se modifican las políticas energéticas, según la Agencia Internacional de Energía (AIE) esta demanda seguirá aumentando de tal manera que llegará a crecer un 50% hasta el año 2030. Esto daría lugar a un mayor gasto de materias primas renovables, pero lo que es peor, también de no renovables como el carbón o petróleo.

Para producir energía es necesario quemar combustibles fósiles, lo que es nocivo tanto para el medio ambiente como para la salud humana debido a las emisiones de gases de efecto invernadero. Para intentar solucionar este problema, la ONU estableció en 2015 el Acuerdo de París para limitar el aumento de la temperatura global por medio de la disminución de CO₂ liberado a la atmósfera. Para lograr este objetivo es necesario impulsar las energías renovables.

Además de las energías renovables más empleadas: solar, eólica, biomasa e hidráulica, se está estudiando y desarrollando cada vez más el hidrógeno como combustible alternativo.

El punto de producción y el consumo de la energía no suele ser el mismo, por lo que existe la necesidad de su transporte y almacenamiento, lo que ha llevado a la investigación del material más adecuado para dichos usos. El material ideal sería aquel capaz de resistir el efecto de elevadas presiones de hidrógeno durante el periodo estimado para su servicio. En la actualidad, el material más utilizado para tales fines es el acero, ya que se caracteriza por una elevada resistencia y un coste relativamente bajo.

Con el uso del acero, nos encontramos ante un problema y es que, el hidrógeno puede llegar a provocar un deterioro en las propiedades mecánicas de dicho material. Este fenómeno se conoce como fragilización por hidrógeno, lo que limita el uso del material en determinadas condiciones de servicio. De esta manera, el acero que actualmente más resiste a la acción del hidrógeno es el acero inoxidable austenítico, pero se trata de un

acero con un coste muy elevado en comparación con otros. Por ello es necesario encontrar sustitutos a dicho acero, aunque sea para condiciones de servicio no tan exigentes.

Puesto que el problema por el que se producen fallos en el material es la entrada de hidrógeno en la estructura cristalina de los aceros, la búsqueda de estos aceros alternativos se basará en simular sus condiciones de servicio mediante ensayos que serán realizados en un laboratorio. Existen un gran número de investigaciones que han estudiado los métodos para evaluar el comportamiento de este material frente a la presencia del hidrógeno. Se han utilizado ensayos convencionales como pueden ser el de tracción, tenacidad a la fractura o fatiga, que resultan útiles cuando disponemos del material suficiente para crear probetas normalizadas para la realización de los ensayos.

Sin embargo, existen determinadas ocasiones en las que una extracción mínima del material es vital para no comprometer su integridad estructural. Un ejemplo de estos casos puede ser la evaluación del comportamiento de una zona afectada térmicamente (ZAT) en una soldadura. Para que la cantidad de material necesario en los ensayos sea menor, en los últimos años se han ido desarrollando los que se conocen como ensayos miniatura. Dentro de este tipo de ensayos, el más utilizado y el que se va a emplear en este trabajo es el denominado ensayo miniatura de punzonado o *Small Punch Test* (SPT). Esta técnica resulta muy interesante debido a su sencilla metodología, pero sobre todo debido a su capacidad para evaluar las propiedades mecánicas utilizando cantidades muy pequeñas de material. El pequeño tamaño de sus probetas y, por consiguiente, también de su espesor, hace posible que los procesos de carga de hidrógeno en el interior del material se realicen de forma mucho más rápida y sencilla.

Existen dos maneras principales de introducir hidrógeno en el acero: exponiendo el material a una atmósfera de gas hidrógeno a presión o mediante técnicas electroquímicas. Utilizar gas hidrógeno a presión es una técnica poco económica que además requiere de instalaciones especializadas para poder llevarla a cabo. Sin embargo, las técnicas electroquímicas son mucho más sencillas y económicas. Esta técnica requiere el análisis de la influencia de las distintas variables utilizadas: el electrolito, la densidad de corriente, la velocidad del ensayo, etc.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, en este trabajo se determinará mediante los ensayos SPT, el tipo de acero más adecuado dentro de las distintas clases estudiadas. Concretamente se trabajará con nueve tipos de aceros diferentes.

1.2. Objetivos

El principal objetivo de este trabajo fin de grado consiste en analizar la influencia que tiene el hidrógeno en el comportamiento mecánico de distintos tipos de aceros, evaluando cuál sería el más adecuado para trabajar en unas ciertas condiciones de ambiente de hidrógeno. Para lograr dicho propósito, se afrontarán los siguientes objetivos secundarios:

- Realizar un análisis detallado de los estudios científicos sobre el tema, así como los trabajos desarrollados por el grupo de investigación.
- Caracterizar los distintos aceros en ambiente de laboratorio para, posteriormente, poder comparar estos resultados con los ensayos realizados en ambiente de hidrógeno.
- Estudiar qué parámetros SPT se ven afectados por el ambiente de hidrógeno para poder definir los índices de fragilización más convenientes.
- Clasificar los aceros en función de su susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno
- Avanzar en el conocimiento del comportamiento frente al hidrógeno de varios de los aceros más utilizados industrialmente, aportando nuevos datos que puedan resultar útiles en la selección de estos en función de la aplicación a desarrollar.

1.3. Estructura de la memoria

El documento de Memoria del Trabajo Fin de Grado que a continuación se presenta, consta de 9 capítulos y se desarrolla de acuerdo con la siguiente estructura:

En primer lugar, en este capítulo 1, denominado *Introducción*, se identificará la problemática que lleva a desarrollar este estudio, así como los objetivos a alcanzar a lo largo de este trabajo y la estructura de la memoria.

En el capítulo 2, bajo el nombre de *Antecedentes*, se realizará una explicación sobre la interacción del hidrógeno en los metales y como les afecta, así como los métodos de carga de hidrógeno y un desarrollo en profundidad del ensayo SPT.

En el capítulo 3, *Materiales*, se describen los nueve aceros diferentes que se han estudiado junto con sus respectivas composiciones químicas, propiedades mecánicas y microestructuras.

En el capítulo 4, llamado *Caracterización mecánica de los materiales mediante ensayo SPT sin hidrógeno*, se expone todo el procedimiento experimental llevado a cabo para realizar los ensayos en ambiente de laboratorio y sus resultados.

En el capítulo 5, titulado *Comportamiento mecánico SPT en presencia de hidrógeno insitu*, está compuesto por el procedimiento experimental y los resultados de los ensayos en presencia de hidrógeno comparándolos con los ensayos al aire.

En el capítulo 6, denominado *Análisis de la fragilización por hidrógeno mediante ensayos SPT*, se resumen todos los parámetros obtenidos para todos los aceros tanto para los ensayos al aire como para los ensayos con hidrógeno insitu. También se procederá a la evaluación de estos mediante los índices de fragilización (HEI).

En el capítulo 7, el de las *Conclusiones*, se enumeran las conclusiones a las que se ha llegado con el desarrollo del trabajo.

En el capítulo 8, *Presupuestos*, se incluyen una serie de Tablas en las que se detallan los costes que han supuesto la realización del presente trabajo.

En el capítulo 9, *Bibliografía*, se proporciona una lista de todas las referencias bibliográficas utilizadas para la realización del presente trabajo.

2. Antecedentes

2.1. Interacción del hidrógeno en los metales

El hidrógeno es el elemento químico más abundante que existe. Se trata de uno de los principales constituyentes del agua y de toda la materia orgánica, estando distribuido de manera amplia no sólo en la Tierra sino en todo el universo. Bajo condiciones normales de presión y temperatura, el hidrógeno se presenta como gas diatómico, H_2 .

En la actualidad, la obtención del hidrógeno proviene en su mayoría de las fuentes de energía fósiles, siendo un pequeño porcentaje el que procede de la transformación molecular, gasificación del carbón o electrólisis del agua, siendo este último el método más limpio medioambientalmente.

Se está comenzando a considerar que el hidrógeno es el combustible más adecuado para reemplazar a los combustibles fósiles, ya que tiene una alta eficiencia energética con una combustión limpia. Este elemento posee una energía específica de combustión de 120 MJ/kg, la cual es más del doble de la del gas natural o el petróleo. Por ello, es considerado un combustible apto para sustituir a estos últimos, además de no ser contaminante durante su combustión.

A pesar de todas estas ventajas, el hidrógeno también posee algunas propiedades que lo hacen más peligroso que otros combustibles convencionales: la mínima energía que necesita para incendiarse a condiciones ambientales o su extrema inflamabilidad. Su densidad en condiciones ambientales normales es muy pequeña: 0.0835 kg/m^3 . Esto supone un almacenamiento de menor cantidad de energía por unidad de volumen.

También posee una baja masa molecular: 1 g/mol, la menor de todos los elementos gaseosos que, junto a su baja densidad y su gran difusividad y permeabilidad hacen que sea posible la difusión a través de sólidos. Estas características, dan lugar a la pérdida de combustible almacenado que se filtra hacia la atmósfera, así como a la posible interacción del hidrógeno con la estructura interna de los materiales pudiendo modificar las propiedades mecánicas de los mismos. Este fenómeno es lo que se conoce como daño por hidrógeno.

El término daño por hidrógeno (DPH) cubre toda la variedad de degradación de las propiedades mecánicas, desde la pérdida de ductilidad más o menos pronunciada hasta la fragilización (rotura catastrófica). Cuando la concentración de hidrógeno es lo suficientemente alta, se puede producir el fallo del componente en unas condiciones que a priori no tendrían por qué ser críticas. Los átomos de hidrógeno introducidos en el metal tienden a acumularse en unas zonas de la microestructura que son más favorables para ello. Así, se provoca una concentración local del hidrógeno que aumenta de manera progresiva hasta que se desencadena el micro mecanismo de fallo [1]

Los principales casos de daño por hidrógeno que se pueden desencadenar por la presencia de hidrógeno en los materiales metálicos son los siguientes [2]:

- *Ampollado por hidrógeno (blistering)*: se produce por la recombinación del hidrógeno atómico disuelto en el metal para formar H_2 molecular gaseoso. Se da en condiciones en las que el material es dúctil y los puntos de acumulación de H_2 son cercanos a la superficie. Esta presión provoca el inflado de la piel del material.
- *Precipitación interna de hidrógeno gas*: es similar al caso de ampollado, pero cuando las condiciones de contorno no permiten que el metal ceda y se infle. En estos casos, el hidrógeno provoca el desarrollo de zonas frágiles en el entorno de los puntos en los que se concentra. Las zonas fragilizadas presentan una forma circular con el punto de concentración de gas en su centro.
- *Agrietamiento por precipitación de hidruros*: es un mecanismo en el que el hidrógeno facilita la aparición de fases frágiles en una matriz dúctil. Esto da lugar a pequeños crecimientos de grieta para cargas mucho menores a las de diseño. Sólo se produce en metales formadores de hidruros, como puede ser el titanio.
- *Ataque por hidrógeno (APH)*: se trata de un caso de daño que comparte algunos rasgos con los procesos de presurización interna, con la diferencia de que en este caso el gas no tiene por qué ser hidrógeno. El origen es una reacción con precipitados o inclusiones. El hueco que deja la reducción de los óxidos o carburos es ocupado por el gas que ejerce una presión interna en el material. En general, estos deterioros se producen a temperaturas elevadas.

- *Fragilización por hidrógeno (FPH)*: es el mecanismo de daño que se va a estudiar en este trabajo. Se trata de un proceso en el que los átomos de hidrógeno disueltos en el metal interactúan con su microestructura reduciendo de esta manera su tenacidad. La tipología de fractura puede variar en función del elemento microestructural con el que interactúe el hidrógeno. Por ejemplo, en el caso de que el hidrógeno se concentre en las juntas de grano, se reduce la energía en los enlaces atómicos y facilita la aparición de fracturas intergranulares. Sin embargo, también se puede acumular en otros espacios reticulares. Por ello, en función de la interacción del hidrógeno con los distintos componentes de la microestructura, la fractura puede ser de distintos tipos: clivaje, intergranular o dúctil.

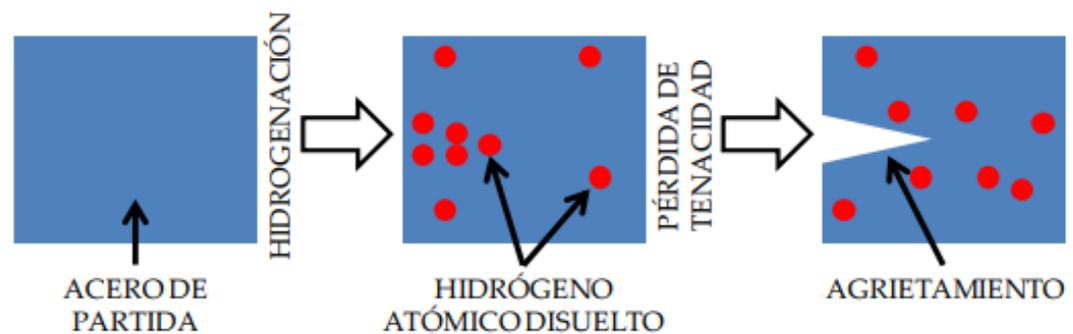


Figura 2.1. Secuencia de fragilización por hidrógeno

2.1.1. Fenómeno de fragilización por hidrógeno

La fragilización por hidrógeno (FPH) es un mecanismo de deterioro de las propiedades mecánicas que experimentan los materiales metálicos. Se produce cuando el hidrógeno, en estado gaseoso, se introduce en la estructura atómica del material y causa una disminución significativa de su resistencia a tracción, alargamiento o tenacidad a la fractura, entre otras.

Estos efectos se vuelven todavía más notables en presencia de grietas o entallas debido a que actúan como concentradores de tensiones, siendo en estas regiones donde más hidrógeno se acumula.

Para que esto suceda deben darse simultáneamente unas condiciones determinadas. Estas son las siguientes [3]:

1. *Ambiente agresivo*: en el que exista una cantidad mínima de hidrógeno. La agresividad del medio depende de su capacidad para introducir hidrógeno en el material, lo que influye en la cantidad de hidrógeno que el material es capaz de absorber.
2. *Tensión de tracción mínima*: se puede producir tanto en presencia de tensiones externas como de tensiones internas, residuales. En cualquier componente que se encuentre en servicio en un medio en el que exista hidrógeno, es muy importante tener en cuenta estas tensiones residuales ya que juegan un papel fundamental en el proceso de fisuración.
3. *Material susceptible*: normalmente la susceptibilidad de los aceros a este fenómeno aumenta al hacerlo la resistencia. La composición química, la microestructura y la presencia de inclusiones son elementos clave en la resistencia a la fisuración inducida por el hidrógeno.

Se trata de un fenómeno de carácter reversible, es decir que, si es detectado a tiempo puede eliminarse mediante tratamientos adecuados. Pero es muy peligroso, ya que no es detectable fácilmente por control no destructivo. Es prácticamente imposible cuantificar el grado de afectación por hidrógeno en el que se encuentra un elemento. Por ello, uno de los grandes problemas que plantea la fragilización por hidrógeno es que provoca fallos de manera repentina, sin previo aviso.

La entrada del hidrógeno en los aceros a temperaturas próximas a la temperatura ambiente provoca una disminución de sus propiedades mecánicas que puede llegar a ser muy significativa. La resistencia a la tracción, el alargamiento, la ductilidad o la tenacidad a la fractura se pueden ver muy afectadas. Se trata, por ello, de un fenómeno a tener en cuenta especialmente en ambientes ricos en hidrógeno o cuando ha entrado una cantidad importante previamente en la aleación.

Para que se produzca el fenómeno de fragilización por hidrógeno en primer lugar se requiere la existencia de una o varias fuentes que suministren hidrógeno a la aleación. Una vez absorbido de manera superficial y atómicamente (la molécula de H_2 se descompone en sus dos átomos), los átomos de hidrógeno se difunden rápidamente en la red cristalina al tratarse de un elemento químico de diámetro atómico muy pequeño [4].

Una parte del hidrógeno permanece en solución sólida en la red cristalina, mientras que la otra parte interacciona con los defectos de la red, quedando atrapado en ellos. Estos defectos, son los bordes de grano, las dislocaciones, la intercara entre matriz e inclusiones y otras zonas donde la energía de interacción con el hidrógeno es mayor que la existente entre el hidrógeno y los intersticios cristalinos de la red [3].

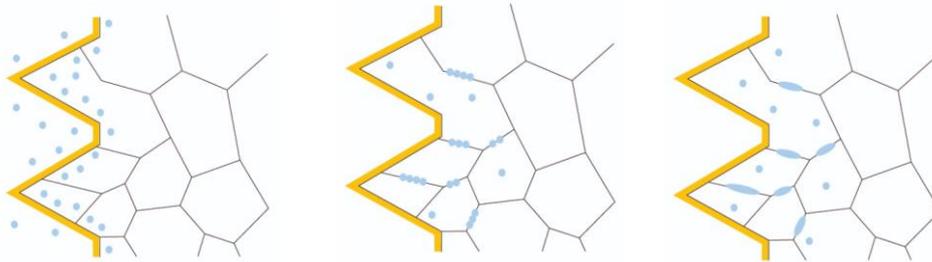


Figura 2.2. Absorción, difusión y acumulación del hidrógeno en los defectos de la red cristalina [5]

Hasta hoy no existe una teoría que sea universalmente aceptada para la fragilización por hidrógeno. Dentro de las teorías aceptadas están la teoría de la presión, la teoría de la adsorción de energía superficial, la teoría de descohesión, las teorías basadas en interacciones hidrógeno-dislocaciones, entre otras [6].

Una característica que es común a todas las teorías que existen sobre la fragilización debida a la presencia de hidrógeno es que, para que se inicie el fallo, debe alcanzarse una concentración crítica de hidrógeno en lugares potenciales de formación de grietas [7]. Esta cantidad de hidrógeno crítica depende de una gran variedad de factores, así como el tipo de microestructura, la naturaleza, forma y localización de los defectos en la estructura cristalina, el estado tensional, etc.

Por tanto, cuanto mayor es la concentración de hidrógeno en el metal, menor es la tensión necesaria para fragilizarlo. Esto significa que a medida que aumenta la cantidad de

hidrógeno presente en el material, la tensión que se necesita para que este fragilice disminuye [3].

No es necesario que el hidrógeno se encuentre presente en grandes concentraciones para que la fragilización tenga lugar. Es posible que, con pequeñas cantidades de átomos de hidrógeno presentes en el metal, unas pocas partes por millón puedan causar una pérdida considerable de las propiedades mecánicas del mismo [6].

El modo de captación de hidrógeno es un factor determinante para distinguir el tipo de fragilización que pueden llegar a desarrollar los aceros. De esta manera se pueden diferenciar dos situaciones, dependiendo de que el hidrógeno sea interno o externo. Estos dos casos son [2]:

- *Fragilización por hidrógeno interno (Internal Hydrogen Assisted Cracking, IHAC):* es la originada por el hidrógeno interno. Este hidrógeno se encuentra presente en el metal debido a su proceso de producción. Puede provenir de las múltiples etapas de su fabricación. Para minimizar la captación de hidrógeno, se recurre, aplicando el vacío, al desgasificado del acero en estado líquido.

En el caso de los productos llevados a cabo por moldeo, el exceso de hidrógeno puede generar poros durante la solidificación del metal y su posterior enfriamiento. Este hidrógeno que ha quedado atrapado es muy difícil de eliminar ya que se encuentra en estado molecular dentro de los poros.

Los productos que han sido realizados mediante laminación en caliente presentan una clara ventaja frente a los moldeados ya que la laminación permite cerrar los poros de hidrógeno presentes en las palanquillas y lingotes. Además, cuanto mayor sea la reducción, mayor será la garantía de minimización del hidrógeno en el producto final.

Tras los procesos de fusión, colada y deformación en caliente, la presencia de hidrógeno interno puede ser debida a la captación durante el tratamiento térmico realizado posteriormente o a los medios empleados para depositar recubrimientos para la protección contra la corrosión.

- *Fragilización por hidrógeno ambiental (Hydrogen Environment Assisted Cracking HEAC):* es la originada por el hidrógeno externo. Este hidrógeno se incorpora al

metal cuando el producto se encuentra ya en servicio. Por una parte, puede deberse a que se encuentre trabajando en atmósferas con elevadas presiones parciales de H_2 o en otro tipo de condiciones hidrogenantes, como la presencia de ácidos. Por otra parte, puede ser la contrapartida de un sistema de protección catódica o un recubrimiento galvánico. Esta fragilización ambiental es, por tanto, producida por los procesos de hidrogenación externa.

2.1.2. Efectos del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de los aceros

La presencia de hidrógeno en una red cristalina metálica da lugar a un deterioro notorio de prácticamente todas las propiedades mecánicas del material. Bajo consideraciones macroscópicas disminuye apreciablemente la ductilidad del material y como consecuencia también la tensión de rotura de aquellos materiales con endurecimiento por deformación. Asimismo, penaliza la resistencia a la fisuración por acción local en el frente de fisura, reduciendo su tenacidad y activando los procesos de fisuración inducida [8].

La fragilización por hidrógeno se traduce en un deterioro notable de la mayoría de las propiedades mecánicas del metal, pudiendo dar lugar a la rotura catastrófica del mismo bajo cargas muy pequeñas. Además, la presencia de hidrógeno reduce considerablemente la ductilidad y la tensión de rotura a tracción, especialmente en presencia de entallas. También disminuye la tenacidad a la fractura del material y aumenta considerablemente la velocidad de crecimiento de las grietas por fatiga [3]. La entrada del hidrógeno es especialmente nociva cuando el componente tiene concentradores de tensión.

En la Tabla 2.1 se resumen los efectos del hidrógeno sobre las diferentes propiedades de los materiales metálicos [3].

La fisuración propia de la fragilización por hidrógeno tiene generalmente un aspecto frágil a escala macroscópica, cuando sin embargo a escala microscópica puede estar asociada a diferentes mecanismos de rotura tanto frágiles (intergranulares o transgranulares) como dúctiles (coalescencia de microhuecos o desgarramiento plástico) [9].

Propiedad	Efecto a la exposición de hidrógeno (H)
Reducción de área	Disminución de hasta el 50%
Resistencia a la tracción	No afecta significativamente
Límite elástico	No resulta especialmente afectado
Tenacidad a la fractura	Disminuye al aumentar la presión de H
Velocidad de crecimiento de grieta por fatiga	Influenciado por la presión y la pureza de H, la frecuencia y la ratio de carga
Micromecanismo de fractura	Cambio desde coalescencia de microhuecos hasta fractura intergranular, pasando por clivaje transgranular

Tabla 2.1. Efecto del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de los metales [3]

El hidrógeno puede causar la transición desde un fallo de tipo dúctil a uno de tipo frágil. Un ejemplo de esta transición en el modo de fractura es el caso del níquel como se muestra en la Figura 2.3. En algunos materiales puede ocurrir este fenómeno, lo que depende de la temperatura, la velocidad de deformación y el contenido de hidrógeno.

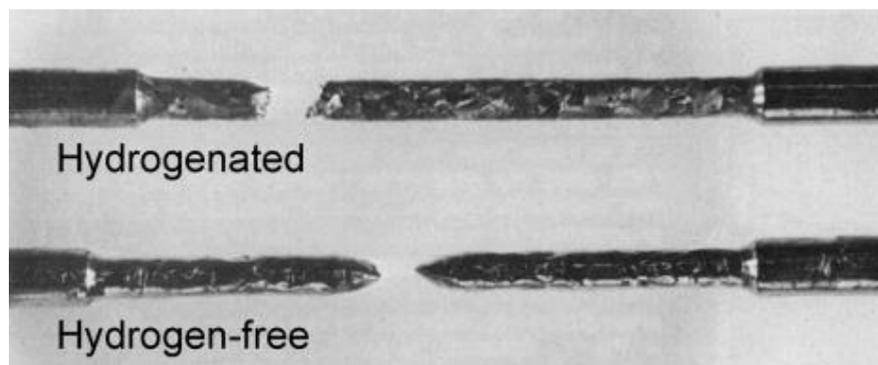


Figura 2.3. Comparativa de fractura con y sin hidrógeno en una probeta de tracción de níquel [10]

El níquel es un metal dúctil a temperatura ambiente en ausencia de hidrógeno, formándose estricciones antes de la rotura. Sin embargo, en presencia de hidrógeno, el fallo se produce perpendicularmente al eje de tracción y se observa poco estrechamiento aparente, finalizando en una rotura de tipo frágil [10].

La adición de pequeñas cantidades de hidrógeno a menudo no cambia el modo de fractura, especialmente en materiales dúctiles donde se espera la coalescencia de microhuecos. Aun así, se ha observado que el hidrógeno provoca una disminución del tamaño de los microhuecos, aplanándolos durante su crecimiento.

2.2. Métodos de carga de hidrógeno

Para poder estudiar el comportamiento de los metales ante la presencia de hidrógeno, primero, éste debe ser producido e introducido en la red cristalina del acero. De esta manera se consiguen asimilar las condiciones en servicio a las que va a estar sometido el material. Las formas más usuales de carga del hidrógeno en la red cristalina de los metales son: la carga gaseosa y la carga electrolítica.

Concretamente, este trabajo se va a centrar en el comportamiento de los aceros a través del método basado en la obtención de hidrógeno por reacciones electroquímicas. Este método presenta como ventajas la seguridad y facilidad que tiene de llevarse a cabo, ya que las instalaciones que se requieren son accesibles a la mayoría de los grupos de investigación. El otro método que podría ser empleado es la carga gaseosa, pero se trata de un método más complicado y costoso. A continuación, se explicarán ambos métodos de precarga.

2.2.1. Carga gaseosa

Con este método lo que se busca es reproducir, de forma precisa, las condiciones reales de servicio a las que va a estar sometido el material. Para ello se usan reactores o autoclaves. La probeta se introduce en el interior de estos creándose un entorno de vacío para garantizar la pureza del gas. Para ello, es necesario purgar el interior de la cámara con nitrógeno, expulsando hacia el exterior cualquier otro gas e impurezas. Tras esto, se introduce el hidrógeno hasta alcanzar la presión deseada y se eleva también la temperatura hasta las condiciones deseadas.

Se trata de equipos muy costosos, pero con los que se consigue la carga de manera rápida al ser posible utilizar una temperatura superior a la del ambiente. Dada la variación exponencial del coeficiente de difusión con la temperatura, la cinética de entrada de

hidrógeno en el acero se puede acelerar significativamente. Esto significa, que al cabo de horas se pueden alcanzar niveles de hidrógeno semejantes a los que se tendrían tras años de servicio a temperatura ambiente. No obstante, existen pocos equipos que permitan realizar el ensayo mecánico a la vez que se produce la carga de hidrógeno, por lo que lo más habitual es que el ensayo se realice en condiciones de laboratorio normales una vez que la probeta haya sido cargada de hidrógeno en un reactor como el mostrado en la Figura 2.4 [3]. A los ensayos que se realizan en ambiente de laboratorio sobre probetas previamente precargadas se los conoce como “ensayos exsitu”.



Figura 2.4. Reactor de hidrógeno de la Fundación Idonial [3]

2.2.2. Carga electrolítica

La carga del hidrógeno por métodos electroquímicos es la que se ha empleado en este trabajo. Este método, además de permitir precargar las probetas previamente a su ensayo, también facilita la realización del ensayo mecánico a la vez que se sigue introduciendo hidrógeno (ensayos insitu).

Este método de carga electroquímica consiste en establecer un flujo de electrones entre el electrodo de referencia (ánodo) y la probeta (cátodo) a través de un electrolito que

actúa como conductor, estableciendo una diferencia de potencial determinada. Esta corriente va circulando y así se genera en la probeta una concentración constante de hidrógeno en la superficie, que una vez adsorbido y absorbido por el material, difunde hacia el interior a través de su estructura cristalina.

En este tipo de carga, los parámetros que afectan al ensayo son, principalmente, la densidad de corriente establecida y el electrolito empleado. El principal inconveniente que presenta este método cuando se utiliza para ensayos insitu, es la necesidad de adaptar la configuración del ensayo para evitar que el electrolito entre en contacto con los útiles necesarios para ejecutar el ensayo.

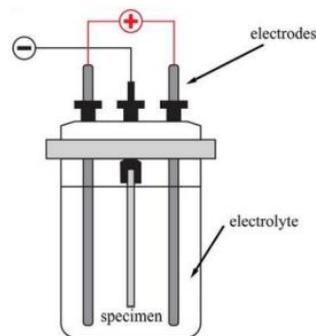


Figura 2.5. Dispositivo empleado para la precarga de hidrógeno

2.3. Ensayo miniatura de punzonado o *Small Punch Test* (SPT)

El ensayo miniatura de punzonamiento (EMP) o *Small Punch Test* (SPT), es un procedimiento de ensayo que pudiendo considerarse prácticamente no destructivo, en virtud del tamaño tan reducido de las probetas que emplea, permite valorar directamente las propiedades mecánicas de los materiales [11].

El ensayo SPT inició su desarrollo en Estados Unidos a principios de la década de los 80 para estudiar la fragilización de los materiales producida por radiación. Su desarrollo continuó en Japón hasta que en Europa los primeros trabajos sobre este ensayo aparecen en 1992 en Reino Unido e Italia [11].

En la actualidad, se trata de un ensayo que se utiliza en la caracterización de materiales metálicos, sobre todo cuando se dispone de poco material. Utilizando el SPT, se

pueden determinar las propiedades mecánicas a tracción (incluyendo la ley de comportamiento del material), la temperatura de transición dúctil-frágil, el comportamiento a fractura y a fluencia, así como estudiar cualquier tipo de fenómeno de fragilización incluyendo la fragilización asistida por el medio ambiente [11].

Este ensayo mecánico consiste en el punzonado de una probeta plana de pequeñas dimensiones deformándola hasta su rotura, mientras se va registrando la carga aplicada en cada instante y el desplazamiento del punzón. Las probetas utilizadas pueden ser cuadradas, de 10 mm de lado o circulares, de 10 mm de diámetro y un espesor que ronda los 0.5 mm. Como ventaja del pequeño tamaño de las probetas, cabe destacar que se trata de un ensayo muy adecuado para caracterizar zonas muy pequeñas, las cuales no sería posible analizar con otros tipos de ensayos, como pueden ser zonas afectadas térmicamente de uniones soldadas o las diferentes capas individuales de los materiales que han sido recubiertos.



Figura 2.6. Comparativa del tamaño de una probeta SPT 10x10 mm²

El ensayo consiste en fijar el contorno de la probeta, empotrándola entre dos matrices, para posteriormente deformar la probeta hasta su rotura utilizando un punzón de cabeza semiesférica de 2.5 mm de diámetro. La matriz de apoyo ha de presentar un agujero central de 4 mm de diámetro y con canto redondeado de 0.2 mm. Estas dimensiones son las normalmente establecidas por la Norma EN-UNE 10371, recientemente aprobada para el uso de este ensayo en la caracterización mecánica de materiales metálicos [12].

Los datos que se recogen durante el ensayo son la carga que se le va aplicando a la probeta y el desplazamiento del punzón o el desplazamiento de la cara de la probeta que no está en contacto con el punzón (cara sometida a esfuerzos de tracción). En la Figura 2.6 se muestra un esquema del tipo de dispositivo utilizado para el ensayo. En este caso el desplazamiento

del punzón se está midiendo con ayuda de un extensómetro COD (*Crack Opening Displacement*), colocado entre la parte fija y la móvil del dispositivo.

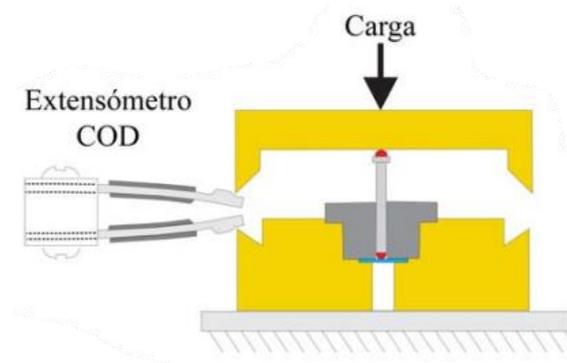


Figura 2.7. Esquema del dispositivo de ensayo SPT [13]

El dispositivo se monta en una máquina universal de ensayos, eléctrica y de reducidas dimensiones. La posibilidad de utilizar una máquina de ensayo tan simple es una gran ventaja con la que cuenta el método SPT, debido a que el ahorro en energía, consumibles, mantenimiento, etc. es considerable en comparación con las máquinas de ensayo empleadas habitualmente para la caracterización mecánica de aceros [13].

De esta manera, tras la realización del ensayo, se obtiene un gráfico representativo de la fuerza ejercida del punzón contra la probeta frente al desplazamiento de este. Esta es la curva carga-desplazamiento que caracteriza a la mayoría de los aceros estructurales, la cual varía según los aceros tengan comportamiento dúctil o frágil. En la Figura 2.8 se puede observar, para cada uno de estos casos, sus curvas carga-desplazamiento características, así como las diferentes zonas de comportamiento y una imagen del aspecto final típico de las probetas para cada tipo de rotura. La curva azul es el material dúctil y la roja el frágil. En el caso de comportamiento dúctil, el fallo se produce en forma de una grieta circunferencial similar a una sonrisa, que se genera en la zona de máxima deformación plástica. En el caso del comportamiento muy frágil, el fallo se inicia en el centro de la probeta (máxima tensión) y las grietas crecen radialmente, produciendo una especie de estrella. Los comportamientos intermedios suelen presentar formas de fallo mixtas, con grietas que crecen radialmente a partir de una grieta circular.

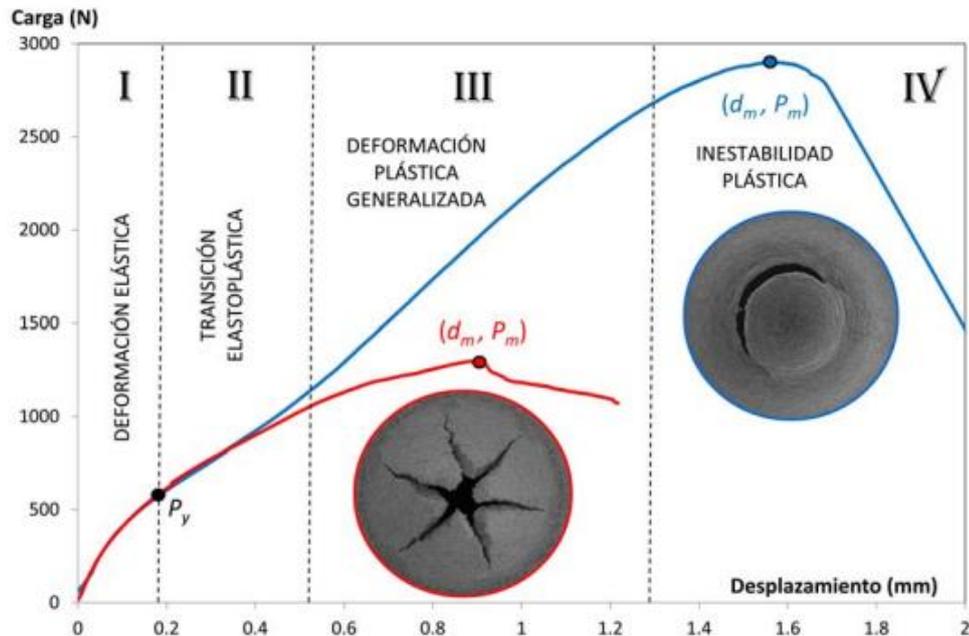


Figura 2.8. Curvas características Small Punch Test [13]

Atendiendo a la curva de comportamiento dúctil, existen cuatro zonas bien diferenciadas:

- *Zona I o zona de comportamiento elástico:* ocurre al comienzo del ensayo debido a la indentación producida por la cabeza del punzón sobre la superficie de la probeta. El acero sufre una deformación mayoritariamente elástica. En este tramo se cumple la Ley de Hooke, se trata de una región rectilínea. Si en cualquier punto de esta zona la carga cesa, la probeta recupera su forma inicial. Esto se debe a que las deformaciones elásticas son reversibles.
- *Zona II:* zona de transición entre la zona elástica y la zona plástica, donde las deformaciones empezarán a ser permanentes.
- *Zona III:* zona de régimen plástico, todas las deformaciones del material serán permanentes y por tanto irreversibles.
- *Zona IV:* se entra en una zona de inestabilidad plástica en la que va a ocurrir la rotura. Ya en las proximidades de la carga máxima, P_m , la pendiente de la curva va

disminuyendo hasta que alcanza la resistencia a la tracción del material y finalmente, la grieta alcanza el espesor completo de la probeta dando lugar a su rotura. Cuando esto sucede se puede observar un descenso de la carga con el cual finaliza el ensayo.

En el caso del comportamiento frágil, la *Zona I* y la *Zona II* podrían considerarse análogas a las del comportamiento dúctil. Sin embargo, en la *Zona III*, en lugar de producirse un endurecimiento por deformación típico del comportamiento dúctil, la capacidad de carga de la probeta comienza a caer. Esta disminución produce su rotura para un desplazamiento de punzón más bajo que en el caso del comportamiento dúctil, así como, una menor deformación.

En la Figura 2.7 se pueden observar algunos de los puntos característicos de las curvas SPT. Concretamente, el punto de carga máxima, P_m y el desplazamiento correspondiente a dicha carga máxima, d_m . También el punto donde se calcula la carga de fluencia P_y , que está relacionado con el valor de la carga entre la zona I y II.

Existen diferentes propuestas para la estimación del límite elástico y la resistencia a la tracción mediante SPT. Uno de los puntos clave de este ensayo, en el que existe un consenso entre todos los investigadores, es la relación lineal existente entre el límite elástico, σ_{ys} , y la carga de fluencia, P_y . La expresión general se puede ver en la ecuación (2.1) [13]:

$$\sigma_{ys} = \alpha_1 \frac{P_y}{t^2} + \alpha_2 \quad (2.1)$$

Siendo α_1 y α_2 constantes del ensayo y t el espesor inicial de la muestra.

Sin embargo, como se puede observar en la Figura 2.9, existen diferentes propuestas para el cálculo de P_y . La primera propuesta fue llevada a cabo por Mao y Takashashi [14], que definen P_y como el punto de cruce de dos tangentes definidas entre el régimen elástico (zona I) y el régimen plástico (zona II) y así obtener P_{y_Mao} en el punto de corte de ambas rectas. La propuesta del CEN (Código Europeo de Normalización) propone una ligera modificación de este criterio, en la que P_y se define como la proyección vertical del punto de cruce de las dos tangentes en la curva de ensayo, dando lugar a P_{y_CEN} . Otros autores la definen como el punto de cruce entre la curva SPT y una línea recta paralela a la pendiente inicial del gráfico con un desplazamiento de compensación de $t/10$ en el caso de $P_{y_t/10}$ o de

$t/100$ para $P_{y,t/100}$. Por último, la propuesta más reciente toma P_y como la carga correspondiente al primer punto de inflexión ubicado en la zona I, siendo este P_{y_inf} [15].

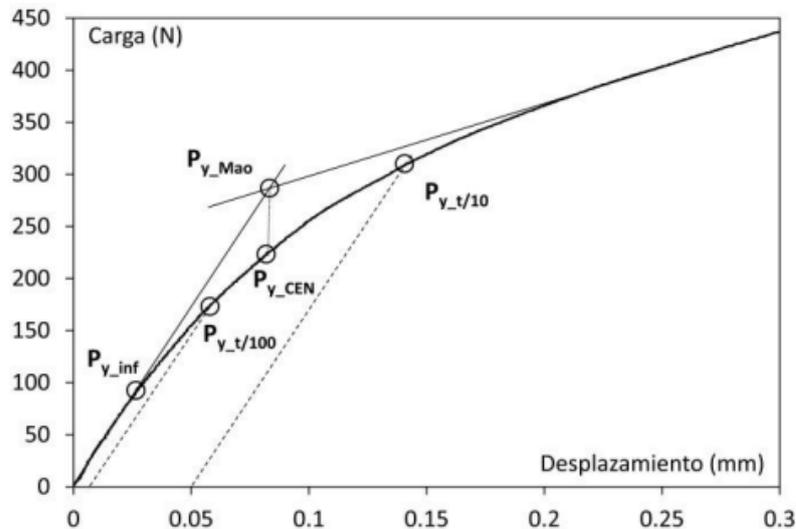


Figura 2.9. Diferentes propuestas para el cálculo de P_y en la curva SPT [16]

En el presente trabajo, concretamente, se utilizará la propuesta de estimación de $P_{y,t/10}$ al haber sido la utilizada por el grupo de investigación SIMUMEAMAT de la Universidad de Oviedo en todos sus trabajos [13]. Este método ha mostrado resultados muy satisfactorios a la hora de realizar la correlación entre este parámetro y el límite elástico del material (σ_{ys}), tal y como se puede observar en la Figura 2.10. En ella se comparan σ_{ys} con el valor de la $P_{y,t/10}/t^2$, observándose que existe una menor dispersión que en el caso de las demás propuestas.

Dependiendo del tipo de parámetro que se quiera utilizar para calcular el límite elástico, existen unos valores de α_1 y α_2 propuestos por diferentes autores mediante el estudio de un amplio abanico de materiales. En este caso, los parámetros que han sido propuestos por T.E. García et al [13] son $\alpha_1 = 0.346$ y $\alpha_2 = 0$ quedando la ecuación (2.1) modificada como se puede ver en la ecuación (2.2).

$$\sigma_{ys} = 0.346 \frac{P_{y,t/10}}{t^2} \quad (2.2)$$

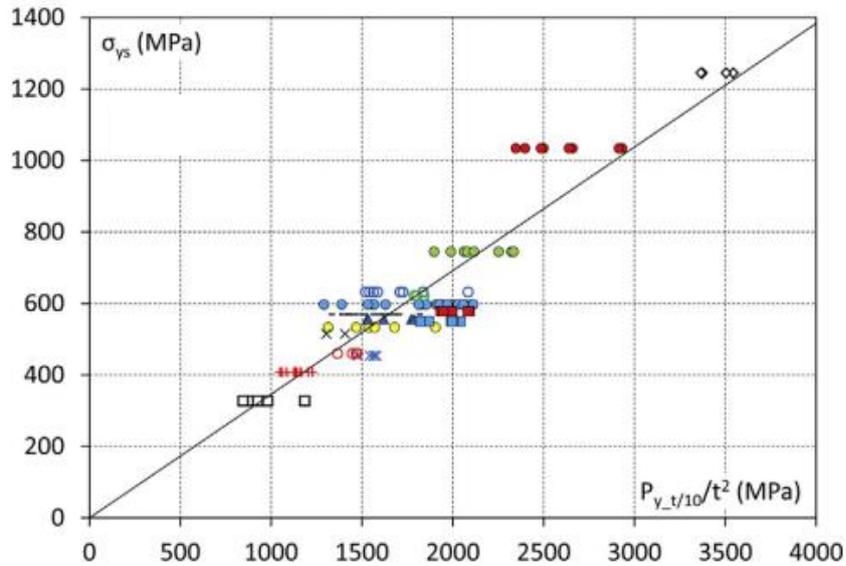


Figura 2.10. Relación entre $P_{y,t/10}/t^2$ y σ_{ys} [15]

En lo que respecta a la estimación de la resistencia a tracción, σ_{ut} , la carga del ensayo SPT a utilizar resulta más clara que en el caso del límite elástico: es la carga máxima, P_m . En general P_m dividido por t^2 está directamente relacionado con la resistencia última a tracción cuando el comportamiento del material es frágil, tal y como se refleja en la expresión (2.3). Sin embargo, cuando el comportamiento es dúctil, la ecuación a utilizar es la (2.4), que divide la carga máxima por el espesor de la probeta y por el desplazamiento del punzón en la carga máxima d_m [15].

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \frac{P_m}{t^2} + \beta_2 \quad (2.3)$$

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \frac{P_m}{(d_m \cdot t)} + \beta_2 \quad (2.4)$$

Siendo β_1 y β_2 unos coeficientes que se obtienen de manera empírica.

De acuerdo con T.E. García [12], en el caso de utilizar la ecuación (2.4) los parámetros más adecuados son $\beta_1 = 0.277$ y $\beta_2 = 0$. Así, la expresión (2.5) es la utilizada para el caso de materiales dúctiles.

$$\sigma_{ut} = 0.277 \frac{P_m}{(d_m \cdot t)} \quad (2.5)$$

En cuanto a la ecuación (2.3), en el caso de materiales frágiles, M. Fernández [17] propone utilizar exactamente la misma expresión que se utiliza con el límite elástico:

$$\sigma_{ut} = 0.346 \cdot \frac{P_m}{t^2} \quad (2.6)$$

En cuanto a la expresión para calcular el alargamiento a rotura, C. Rodríguez et al. [18] proponen la ecuación (2.7)

$$A(\%) = 7 \cdot \frac{dm}{t} \quad (2.7)$$

Por su parte, a la hora de obtener una estimación directa de la tenacidad a fractura a través del ensayo SPT, el parámetro más utilizado es el valor de la deformación biaxial equivalente, ε_{qf} . Esta, se calcula como se muestra en la expresión (2.8) siendo t el espesor inicial de la probeta antes del ensayo SPT y t_f el espesor final tras el ensayo medido en la zona de fallo, como se muestra en la Figura 2.10

$$\varepsilon_{af} = \ln\left(\frac{t}{t_f}\right) \quad (2.8)$$

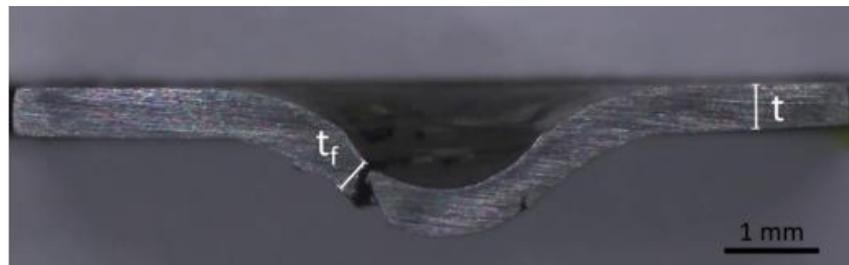


Figura 2.11. Sección transversal de la probeta tras el ensayo SPT

Utilizando este parámetro, es posible obtener la tenacidad a la fractura para el caso de aceros dúctiles, por medio de la ecuación (2.9)

$$J_{IC} = 1695 \cdot \varepsilon_{qf} - 1320 \quad (2.9)$$

No se puede establecer una relación coherente entre la deformación biaxial equivalente y la tenacidad a la fractura en el caso de aleaciones de tipo frágil. La expresión

(2.9) se obtuvo ensayando materiales con comportamiento elastoplástico cuyos resultados mostraban un valor de deformación biaxial equivalente superior a 0.8, permitiendo así la obtención de una relación lineal, como puede apreciarse en la Figura 2.12 [12].

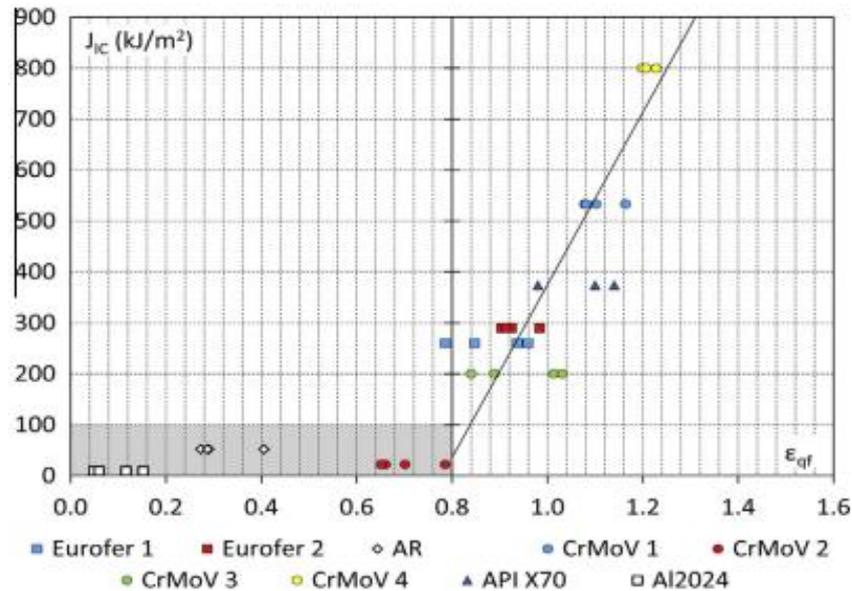


Figura 2.12. Relación entre ϵ_{qf} y J_{IC} [15]

2.3.1. Ensayos SPT con hidrógeno

El ensayo SPT también ha demostrado ser muy útil en la caracterización del comportamiento a tracción de materiales en presencia de hidrógeno[19],[20],[21],[22],[23].

Los primeros trabajos donde se utilizó este ensayo para determinar la fragilización por hidrógeno fueron los el de García et al. [19] en los que utilizaba probetas procedentes de distintas zonas de una unión soldada de un acero CrMoV. La carga de hidrógeno se realizó mediante métodos electroquímicos utilizando un electrolito formado por 1 M de H₂SO₄ en agua destilada con 10 gotas de CS₂ y 10 mg de As₂SO₃ con una densidad de corriente muy elevada (20 mA/cm²). Los resultados obtenidos se compararon con los procedentes de ensayos de tracción realizados en las mismas condiciones de carga electroquímicas. Los resultados fueron esperanzadores, pero la elevada densidad de corriente utilizada provocó daños por corrosión que afectaron a los resultados.

Utilizando unas condiciones de ensayo SPT parecidas, estos mismos autores [21] también compararon el comportamiento de probetas SPT entalladas con el exhibido por probetas de fractura estándar. Aunque los resultados volvieron a ser prometedores, las conclusiones no pasaban de ser que el ensayo SPT era capaz de captar la fragilización.

En otro trabajo, García et al. [22] utiliza el ensayo SPT para comparar los resultados de fragilización obtenidos cuando se utilizan probetas precargadas ensayadas posteriormente en condiciones de laboratorio (ensayos ex situ) con los obtenidos cuando la probeta era solicitada mecánicamente a la vez que se producía la carga de hidrógeno (ensayos insitu), encontrando una gran diferencia entre la respuesta a la fragilización de unas y otras. A esta conclusión también llegó G. Álvarez et al [23] al utilizar probetas SPT precargadas mediante hidrógeno a presión.

En este último artículo, se analizó, además, el comportamiento de distintas zonas de una unión soldada mediante ensayos SPT insitu realizados en unas condiciones de carga electrolítica muy controladas: una densidad de corriente constante de 1 mA/cm² en una solución de 2 M de H₂SO₄ con 0.25 g/l de As₂O₃, de modo que el porcentaje de hidrógeno introducido era similar al que tendrían esos materiales al contener hidrógeno a presión. Se utilizaron probetas SPT con una entalla longitudinal no pasante. En este trabajo se proponía la energía encerrada bajo la curva hasta el punto de carga máxima (W_m) dividida por el espesor de la probeta al cuadrado como el parámetro más representativo a la hora de analizar la fragilización. También se propone como índice de fragilización por hidrógeno (*Hydrogen Embrittlement Index*, HEI) el que relaciona la variación de este parámetro cuando se comparan probetas sin carga de hidrógeno, W_m/t^2 , con las que han sido ensayadas en presencia de este elemento, W_H/t^2 , expresándose en forma de porcentaje como se muestra en la ecuación (2.10):

$$HEI(\%) = \frac{w_m/t^2 - w_H/t^2}{w_m/t^2} \cdot 100 \quad (2.10)$$

Esta ecuación del índice de fragilización por hidrógeno no tiene que ser utilizada necesariamente con la energía normalizada. Puede ser empleada para cualquier propiedad mecánica que haya sido evaluada tanto en ambiente de hidrógeno como en ausencia de este,

siempre y cuando se hayan empleado las mismas condiciones de ensayo (temperatura, humedad, presión, etc.)

Dando un paso más en esta línea de investigación, G. Álvarez et al. [24] utilizando probetas SPT convencionales (sin entalla) y el mismo tipo de carga electroquímica, analizan el comportamiento de un acero cuando se utilizan dos intensidades de corriente distintas, así como el efecto de la velocidad de aplicación de la carga. Las intensidades de corriente utilizadas son 0.50 y 1 mA/cm². Con los resultados que se obtuvieron se llegó a la conclusión de que la ubicación de la rotura dependerá de que se alcance una concentración de hidrógeno crítica en dicha zona. A medida que la velocidad de aplicación de la carga disminuye, el hidrógeno tiene más tiempo para su difusión y la densidad de corriente aumenta debido a la mayor concentración de hidrógeno, lo que hace que todos los índices de fragilización aumenten.

Es destacable, que independientemente de las condiciones de ensayo, el valor de la carga P_y apenas se ve modificado cuando el ensayo se realiza en presencia de hidrógeno [24]. Sin embargo, con los valores de la carga P_m y el desplazamiento obtenido en este punto de carga máxima, d_m , ocurre justamente lo opuesto, es decir, se obtienen valores cada vez más pequeños conforme a la cantidad de hidrógeno aumenta.

Debido a la sensibilidad del punto de carga máxima a la presencia de hidrógeno, es posible calcular la energía SPT de fractura, W_{SPT} , como el área encerrada bajo las curvas hasta dicho punto en cada uno de los ensayos tal y como se puede apreciar en la Figura 2.13. Vemos que las curvas características muestran diferencias según el comportamiento sea dúctil o frágil.

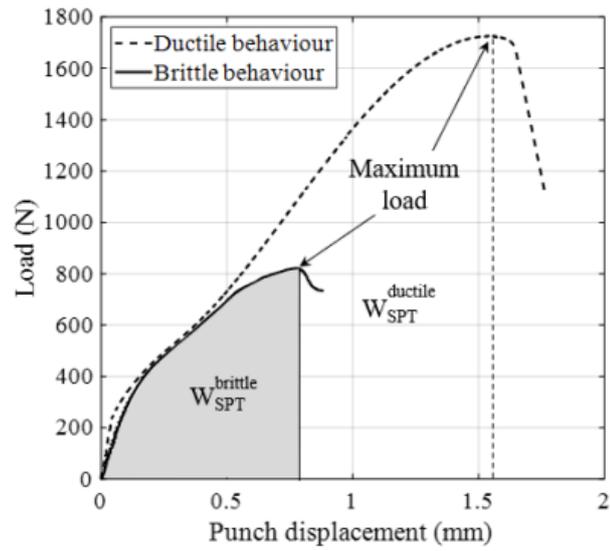


Figura 2.13. Curvas carga-desplazamiento tras el ensayo SPT y sus energías correspondientes

3. Materiales

Los materiales que se han utilizado para el estudio son diferentes tipos de acero, concretamente nueve clases distintas. Los aceros utilizados han sido dos de la familia 42CrMo4, que se caracterizan por haber sido sometidos a dos temperaturas de revenido distintas: 550°C y 700°C. Dos aceros de la familia CrMoV que constituyen una unión soldada: el que denominaremos CrMoV-BM (*base metal*) que se utilizó como metal base y el CrMoV-WM (*weld metal*) que es el metal fundido de la soldadura. También se utilizaron dos aceros de alta resistencia de la familia CrNiMn, con grados de resistencia R5 y R6, así como un tipo Eurofer, denominado AF1-BR, y dos aceros estructurales, uno de alta resistencia, el H8, utilizado en la fabricación de estructuras armadas y, por último, un S355, conocido por su uso extendido en la industria off-shore.

3.1. Aceros 42CrMo4-550 y 42CrMo4-700

Los aceros 42CrMo4 son aceros aleados de uso muy generalizado, pertenecientes a la familia de aceros Cr-Mo. Se utiliza con frecuencia cuando se requiere una buena combinación de resistencia y tenacidad. Suelen utilizarse para fabricar piezas críticas de alta resistencia para compresores y turbinas, así como componentes de maquinaria pesada terrestre y subterránea. También son adecuados para piezas que requieren de una alta resistencia al desgaste, como pueden ser piñones o cigüeñales [25].

Se trata de aceros templados y revenidos, de modo que la diferencia entre los dos que se utilizarán en este trabajo es la temperatura de revenido tras el temple, que en un caso ha sido de 550°C y en otro 700°C. Para obtenerlos, se partió de chapas de acero laminadas en caliente de dimensiones 250 x 250 mm² y un espesor de 12 mm. La composición química de la chapa de partida se muestra en la Tabla 3.1.

Acero	%C	%Cr	%Mo	%Mn	%Si	%P	%S
42CrMo4	0.42	0.98	0.22	0.62	0.18	0.008	0.002

Tabla 3.1. Composición química del 42CrMo4

Las chapas de partida se sometieron a un tratamiento térmico que consistió en un austenizado a 845° durante 40 minutos, seguido por un posterior temple en agua hasta temperatura ambiente. Para finalizar, se aplicó un revenido para mejorar su tenacidad. Este tratamiento final se realizó durante 2 horas y fue llevado a cabo a 550°C en el caso del **42CrMo4-550** y a 700°C para el **42CrMo4-700**.

La microestructura típica de estos aceros se compone principalmente de martensita revenida, con presencia de carburos que precipitan como consecuencia del proceso de revenido. El tamaño y distribución de dichos carburos dependerá de la temperatura de revenido. En la Figura 3.1 se muestran dos imágenes típicas de la microestructura de los dos aceros 42CrMo4 analizados.

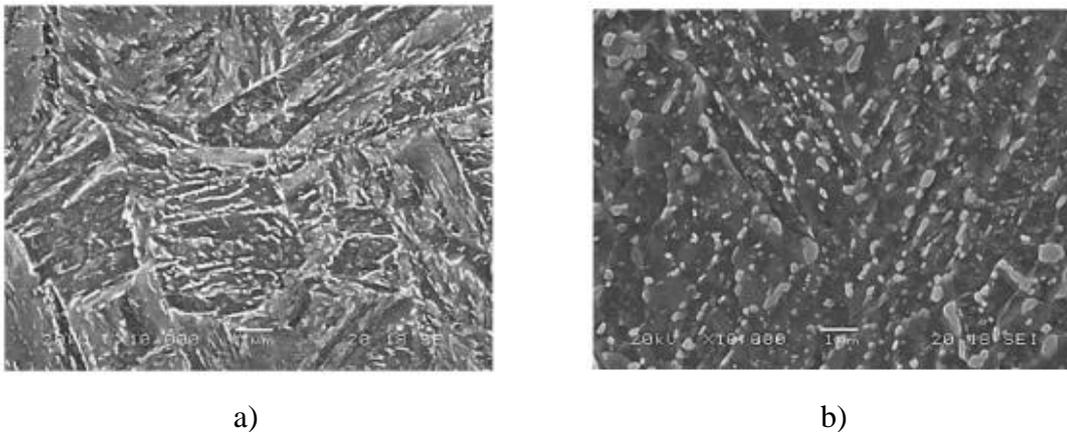


Figura 3.1. Microestructura de los aceros: a) 42CrMo4-550 y b) 42CrMo4-700

Ambos tipos de aceros fueron caracterizados mecánicamente en trabajos anteriores [26] mediante la realización de ensayos de dureza, tracción y tenacidad a la fractura. La Tabla 3.2, recoge los principales parámetros mecánicos obtenidos, siendo E el módulo elástico o módulo de Young, σ_{ys} el límite elástico, σ_{ut} la resistencia a tracción, e el alargamiento, RA la reducción de área, HV10 la dureza Vickers y J_{IC} el valor crítico de la tenacidad a la fractura.

Acero	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	RA (%)	HV10	J_{IC} (kJ/m ²)
42CrMo4-550	210	1023	1113	14	49	307	280
42CrMo4-700	229	622	710	22	61	207	580

Tabla 3.2. Propiedades mecánicas de los aceros 42CrMo4-550 y 42CrMo4-700

Como puede observarse, la aplicación de una mayor temperatura de revenido provoca una disminución de la dureza y la resistencia del acero 42CrMo4-700 frente al 42CrMo4-550, pero a cambio de una gran mejora en ductilidad y tenacidad.

3.2. Aceros CrMoV-BM y CrMoV-WM

El acero *CrMoV* es un tipo de acero ferrítico de baja aleación, es resistente a la fluencia y se suele emplear en entornos con temperatura elevada. Gracias a su buena resistencia a altas temperaturas los convierte en materiales confiables para aplicaciones industriales críticas. Este tipo de acero es utilizado típicamente en distintas partes de centrales eléctricas como pueden ser turbinas o carcasas de válvulas. Aun así, su uso más extendido es en la fabricación de estructuras en servicio en entornos con presencia de hidrógeno, resultando una de las familias de aceros más adecuada para ello [27].

Ambos materiales fueron recibidos en forma de cupón soldado de 108 mm de espesor en el que la soldadura había sido realizada por arco sumergido.

El material base, CrMoV-BM, cuya composición química se muestra en la Tabla 3.3 había sufrido un tratamiento de normalizado a 925°C durante 30 minutos, tras el que se templó en agua y se sometió a un tratamiento de revenido durante 3 horas a 720°C.

Acero	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%Ni
CrMoV-BM	0.15	0.09	0.52	2.27	1.06	0.31	0.19

Tabla 3.3. Composición química del acero CrMoV-BM

Por su parte, tras el proceso de soldadura por arco sumergido, el cupón fue sometido a un tratamiento de deshidrogenación a 350°C durante 4 horas. La composición química de del metal fundido, CrMoV-WM, tras la soldadura se recoge en la Tabla 3.4.

Acero	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%Ni
CrMoV-WM	0.08	0.04	1.08	2.28	0.93	0.24	0.03

Tabla 3.4. Composición química del acero CrMoV-WM

Haciendo referencia a las microestructuras de estos metales (Figura 3.2), se trata en ambos casos de una mezcla de martensita y bainita, que en el caso del metal base (Figura 3.2.a) cuenta con carburos precipitados a consecuencia del proceso de revenido sufrido, mientras que en el caso del *CrMoV-WM* (Figura 3.2.b), que no ha contado con un proceso de revenido posterior no se observan dichos carburos precipitados.

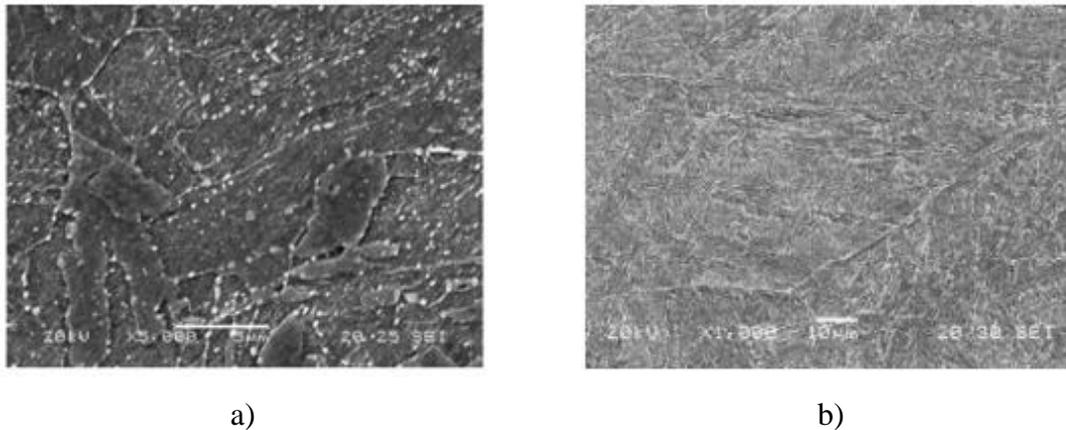


Figura 3.2. Microestructuras: a) CrMoV- BM; b) CrMoV-WM

Como queda recogido en la Tabla 3.5, la ausencia de revenido en el caso del *CrMoV-WM*, se hace presente en sus propiedades mecánicas resistentes, mucho más elevadas que en el caso del *CrMoV-BM*. A cambio, obviamente el *CrMoV-WM* muestra una ductilidad y, sobre todo una tenacidad muy inferior a la del metal base [23].

Acero	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	HV10	J_{IC} (kJ/m ²)
CrMoV-BM	209	597	710	20.2	228	530
CrMoV-WM	220	1019	1120	16.9	386	-

Tabla 3.5. Propiedades mecánicas del CrMoV y del CrMoV-WM

3.3. Aceros CrNiMn: R5 y R6

Con respecto a los aceros del tipo CrNiMn, se han utilizado dos tipos que son el **R5** y el **R6**. Se tratan de aceros de alta resistencia, y se han designado como R5 y R6 haciendo referencia a su grado de resistencia. Se tratan de aleaciones de aceros que se están comenzando a emplear de manera recurrente para la fabricación de eslabones de gran tamaño destinados al anclaje de plataformas off-shore a los fondos oceánicos.

Estos aceros se obtienen a partir de barras cilíndricas de 120 mm de diámetro mediante procesos de temple y revenido, dando lugar a una microestructura de martensita revenida. Posteriormente, se trasladan a factorías donde son forjadas para conformar los eslabones.

La composición química de ambos aceros, suministrada por el fabricante, y recogida en la Tabla 3.6 es la misma, diferenciándose únicamente en el proceso de fabricación, en el que se han empleado distintas temperaturas de revenido y distintos pasos de forja.

	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%N	%Cu	%Mo	%Ni
Acero	0.232	0.24	1.25	2.27	0.005	0.062	0.25	0.51	1.08
CrNiMn	%Cr	%V	%Ti	%Al	%Sn	%O	%As	%Sb	%Fe
	1.05	0.1	0.002	0.016	0.011	0.0017	0.012	0.005	Resto

Tabla 3.6. Composición química CrNiMn

También la microestructura de ambos aceros es muy semejante, tratándose en ambos casos de martensita revenida. En la Figura 3.3 se recoge una imagen de dicha microestructura proporcionada por el fabricante.

En cuanto a las propiedades mecánicas, que se recogen en la Tabla 3.7 [28], se observa que el acero R6 tiene una resistencia ligeramente mayor que el R5, en virtud de un tratamiento térmico ligeramente diferente entre ambos aceros.

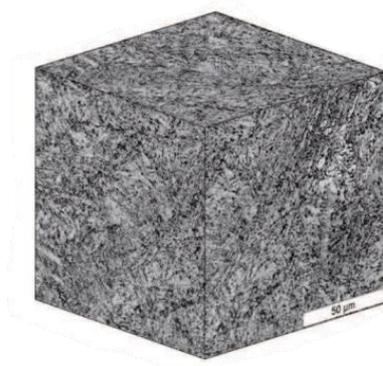


Figura 3.3. Microestructura del acero CrNiMn

Acero	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)
R5	205	920	1015
R6	205	1070	1178

Tabla 3.7. Propiedades mecánicas de los aceros CrNiMn R5 y R6

3.4. Acero AF1-BR

El acero **AF1-BR**, o Asturfer, es un acero fabricado en Asturias que trata de alcanzar las propiedades del conocido Aurofer. Se trata de un acero ferrítico/martensítico resistente a la fluencia que se emplea para necesidades de temperatura comprendida entre 400 y 550 °C. Se considera la aleación más adecuada para ser usada como material estructural para el reactor de fusión DEMO, debido a sus ventajas de baja expansión y reducción de la fragilización por helio en comparación con los aceros austeníticos [28]. La composición química de este acero no está disponible, pero se cuenta con una imagen de su microestructura (Figura 3.4) y con sus propiedades mecánicas a tracción (Tabla 3.8)

Acero	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)
AF1-BR	245	550	724	21.1

Tabla 3.8. Propiedades mecánicas del AF1-BR



Figura 3.4. Microestructura del acero AF1-BR

3.5. Acero H8

El caso del **H8** es un acero de elevada resistencia, utilizado en la fabricación de submarinos. Este acero, cuya composición química se muestra en la Tabla 3.9, ha sido sometido a un tratamiento térmico de temple y revenido. El revenido se realizó durante 30 minutos a una temperatura de 600° [29]. La Figura 3.5, muestra una micrografía de la microestructura del acero, en la que se observa los típicos paquetes martensíticos, así como cierta cantidad de carburos precipitados.

Acero	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Cu	%Ni	%Mo	%V
H8	0.15	0.25	0.25	158	0.13	3.05	0.55	0.05

Tabla 3.9. Composición química H8

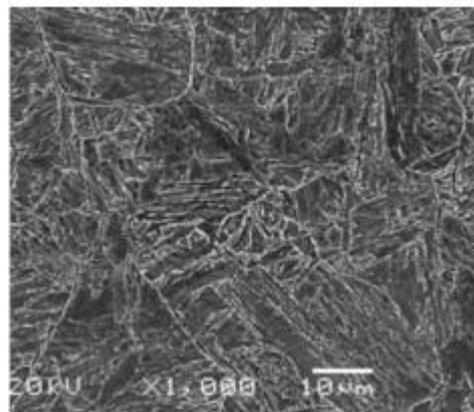


Figura 3.5. Microestructura del acero H8

Por su parte, la Tabla 3.10, muestra las propiedades mecánicas del acero H8 [29].

Acero	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	RA (%)	HB	J _{IC} (kJ/m ²)
H8	205	790	857	21	68	285	450

Tabla 3.10. Propiedades mecánicas H8

3.6. Acero S355

El acero S355 es un tipo de acero muy empleado en construcción. Se trata de uno de los aceros estructurales sin alea más comúnmente utilizados en Europa. Está destinado

principalmente para la construcción de edificios y obras de ingeniería civil, para fabricar distintos perfiles y estructuras metálicas, piezas y elementos de maquinaria terrestre y subterránea. También es comúnmente utilizado para dar lugar a elementos como bulones, cadenas, ejes de ferrocarril o bielas.

Es un acero no aleado al carbono-manganeso de alto rendimiento, que cuenta con excelentes propiedades mecánicas, además de una ductilidad y tenacidad satisfactorias. Utilizado como acero estructural tiene una excelente resistencia y soldabilidad, siendo fácilmente soldable a otros aceros. Posee, también, buenas propiedades de formación en frío [30].

La composición química del acero S355 utilizado en este trabajo es la que se encuentra en la Tabla 3.11, mientras que la Figura 3.6 recoge su microestructura ferrito-perlítica típica.

Acero	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Cu	%Ni	%Mo
S355	0.13	0.8	0.26	1.58	0.27	0.25	0.05

Tabla 3.11. Composición química S355

Por último, la Tabla 3.12, recoge las propiedades mecánicas a tracción, dureza y fractura de dicho acero [29].

Acero	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	RA (%)	HB	J _{IC} (kJ/m ²)
S355	210	386	472	32	77	145	750

Tabla 3.12. Propiedades mecánicas S355

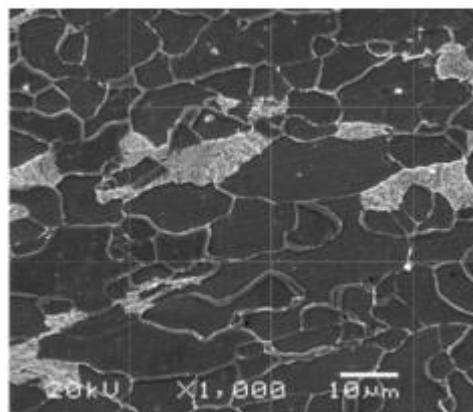


Figura 3.6. Microestructura del acero S355

4. Caracterización mecánica de los materiales mediante ensayo SPT sin hidrógeno

4.1. Procedimiento experimental

En este apartado se realizará una explicación del procedimiento a seguir para llevar a cabo los ensayos SPT. Primero se va a comenzar explicando la obtención y preparación de las probetas de ensayo, a continuación, se va a describir el ensayo SPT, el análisis fractográfico y, finalmente, el cálculo de la deformación biaxial.

En este apartado del trabajo los datos que se exponen son todos de ensayos realizados al aire en ambiente normal de laboratorio, es decir, sin ninguna afectación del hidrógeno. Se utilizan los aceros tal y como han sido obtenidos.

4.1.1. Preparación de las probetas

Estas probetas se obtienen a partir de chapas de espesor 0.5 mm de los distintos aceros, que son previamente cortadas para conseguir las probetas de dimensiones adecuadas para el ensayo SPT. Estas dimensiones son de 10x10 mm², para ello se utilizó una cortadora metalográfica situada en el Área de Ciencia de los Materiales de la Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón.

De cada chapa se obtienen varias probetas para este tipo de ensayo, ya que se tratan de probetas de pequeñas dimensiones. Se han ensayado varias probetas de cada uno de los tipos de aceros como puede verse un ejemplo en la Figura 4.1.

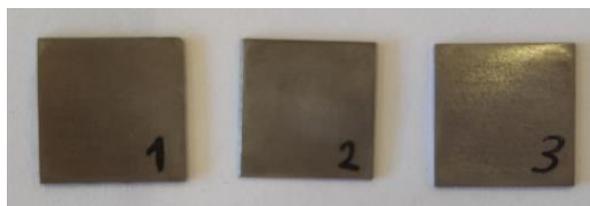


Figura 4.1. Ejemplo de 3 probetas de uno de los aceros tras ser cortadas

Una vez que las probetas han sido cortadas, al no conseguir las dimensiones exactas requeridas para el ensayo, es necesario eliminar los partes sobrantes y redondear las esquinas para que puedan encajar en la máquina tal y como se aprecia en la Figura 4.2. Esto se realiza con hojas de lija de grano grueso.

En el caso del acabado superficial de las probetas, es necesario eliminar los óxidos y las imperfecciones presentes. Se comienza con una hoja de lija con tamaño de grano más grueso para acabar con un tamaño de grano más fino e igual en todos los casos de los aceros. Así se consigue el mismo acabado superficial en todas las probetas SPT.



Figura 4.2. Situación de la probeta SPT en la máquina de ensayo una vez lijada

Tras esto, y antes de comenzar con el ensayo SPT, se procede a medir los espesores de las probetas con un micrómetro. Se toman cinco medidas del entorno del centro de la probeta, el cual va a ser posteriormente penetrado por el punzón. Con estas cinco medidas se realiza la media, que se va a encontrar cerca de los 0.5 mm. Este valor va a ser el que se va a utilizar como el espesor inicial (t).



Figura 4.3. Extensómetro utilizado para medir el espesor de las probetas

4.1.2. Ensayo SPT convencional

El ensayo mecánico que se ha llevado a cabo en el caso de todas las probetas ha sido el SPT, detalladamente explicado en el apartado 2.3.

El dispositivo experimental utilizado para la realización de estos ensayos miniatura ha sido desarrollado y construido por el grupo de investigación SIMUMECAMAT de la Universidad de Oviedo. Este dispositivo fue instalado en una máquina de ensayos universal del fabricante MTS con una célula de carga de 5 kN. Esta máquina se encuentra situada en el Área de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras.

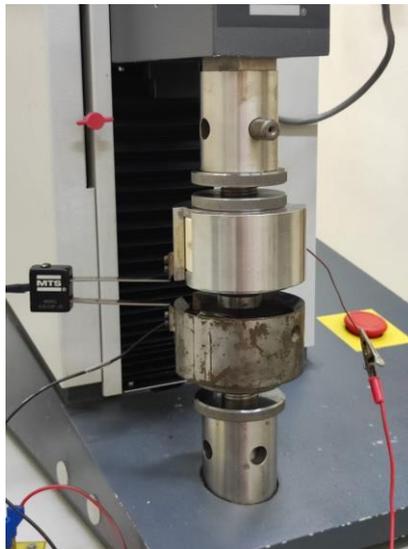


Figura 4.4. Máquina MTS junto con el dispositivo SPT

Como se puede observar en la Figura 4.4 este dispositivo está constituido por una serie de elementos que se describen a continuación:

- **Matriz inferior:** posee un agujero pasante de 4 mm de diámetro junto con un chaflán de 0.2 mm. En su interior se encuentra una matriz cerámica (Figura 4.5.a) donde se introduce el electrolito en la cantidad suficiente hasta que llega a la superficie donde va a entrar en contacto con la parte de la probeta traccionada. En el caso de los ensayos convencionales esta cavidad queda vacía. Además, para evitar que quede descentrada con respecto al eje del agujero, esta matriz tiene un pequeño rebaje que va a ayudar a evitar que la probeta se mueva durante la realización del ensayo.

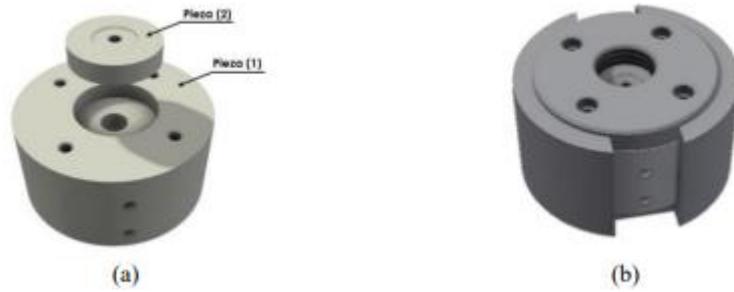


Figura 4.5. (a) Recipiente cerámico (b) Conjunto de matriz inferior [29]

En el interior de esta matriz se encuentra ubicado un hilo de platino, que funciona como electrodo de referencia, al que va a ir conectado el ánodo del circuito electrónico para que tenga lugar la circulación del hidrógeno. Este circuito se cierra con el cátodo unido al punzón (Figura 4.4). Esto no será necesario en el caso de los ensayos convencionales.

- Matriz superior: transmite la carga desde la máquina al punzón, y desde el punzón a la probeta que se encuentra dentro de la matriz inferior. Se trata de una pieza roscada cuya parte inferior es cóncava que con ayuda de aceite se une a una pieza de cerámica convexa conocida como fijador. Estas piezas se pueden observar en la Figura 4.6. Ambas tienen un orificio que es donde va alojado el punzón.



Figura 4.6. Matriz superior [29]

- Punzón y bolas: tanto el punzón como la bola inferior tienen un diámetro de 2.5 mm y ambos en conjunto son los encargados de transmitir la carga a la probeta deformándola hasta su rotura. La bola superior es en la que se sujeta el punzón por su otro extremo durante el ensayo.

En la Figura 4.8 se muestra un esquema del utillaje del ensayo. Se puede observar claramente donde descansa la probeta entre la matriz inferior y la matriz superior, de la cual está dibujado el fijador. También se puede ver el punzón que será el encargado de deformar la probeta hasta su rotura.



Figura 4.7. Punzón y bolas [29]

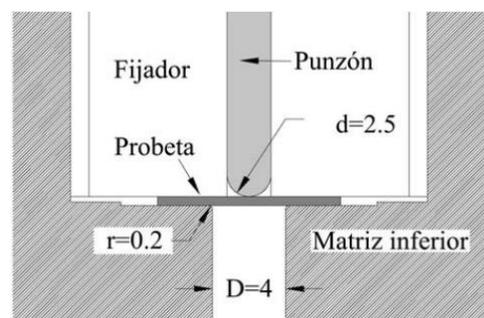


Figura 4.8. Dimensiones del ensayo en mm [12]

Con este ensayo se mide la carga que va ejerciendo el punzón, así como el desplazamiento que hace al ir penetrando en la probeta. Para medirlo, no se utilizan los desplazamientos recogidos directamente por la máquina, sino que es necesario incorporar un extensómetro COD que se acopla al utillaje. Estos datos que se obtienen del desplazamiento deben ser corregidos teniendo en cuenta la propia deformación del punzón y el resto de los elementos, según la expresión (4.1). La carga y el valor del desplazamiento corregido será lo que se represente gráficamente del ensayo SPT.

$$Ext^{corr} = -Ext^{normal} - [-Carga^{normal}] \cdot Flexibilidad \quad (4.1)$$

Siendo el valor de la Flexibilidad = $5.152 \cdot 10^{-5}$ mm/N

Los ensayos SPT convencionales se han realizado utilizando una velocidad de 0.2 mm/min que es la que se utiliza habitualmente en el caso de aceros en condiciones normales de laboratorio.

Los pasos llevados a cabo para realizar los ensayos SPT convencionales al aire, es decir, sin carga de hidrógeno han sido los siguientes:

1. Introducir la probeta que se va a ensayar en el alojamiento de la matriz inferior. Previamente la probeta debe ser lijada para eliminar cualquier tipo de óxido superficial.
2. Lubricar el punzón e introducirlo en el fijador, comprobar que puede deslizarse sin fricción. Colocar la bola pequeña en la parte inferior del punzón que será la que esté en contacto y deforme a la probeta durante todo el ensayo.
3. Enroscar el fijador en la matriz inferior y comprobar que el punzón desliza con facilidad para que no haya problemas en el desarrollo del ensayo.
4. Se sitúa la bola de mayor tamaño en la parte superior del punzón.
5. Se coloca con cuidado el conjunto anterior en el alojamiento inferior de la máquina de ensayos.
6. Se ubica la matriz superior en el alojamiento del puente de la máquina y se baja el puente hasta que la bola esté próxima a la matriz superior.
7. Para acabar se coloca el extensómetro situándolo entre ambas matrices. El resultado final del montaje se puede observar en la Figura 4.4.
8. De manera adicional, con el objetivo de reducir el tiempo de ensayo y facilitar el posterior tratamiento de los datos, se puede realizar una precarga de la probeta de hasta 10 N. Si se supera este valor el daño puede ser irreversible.
9. Cuando se llega a la carga máxima y la probeta rompe se llega al final del ensayo. En este momento se procede a desmontar de manera inversa a la realización del montaje.

4.1.3. Análisis de datos y obtención de parámetros

En relación con el análisis de datos de los aceros estudiados, para poder llevar a cabo una evaluación de estos, se han obtenido una serie de parámetros de los ensayos SPT. En el apartado 2.3 de este trabajo se hace referencia a las diferentes propuestas existentes para la estimación del límite elástico y de la resistencia a la tracción. Estas estimaciones se realizan a partir de los valores SPT una vez finalizado el ensayo. Estos valores se consiguen directamente de la representación gráfica de las curvas características de los aceros.

Tal y como se puede apreciar en la Figura 4.9, los parámetros más destacables son la carga máxima, P_m , que representa el punto de carga máxima de la curva del ensayo y la deformación en el punto de carga máxima, d_m . También la carga de transición de la deformación elástica a la transición elastoplástica, P_y . Para calcular este último valor existen diversos métodos previamente explicados. En este trabajo se ha utilizado el método gráfico del punto de cruce entre la curva característica y una línea recta paralela a la pendiente del gráfico en la zona elástica con una compensación del desplazamiento de $t/10$ ($P_{y,t/10}$). Como último parámetro importante está la energía correspondiente al punto de máxima carga, W_m . Este dato se calcula como el área encerrada bajo la curva característica hasta el punto de máxima carga (P_m, d_m).

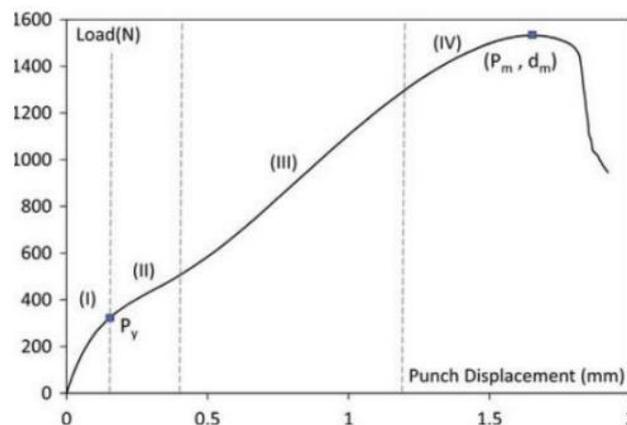


Figura 4.9. Curva carga-desplazamiento característica durante un ensayo SPT para el caso de un material dúctil [31]

Para analizar cuantitativamente los ensayos, se ha observado que tan solo el final de la curva carga-desplazamiento se ve modificada ante la presencia de hidrógeno. Por ello, P_y permanece invariable bien sea el ensayo al aire o con hidrógeno insitu. Por el contrario, los valores de P_m y d_m sí se ven afectados, disminuyendo cuando el ensayo realizado se encuentra en presencia de hidrógeno. Y del mismo modo ocurre con W_m ya que depende directamente del valor de P_m .

4.1.4. Análisis fractográfico

Tras acabar de realizar todos los ensayos, se preparan algunas de las probetas para llevar a cabo el análisis fractográfico. Esto es el estudio de las superficies de fractura de los distintos aceros mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM: *Scanning Electron Microscope*).

Para ello, lo primero que se hace es limpiar las probetas sumergiéndolas en un recipiente con acetona utilizando una máquina limpiadora por ultrasonidos (Figura 4.10).

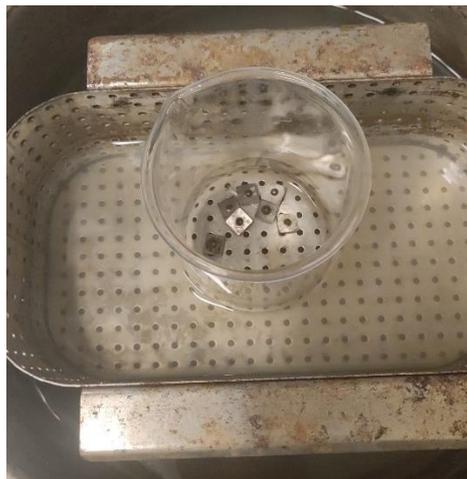


Figura 4.10. Probetas en el baño de ultrasonidos

Una vez limpias las probetas, ya se puede proceder al uso del microscopio de barrido electrónico. El modelo que se ha utilizado es el SEM JEOL-JSM5600 que se encuentra ubicado en el Área de Ciencia de los Materiales de la Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón (Figura 4.11)

Con este análisis, además de poder observar el aspecto general de fallo exhibido por las probetas, es posible analizar los diferentes micromecanismos de fallo presentes en la fractura. Esto se verá en apartados posteriores del trabajo.



Figura 4.11. Microscopio electrónico de barrido empleado

4.1.5. Medida de la deformación biaxial

Por último, utilizando una cortadora de precisión, las probetas fueron seccionadas por la zona de rotura. Esta cortadora también se encuentra ubicada en el Área de Ciencia de los Materiales y es la que se puede ver en la Figura 4.12.



a)



b)

Figura 4.12. a) Cortadora de precisión b) Disco de corte

Tras pasar por el disco de corte de la máquina cortadora, las probetas quedan divididas en dos partes, una de las cuales se lleva a la lupa para ampliarla y poder medir su espesor inicial, t , y su espesor final, t_f , en la zona donde se produjo el fallo.



Figura 4.13. Probeta una vez cortada

La relación entre ambos espesores (final e inicial) permite calcular la deformación biaxial equivalente, ε_{qf} , según la expresión (2.8).

4.2. Resultados

Estos ensayos SPT convencionales realizados al aire sin presencia de hidrógeno, van a ser los que nos sirvan para comparar con aquellos ensayos realizados en ambiente de hidrógeno. Para ello, con el fin de caracterizar cada uno de los aceros, se realizan ensayos a una velocidad constante de valor 0.2 mm/min.

A continuación, se recogen por tipo de material analizado, tanto las curvas SPT como los valores de carga (P_y , P_m), de desplazamiento (d_m) y el área encerrada bajo la curva (W_m), necesarios para calcular los parámetros característicos, así como el aspecto de las superficies de fractura de los diferentes materiales una vez realizados los ensayos siguiendo el procedimiento descrito en el apartado anterior.

4.2.1. Acero 42CrMo4

4.2.1.1. Acero 42CrMo4-550

La Figura 4.14 muestra las curvas carga-desplazamiento del punzón obtenidas tras el ensayo SPT de este acero. Puede observarse la alta repetitividad obtenida.

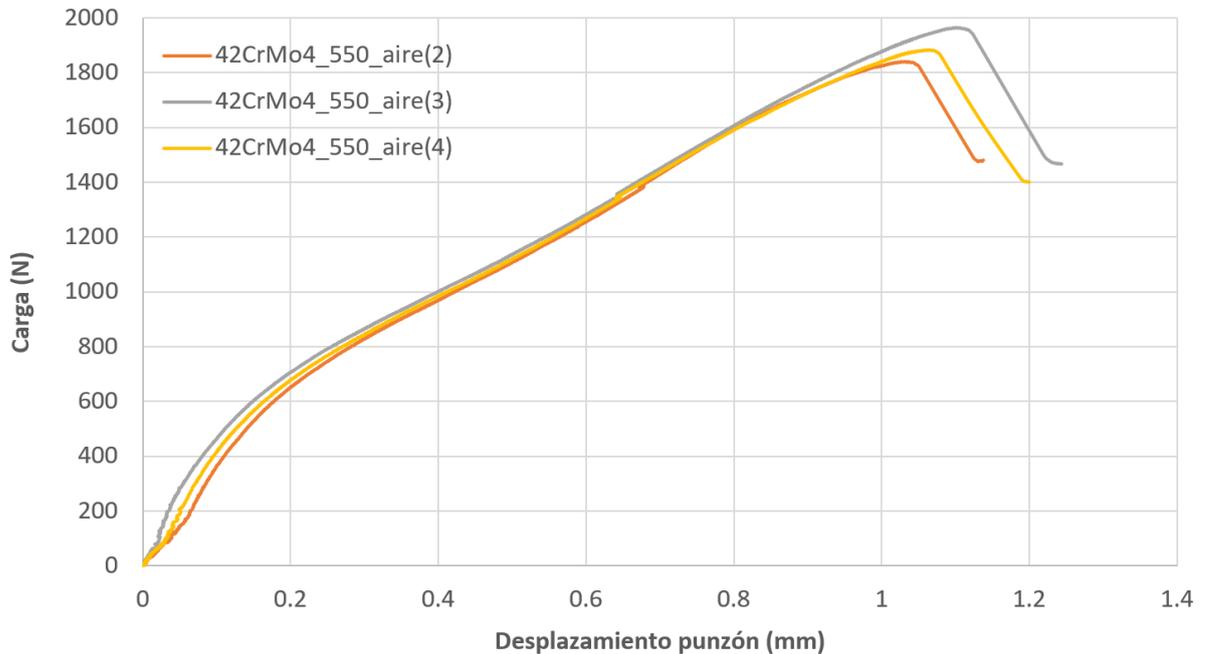


Figura 4.14. Curvas SPT de los ensayos al aire de CrMo4-550

A partir de estas curvas se han obtenido los valores de carga (P_y , P_m), de desplazamiento (d_m) y el área encerrada bajo la curva (W_m) que se recogen en la Tabla 4.1.

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(2)	0.503	681.64	1840.48	1.03	1155.45
(3)	0.505	549.67	1964.27	1.10	1318.07
(4)	0.500	628.83	1882.82	1.06	1219.72
media	0.503	619.71	1895.86	1.07	1231.08
Desv. est	0.003	65.961	62.917	0.035	81.903

Tabla 4.1. Resultados SPT de los ensayos al aire de 42CrMo4-550

A partir de estos datos se obtienen los parámetros SPT que como ya se comentó anteriormente, están relacionados con las propiedades mecánicas a tracción. Estos parámetros se recogen en la Tabla 4.2, en la que se muestra además el valor de la deformación biaxial equivalente, ϵ_{qf} .

	$P_y/t^2(\text{MPa})$	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m (\text{MPa})$	$P_m/t^2(\text{MPa})$	$W_m/t^2(\text{MPa})$	ϵ_{qf}
(2)	2693.76	2.05	3548.89	7284	4572.88	0.32
(3)	2152.51	2.18	3531.42	7692.10	5161.57	0.30
(4)	2515.31	2.13	3537.36	7531.28	4878.87	0.34
media	2453.86	2.12	3539.22	7502.46	4871.11	0.32
Desv. est	275.806	0.063	8.881	205.572	294.421	0.02

Tabla 4.2. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de 42CrMo4-550

Por su parte, la Figura 4.15 muestra el aspecto de la superficie de la probeta sometida a tracción una vez finalizado el ensayo. Como puede observarse, aunque la forma general del fallo tome forma semicircular evidenciando una cierta ductilidad, se aprecian pequeñas grietas que crecen de forma radial, típicas de comportamientos frágiles. Esto da a entender un comportamiento mixto de este material, apoyado por valores de la deformación cuya media no alcanza la unidad.

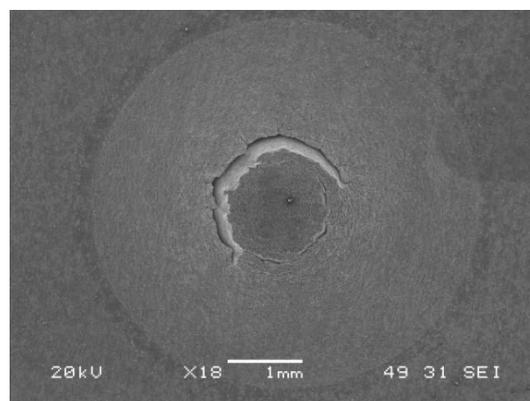


Figura 4.15. Superficie de fractura SPT al aire de 42CrMo4-550

4.2.1.2. Acero 42CrMo4-700

Del mismo modo que en el acero anterior, se muestran las curvas carga-desplazamiento del punzón obtenidas tras el ensayo SPT (Figura 4.16) así como los parámetros SPT (Tablas 4.3 y 4.4) y la superficie de fractura típica de este acero (Figura 4.17).

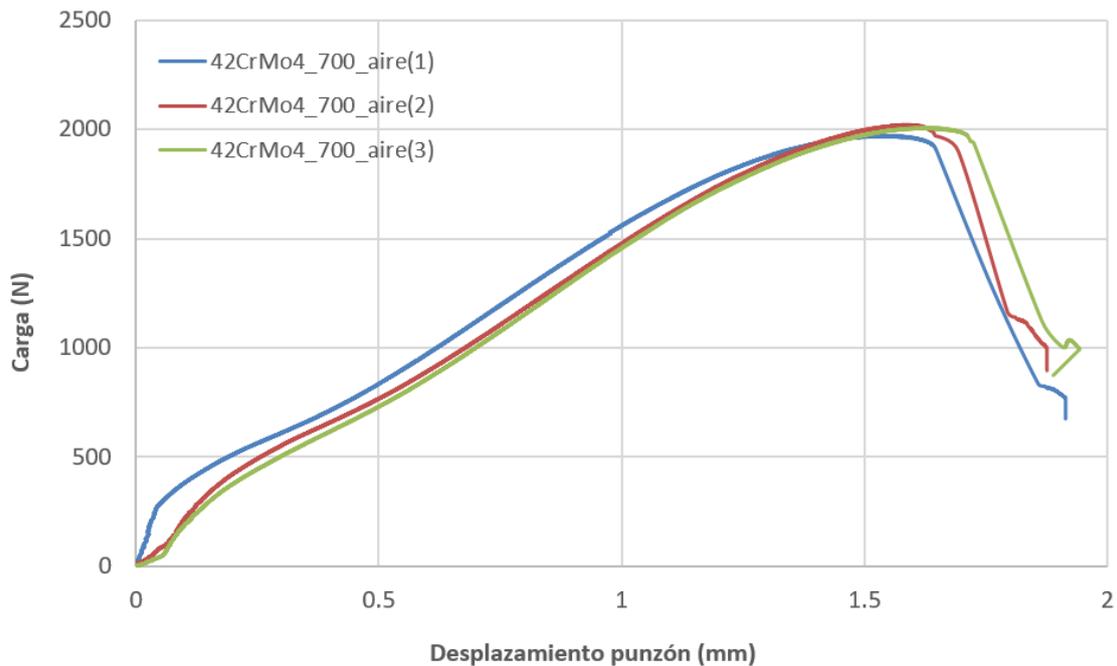


Figura 4.16. Curvas SPT de los ensayos al aire de CrMo4-700

	t (mm)	P _y (N)	P _m (N)	d _m (mm)	W _m (Nmm)
(1)	0.468	341.50	1726.57	1.53	1600.98
(2)	0.473	341.34	1808.121	1.59	1652.27
(3)	0.469	222.88	1765.622	1.62	1637.85
media	0.470	296.18	1766.46	1.561	1630.22
Desv. est	0.003	68.437	40.786	0.053	26.452

Tabla 4.3. Resultados SPT de los ensayos al aire de 42CrMo4-700

	$P_y/t^2(\text{MPa})$	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m (\text{MPa})$	$P_m/t^2(\text{MPa})$	$W_m/t^2(\text{MPa})$	ϵ_{qf}
(1)	1559.21	3.27	2414.04	7883.03	7309.60	1.2
(2)	1525.66	3.36	2405.33	8081.75	7385.14	0.94
(3)	1013.29	3.45	2324.24	8026.98	7446.08	1.1
media	1366.05	3.36	2381.20	7997.25	7380.27	1.08
Desv. est	305.966	0.094	49.527	102.638	68.368	0.131

Tabla 4.4. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de 42CrMo4-700

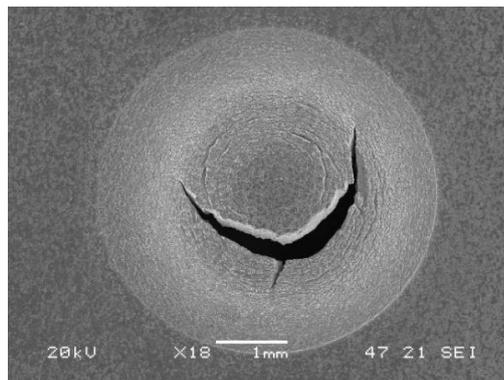


Figura 4.17. Superficie de fractura SPT al aire de 42CrMo4-700

Puede observarse de nuevo una superficie de fractura mayoritariamente dúctil, pero con ciertas trazas de fragilidad.

No obstante, si comparamos los resultados obtenidos en este acero con el revenido a 550°C, observamos cómo los parámetros relacionados con la resistencia han disminuido mientras que los relacionados con la ductilidad han aumentado considerablemente, sobre todo el referente a la deformación biaxial a fractura.

A continuación, se ha llevado a cabo una comparativa entre algunos de estos valores mediante diagramas de barras tal y como se puede ver en la Figuras 4.18, 4.19 y 4.20. El acero cuyo revenido ha sido realizado a 550°C viene representado en azul, mientras que el de 700°C está en color naranja.

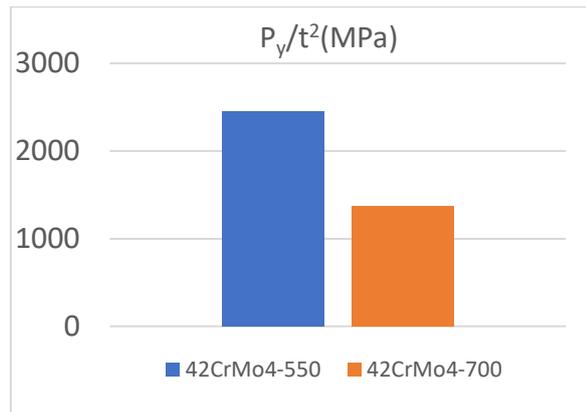


Figura 4.18. Comparativa de los resultados de P_y/t^2 de ambos aceros 42CrMo4

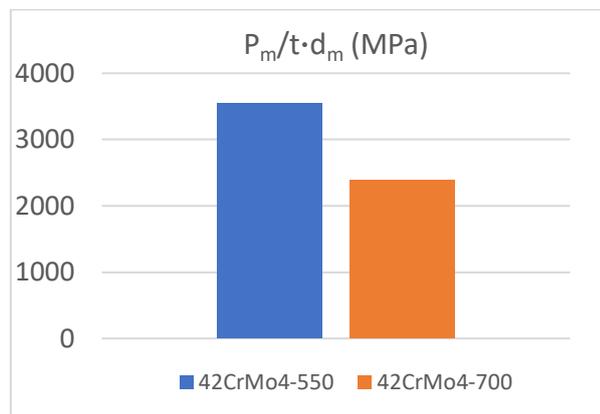


Figura 4.19. Comparativa de los resultados de $P_m/t \cdot d_m$ de ambos aceros 42CrMo4

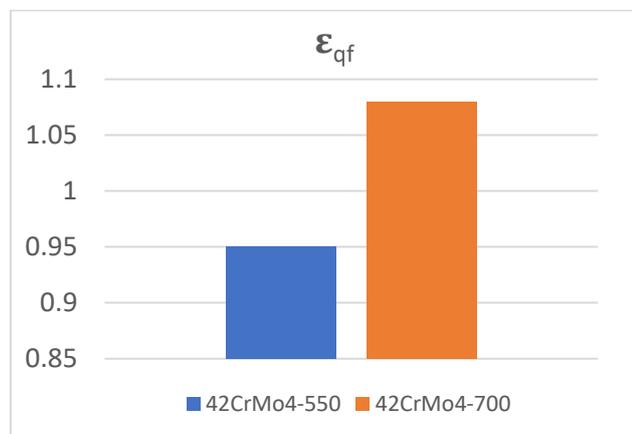


Figura 4.20. Comparativa de los resultados de ϵ_{qf} de ambos aceros 42CrMo4

4.2.2. Aceros CrMoV

4.2.2.1. Acero CrMoV-BM

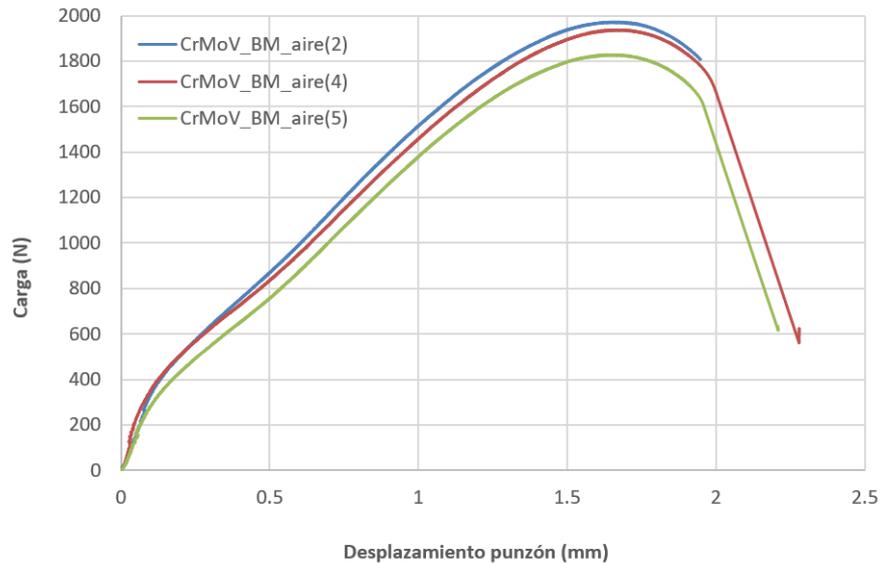


Figura 4.21. Curvas SPT de los ensayos al aire de CrMoV-BM

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(2)	0.524	509.21	1971.72	1.67	2102.75
(4)	0.494	401.32	1936.64	1.66	2002.18
(5)	0.488	373.31	1827.57	1.63	1815.20
media	0.502	427.95	1911.98	1.65	1973.05
Desv. est	0.019	71.760	75.172	0.019	145.481

Tabla 4.5. Resultados SPT de los ensayos al aire de CrMoV-BM

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(2)	1855.54	3.18	2255.76	7180.96	7654.54	1.1
(4)	1644.49	3.35	2366.16	7935.87	8204.45	1.4
(5)	1566.28	3.34	2295.79	7667.94	7616.04	1.2
media	1688.44	3.29	2305.91	7594.92	7825.01	1.23
Desv. est	149.072	0.095	55.890	382.718	329.167	0.153

Tabla 4.6. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de CrMoV-BM

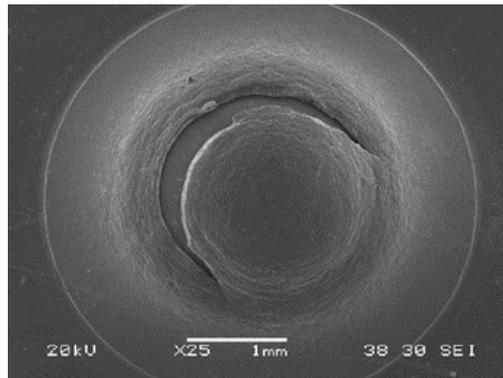


Figura 4.22. Superficie de fractura SPT al aire de CrMoV-BM

4.2.2.2. Acero CrMoV-WM

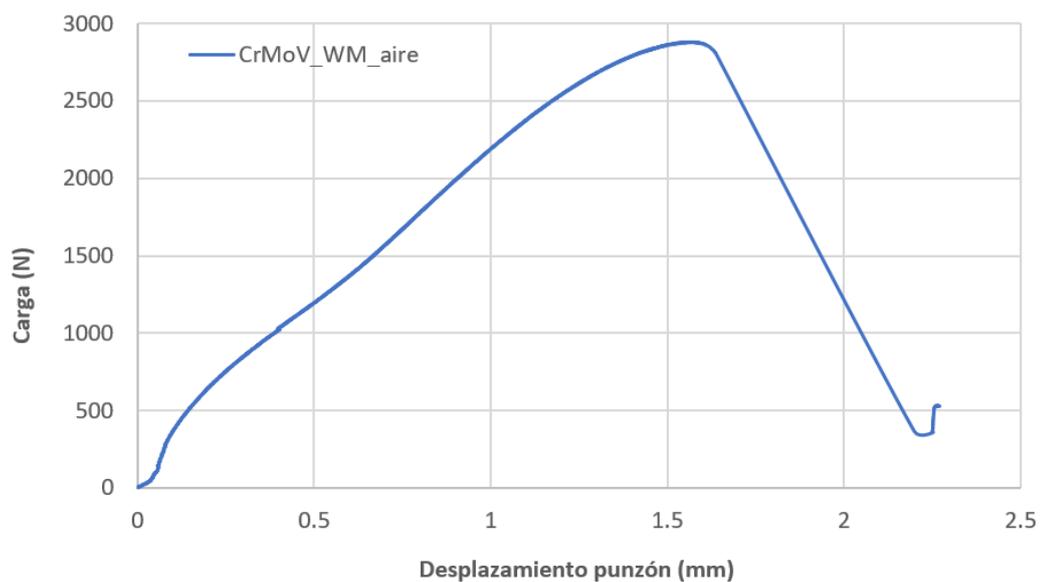


Figura 4.23. Curva SPT del ensayo al aire de CrMoV-WM

t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
0.506	410.15	2879.55	1.57	2682.63

Tabla 4.7. Resultados SPT de los ensayos al aire de CrMoV-WM

P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
1601.92	3.10	3624.72	11246.66	10477.55	0.77

Tabla 4.8. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de CrMoV-WM

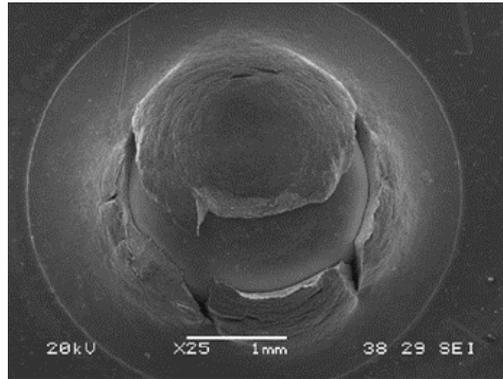


Figura 4.24. Superficie de fractura SPT al aire de CrMoV-WM

Al igual que en el caso de los aceros anteriores, se va a realizar también una comparación entre los valores de P_y/t^2 , $P_m/t \cdot d_m$ y ϵ_{qf} para los dos tipos de aceros CrMoV. De esta manera, se podrán observar las diferencias que ocurren en el caso de que exista una soldadura frente al metal base.

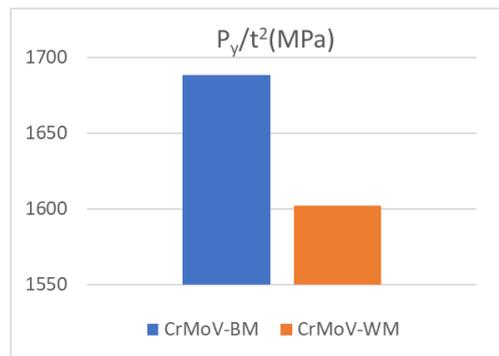


Figure 4.25. Comparativa de los resultados de P_y/t^2 de ambos aceros CrMoV

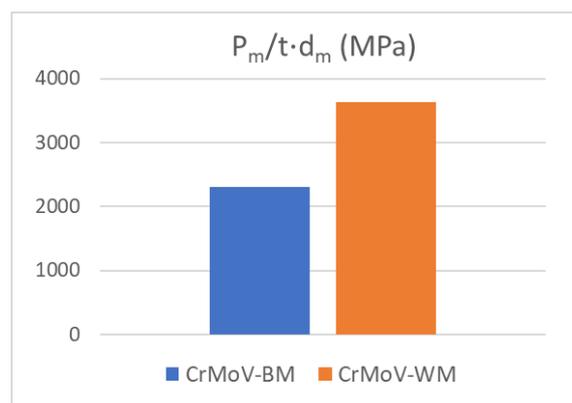


Figure 4.26. Comparativa de los resultados de $P_m/t \cdot d_m$ de ambos aceros CrMoV

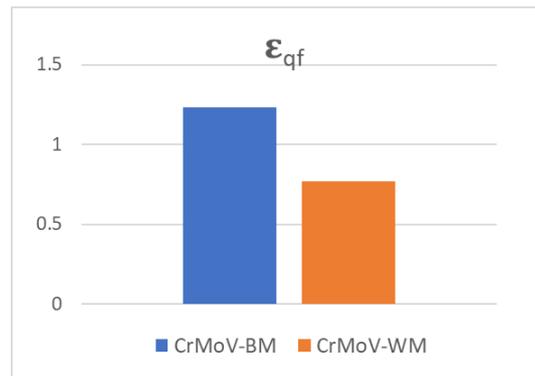


Figure 4.27. Comparativa de los resultados de ϵ_{qf} de ambos aceros CrMoV

4.2.3. Aceros CrNiMn

4.2.3.1. Acero R5

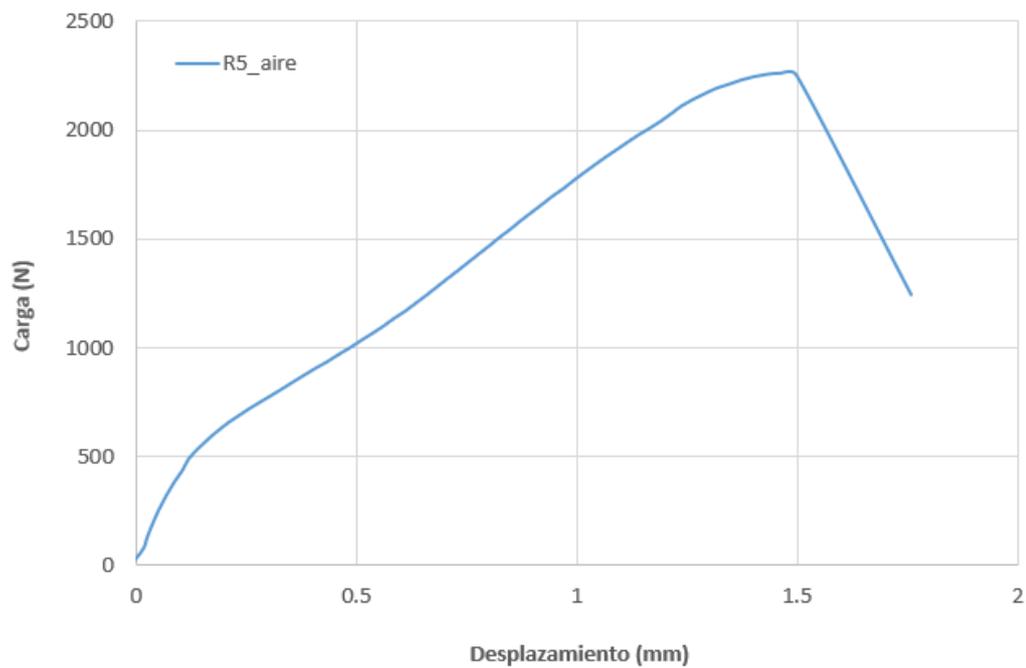


Figura 4.28. Curvas SPT de los ensayos al aire de R5

t (mm)	P _y (N)	P _m (N)	d _m (mm)	W _m (Nmm)
0.487	583.88	2264.41	1.47	1986.51

Tabla 4.9. Resultados SPT de los ensayos al aire de R5

P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
2461.87	3.02	3163.07	9547.66	8375.93	0.58

Tabla 4.10. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de R5

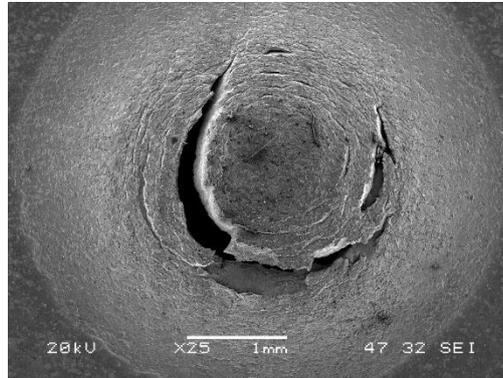


Figura 4.29. Superficie de fractura SPT al aire de R5

4.2.3.2. Acero R6

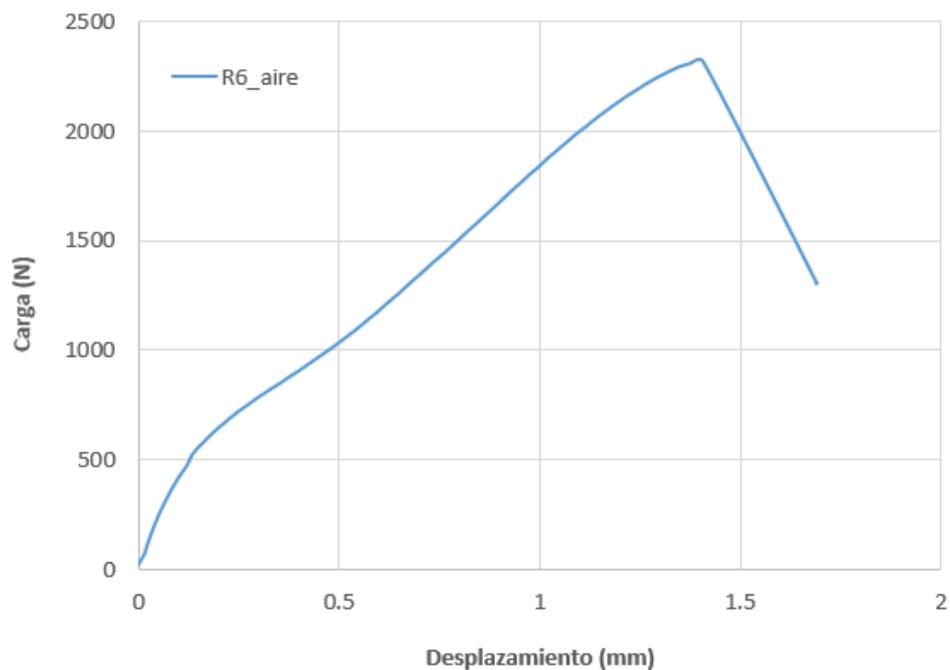


Figura 4.30. Curvas SPT de los ensayos al aire de R6

t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
0.478	591.60	2314.26	1.41	1907.83

Tabla 4.11. Resultados SPT de los ensayos al aire de R6

P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
2589.24	2.95	3433.72	10128.76	8349.95	0.38

Tabla 4.12. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de R6

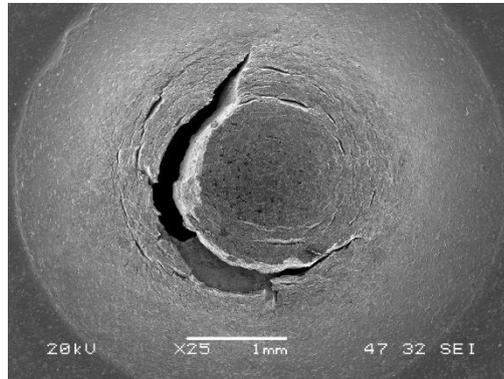


Figura 4.31. Superficie de fractura SPT al aire de R6

En los gráficos de barras siguientes (Figura 4.32, 4.33 y 4.34) se observan las comparativas entre ambos tipos de CrNiMn estudiados. Al igual que en los dos casos anteriores, se pueden observar las diferencias que existen en el caso de que el grado de resistencia del acero sea menor o mayor.

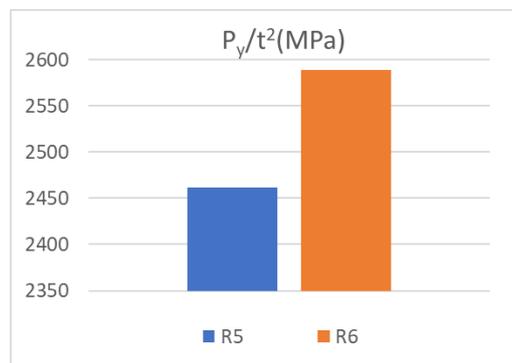


Figura 4.32. Comparativa de los resultados de P_y/t^2 de ambos aceros CrNiMn

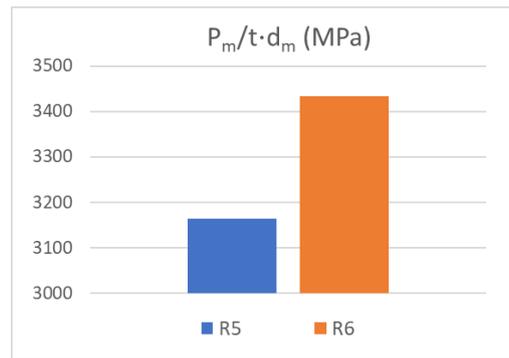


Figura 4.33. Comparativa de los resultados de $P_m/t \cdot d_m$ de ambos aceros CrNiMn



Figura 4.34. Comparativa de los resultados de ϵ_{qf} de ambos aceros CrNiMn

4.2.4. Acero AF1-BR

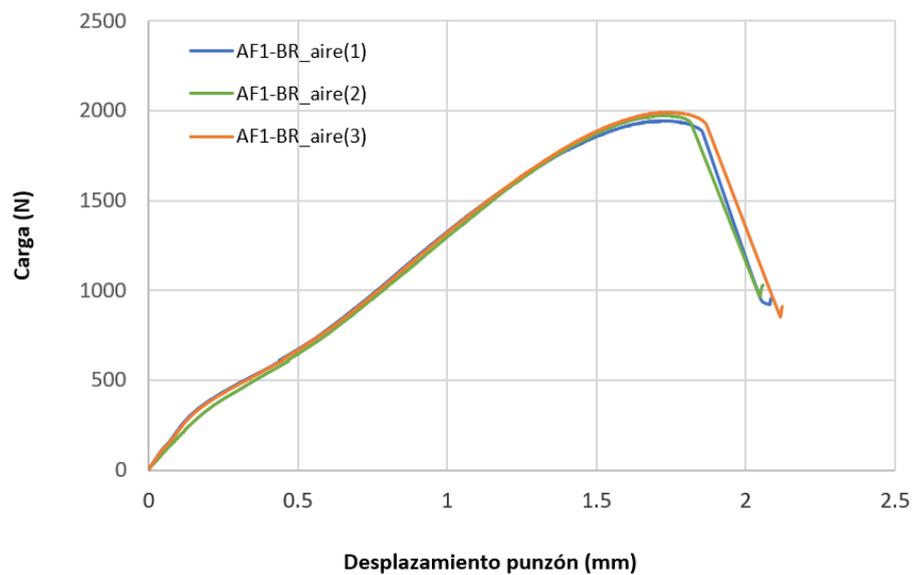


Figura 4.35. Curvas SPT de los ensayos al aire de AF1-BR

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.482	386.27	1940.87	1.71	1908.10
(2)	0.481	407.95	1971.63	1.75	1917.93
(3)	0.483	384.85	1989.52	1.74	1969.23
media	0.482	393.02	1967.34	1.73	1931.75
Desv. est	0.001	12.943	24.607	0.017	32.829

Tabla 4.13. Resultados SPT de los ensayos al aire de AF1-BR

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	1662.63	3.55	2354.80	8354.15	8213.10	1.1
(2)	1763.26	3.64	2342.30	8521.88	8289.76	1.02
(3)	1649.67	3.60	2367.30	8528.13	8441.18	1.07
media	1691.86	3.56	2358.91	8468.05	8314.68	1.06
Desv. est	62.163	0.038	8.914	98.691	116.066	0.040

Tabla 4.14. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de AF1-BR.

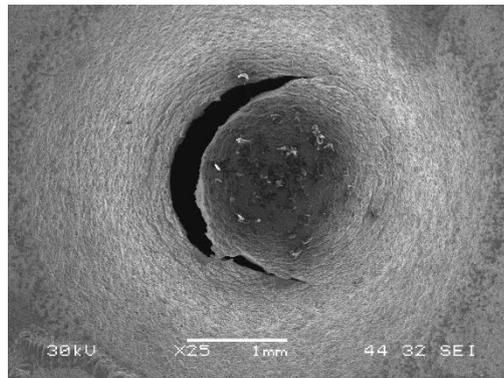


Figura 4.36. Superficie de fractura SPT al aire de AF1-BR

4.2.5. Acero H8

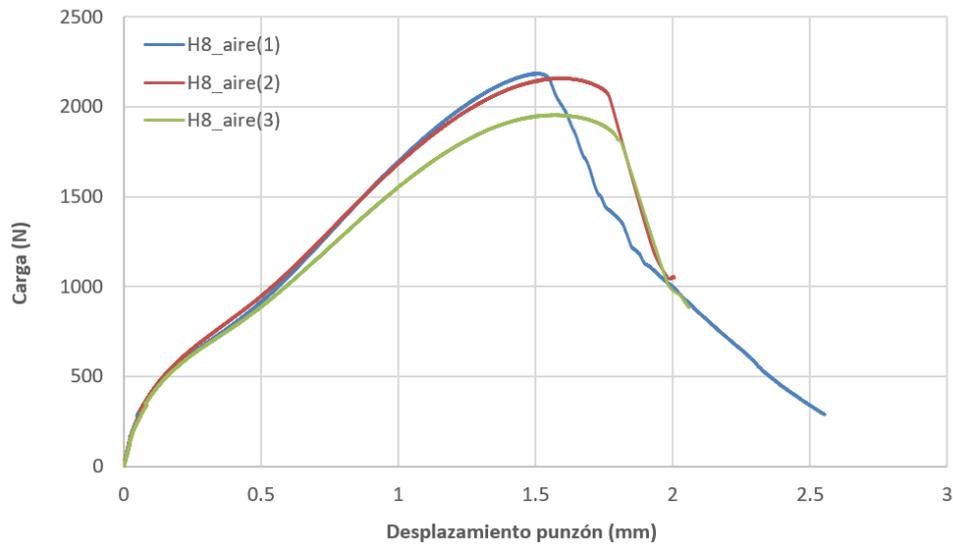


Figura 4.37. Curvas SPT de los ensayos al aire de H8

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.467	388.47	1905.52	1.50	1698.99
(2)	0.475	430.71	1949.55	1.59	1930.92
(3)	0.512	483.52	2048.42	1.57	2030.81
media	0.485	434.23	1967.83	1.56	1886.91
Desv. est	0.024	47.623	73.181	0.047	170.231

Tabla 4.15. Resultados SPT de los ensayos al aire de H8

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (Mpa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	1782.77	3.22	2714.66	8744.84	7797.03	0.87
(2)	1908.97	3.35	2577.07	8640.66	8558.09	1.1
(3)	1845.92	3.07	2543.56	7820.20	7752.98	0.97
media	1845.89	3.22	2611.76	8401.90	8036.03	0.98
Desv. est	63.099	0.139	90.673	506.45	452.650	0.115

Tabla 4.16. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de H8

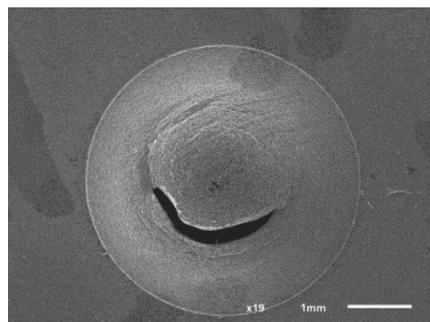


Figura 4.38. Superficie de fractura SPT al aire de H8

4.2.6. Acero S355

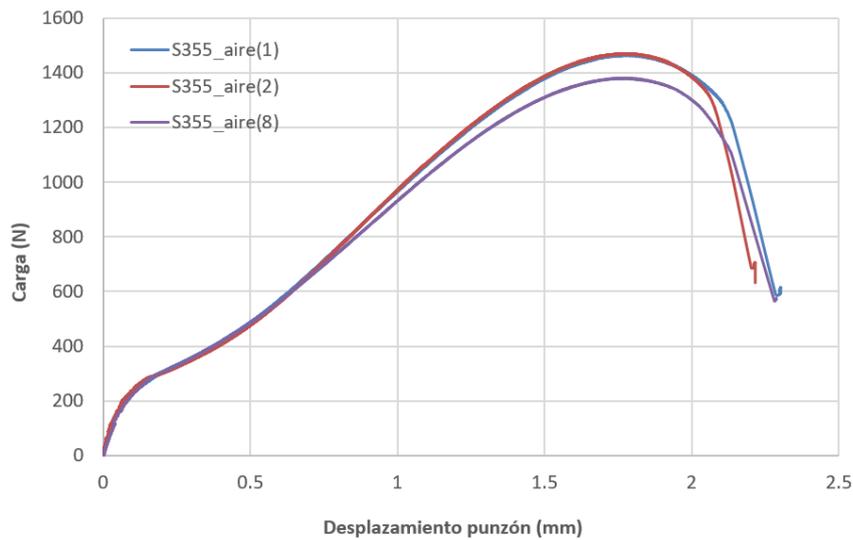


Figura 4.39. Curvas SPT de los ensayos al aire de S355

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.491	241.25	1410.40	1.79	1469.02
(2)	0.474	232.64	1318.68	1.76	1335.08
(8)	0.524	291.21	1517.73	1.76	1574.48
media	0.496	255.03	1415.60	1.77	1459.53
Desv. est	0.026	31.625	99.625	0.015	119.978

Tabla 4.17. Resultados SPT de los ensayos al aire de S355

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	1002.35	3.64	1607.91	5859.87	6103.41	1.40
(2)	1037.18	3.72	1581.07	5879.17	5952.31	0.95
(8)	1059.78	3.36	1642.83	5523.31	5729.84	1.25
media	1033.10	3.57	1610.60	5754.12	5928.52	1.2
Desv. est	28.929	0.188	30.970	200.117	187.916	0.229

Tabla 4.18. Interpretación de resultados SPT de los ensayos al aire de S355

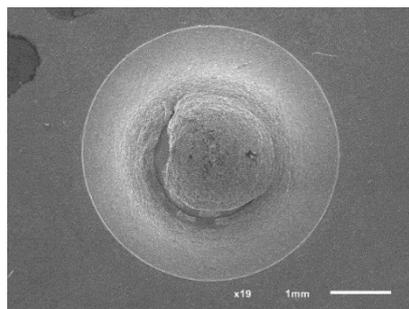


Figura 4.40. Superficie de fractura SPT al aire de S355

4.3. Análisis de la correlación entre parámetros

Una vez presentados y analizados los diferentes parámetros obtenidos en los ensayos SPT, a continuación, se comparan dichos resultados con los correspondientes a los ensayos de tracción y fractura al objeto de analizar la correlación empírica más adecuada en cada caso.

Para ello, en primer lugar, en la Tabla 4.19 se recogen, de modo conjunto, los valores medios tanto de las propiedades mecánicas a tracción y a fractura como de los parámetros más representativos del SPT.

Material	Propiedades mecánicas a tracción y fractura				Parámetros SPT				
	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	J_{IC} (kJ/m ²)	P_y/t^2 (MPa)	dm/t	P_m/tdm (MPa)	W_m/t^2 (J/mm ²)	ϵ_{qf}
42CrMo4 550	1023	1113	14	280	2454	2.12	3539	4871	0.32
42CrMo4 700	622	710	22	580	1366	3.36	2381	7380	1.08
CrMoV BM	597	710	18.7	622	1688	3.29	2306	7825	1.23
CrMoV WM	1019	1120	16.9	-	1602	3.10	3625	10478	0.77
R5	920	1015	-	-	2462	3.02	3163	8376	0.58
R6	1070	1178	-	-	2589	2.95	3434	8350	0.38
AF1-BR	550	724	24.2	-	1692	3.56	2359	8315	1.06
H8	790	857	21	450	1846	3.22	2612	8036	0.98
S355	386	472	32	750	1033	3.57	1611	5929	1.20

Tabla 4.19. Valores medios de las propiedades mecánicas a tracción, fractura y parámetros SPT

En primer lugar, en la Figura 4.41 se muestra la correlación entre el límite elástico a tracción (σ_{ys}) y el parámetro P_y/t^2 para todos los materiales analizados en este trabajo junto con los aportados por T.E García et al. [13]. Como puede observarse, los datos aquí obtenidos, aunque muy próximos a los obtenidos en [13] aportan una correlación lineal con una pendiente ligeramente superior a la obtenida en aquel trabajo. Esto puede ser debido a incertidumbres asociadas al análisis de los datos, ya que el valor de la carga P_y estará muy ligado a la pendiente de la recta en la zona I, y dicha pendiente, a su vez, dependerá de la persona que analice los datos. En cualquier caso, e independientemente de las pequeñas

variaciones de pendiente, queda confirmada la correlación lineal entre el límite elástico y el parámetro P_y/t^2 para todos los aceros analizados.

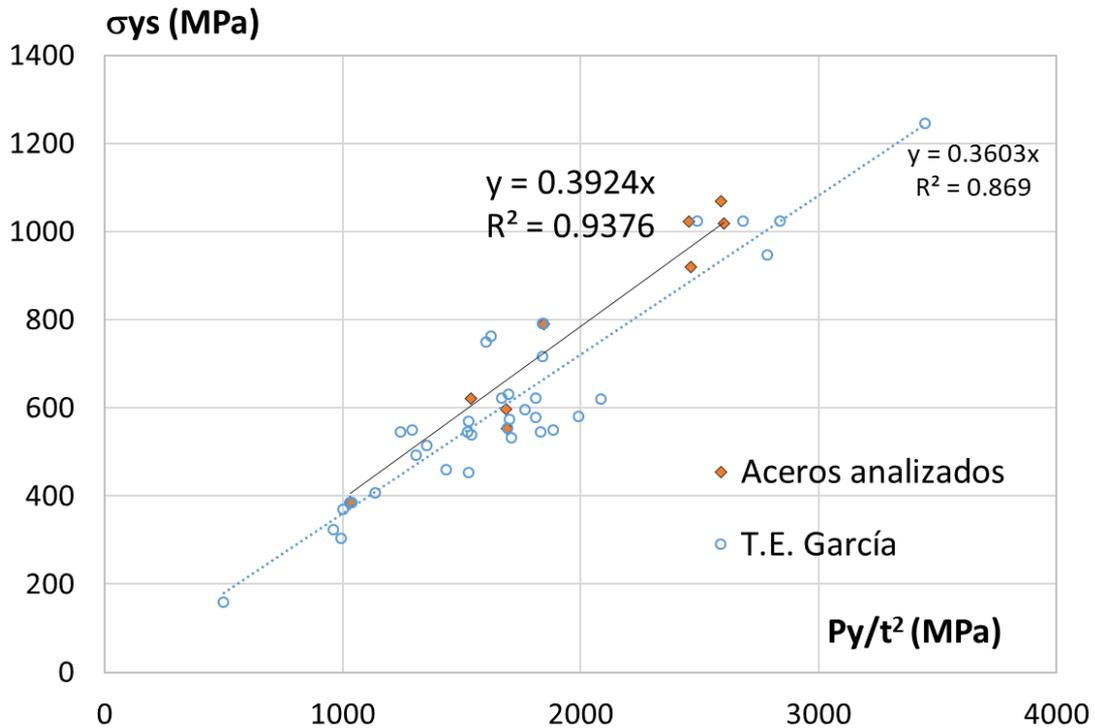


Figura 4.41. Relación entre P_y/t^2 y σ_{ys}

De un modo análogo, la Figuras 4.42, 4.43 y 4.44 recogen, respectivamente, las relaciones entre los parámetros $P_m/t \cdot d_m$ y la resistencia a la tracción, entre dm/t y el alargamiento a rotura y entre la deformación biaxial equivalente y la tenacidad a la fractura de los aceros aquí analizados. En dichas Figuras también aparecen las relaciones halladas por otros autores [13].

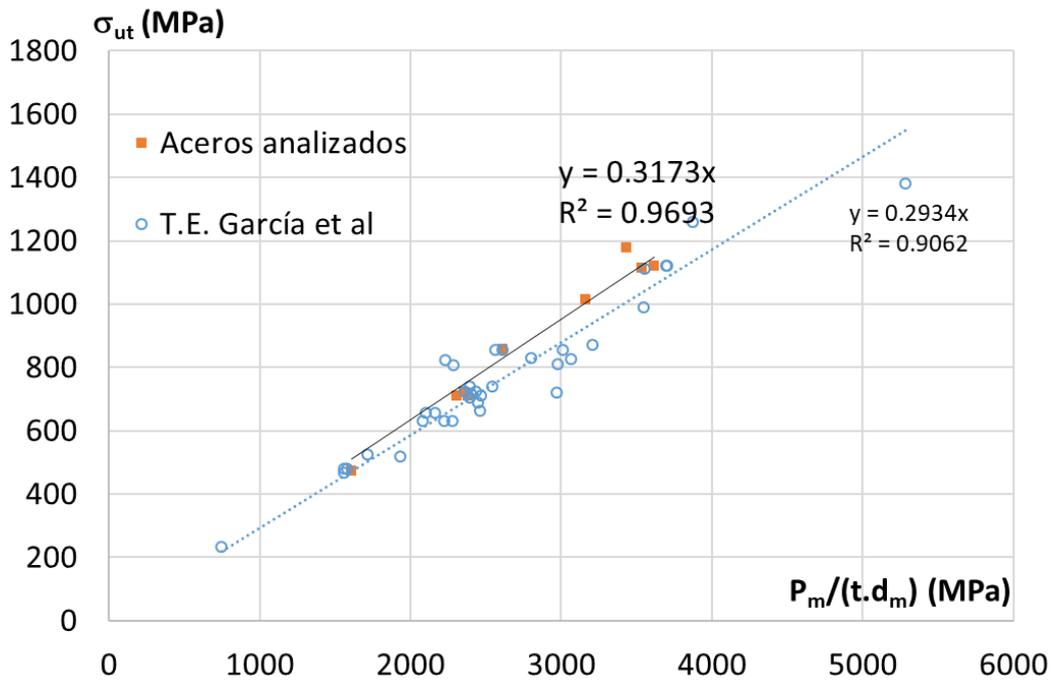


Figura 4.42. Relación entre $P_m/t.d_m$ y σ_{ut}

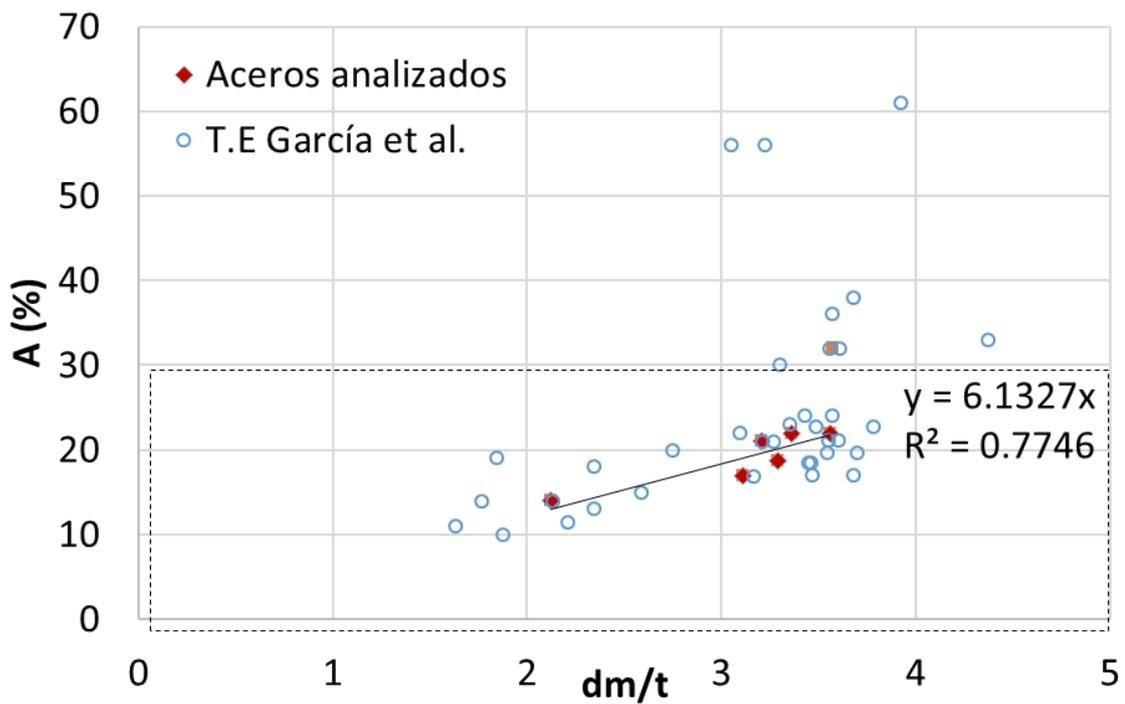


Figura 4.43. Relación entre d_m/t y A (%)

En el caso de la correlación entre $P_m/t.d_m$ y la resistencia a la tracción, σ_{ut} , (Figura 4.42), se obtiene, de nuevo, una relación muy próxima a la propuesta por otros autores. Lo mismo ocurre con la obtenida entre el alargamiento a tracción, A , y el parámetro d_m/t (Figura 4.43), si bien esta correlación solo puede considerarse válida para valores del alargamiento por debajo del 30%. En cuanto a la correlación entre ϵ_{qf} y J_{IC} también se obtienen muy buenos resultados, donde nuevamente, esta correlación solo puede aplicarse a valores de J_{IC} superiores a 100 kJ/m².

En vista de estos resultados, parece lo más apropiado, en principio, adoptar estas correlaciones como válidas sea cual sea el medio en el que se realiza el ensayo.

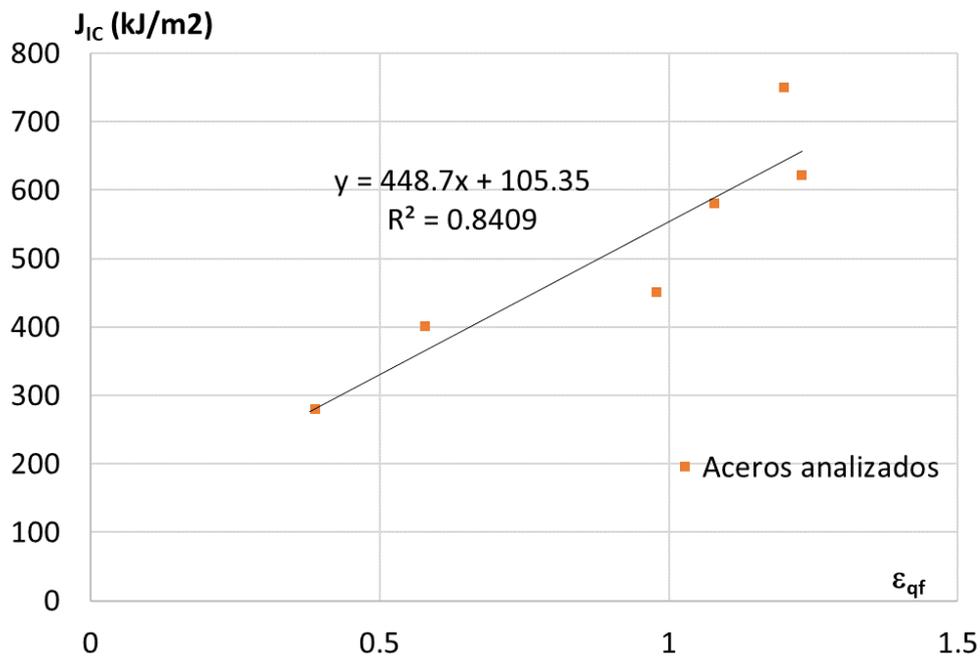


Figura 4.44. Relación entre ϵ_{qf} y J_{IC}

5. Comportamiento mecánico SPT en presencia de hidrógeno insitu

5.1 Procedimiento experimental

En este apartado se va a evaluar el comportamiento de los diferentes materiales en contacto con hidrógeno utilizando el ensayo SPT. El procedimiento experimental para seguir será prácticamente el mismo que en el caso de los aceros ensayados al aire. Lo que cambia, es que, como se va a estudiar la fragilización que produce el hidrógeno en estos aceros, será necesario realizar los ensayos en presencia de este elemento.

Para ello, en este trabajo, los ensayos que se han realizado para estudiar la fragilización por hidrógeno han sido todos con ambiente de hidrógeno mientras se lleva a cabo el ensayo mecánico (insitu).

La metodología utilizada difiere ligeramente de la de los ensayos SPT convencionales. En este caso, se emplea un electrolito con su densidad de carga correspondiente y el utillaje se dispone invertido respecto a su posición en los ensayos al aire. Como puede apreciarse en la Figura 5.1. este dispositivo dispone de una cavidad superior (contraria al punzón) donde se aloja el electrolito. Este electrolito, gracias a haber sido invertida la posición del dispositivo, se va a encontrar en contacto directo con la cara de la probeta sometida a esfuerzos de tracción durante todo el ensayo.

El análisis fractográfico y la deformación biaxial se realizan igual que para las probetas ensayadas al aire tal y como se explica en los apartados 4.1.3 y 4.1.4.

Tanto cuando se utiliza precarga como durante los ensayos SPT insitu, la carga de hidrógeno ha sido electroquímica y se ha utilizado, en todos los casos, un electrolito ácido 1M de H_2SO_4 y 0.25 g/L de As_2O_3 . La utilización del trióxido de arsénico (As_2O_3) ayuda a evitar la recombinación del hidrógeno en el electrolito antes de que sea absorbido por la muestra. Esto genera una mayor concentración del hidrógeno en la superficie del metal y de esta manera favorece su absorción.

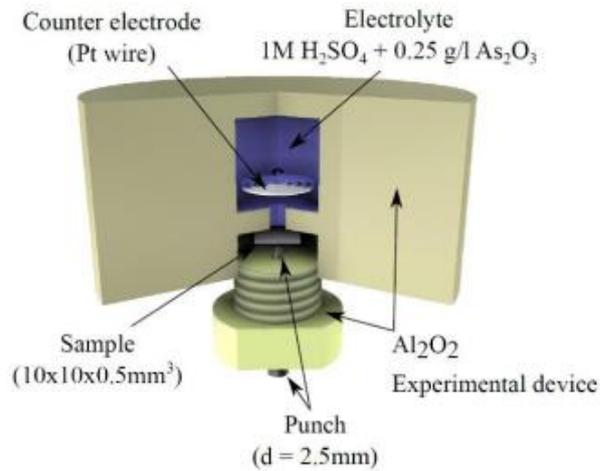


Figura 5.1. Dispositivo SPT con carga de hidrógeno insitu [24]

La densidad de corriente empleada para todos los ensayos ha sido de 0.5 mA/cm^2 proporcionada por un circuito que actúa como fuente de alimentación. Para conseguir esta densidad de corriente, la intensidad de corriente que hay que proporcionarle al circuito electrónico se calcula mediante la expresión (5.1). Se obtiene como el producto de la densidad de corriente por el área en contacto con el electrolito.

$$I = 0.5 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2} \cdot \pi \cdot (0.2)^2 \text{ cm}^2 = 0.06283 \text{ A} \quad (5.1)$$

Los ensayos SPT con carga de hidrógeno insitu se han realizado a una velocidad de desplazamiento del punzón de 0.02 mm/min . Esta velocidad es aproximadamente diez veces menor que la velocidad empleada para ensayos al aire establecida en la norma [12].

Los pasos que se han seguido para realizar los ensayos SPT en ambiente de hidrógeno se describen a continuación:

1. Una vez se tiene la probeta preparada de modo idéntico a como se explica en el apartado 4.1.1, esta se introduce en el alojamiento que existe para ella en la matriz inferior. Teniendo las debidas precauciones, se introduce con ayuda

de una jeringuilla, el electrolito en la cavidad de 4 mm de la matriz superior hasta llenarla por completo.

2. Se toma la matriz superior y con ayuda de lubricación de aceite se junta al fijador. A este conjunto se le introduce el punzón que también ha sido lubricado para evitar cualquier posible efecto de la fricción. A continuación, se coge la bola de 2.5 mm de diámetro con el extremo inferior del punzón. Se roscan ambas matrices asegurando que están bien apretadas y que el punzón se mueve con facilidad.
3. Para su colocación, es necesario poner el conjunto de matrices al revés en el alojamiento del puente de la máquina de ensayos. Con este giro, se consigue que el electrolito se encuentre siempre en contacto directo con la probeta.
4. Se conecta el cátodo del circuito al punzón y se va bajando el puente hasta que el punzón se encuentre muy próximo a la bola más grande colocada centrada en la parte inferior de la máquina.
5. Se coloca el extensómetro entre la matriz superior y la parte inferior de la máquina en los salientes preparados para ello (ver Figura 5.2)
6. Para una facilitar el posterior tratamiento de los datos y conseguir una gráfica más limpia, se realiza una precarga de la probeta hasta un valor menor de 10 N sin rebasarlo. En el caso de superar esta cifra el daño podría ser irreversible y el ensayo no sería válido.
7. Justo antes de comenzar el ensayo se coloca el ánodo en el electrodo de platino, Pt, de la matriz inferior para que comience la circulación del hidrógeno y permitiendo, de esta manera, la carga electroquímica de la probeta.
8. Cuando se llega a la carga máxima y la probeta rompe se llega al final del ensayo. En este momento se procede a desmontar el montaje de manera inversa. Una vez separadas las matrices y extraída la probeta es imprescindible asegurarse de sacar todo el electrolito que se encontraba dentro de la matriz. Para ello, nos ayudamos de la jeringuilla o de papel si fuera necesario. Esto es muy importante ya que, de lo contrario podría afectar a los ensayos posteriores.

9. La probeta ensayada se debe poner en un vaso con acetona concentrada para eliminar cualquier resto de electrolito que pudiera haber quedado.



Figura 5.2. Montaje para la realización del ensayo SPT insitu con sus partes

5.2. Resultados de los ensayos SPT en hidrógeno insitu

Como ya se ha mencionado anteriormente, todos los ensayos SPT para estudiar la fragilización del hidrógeno, realizados durante el desarrollo de este trabajo han tenido las mismas características. Se han estudiado nueve aceros diferentes, pero en todos los casos los ensayos se han llevado a cabo a la vez que se introducía hidrógeno insitu por vía electroquímica utilizando un electrolito ácido ($1 \text{ M H}_2\text{SO}_4 + 0.25 \text{ g/L As}_2\text{O}_3$), a una densidad de corriente de 0.5 mA/cm^2 y con una velocidad de 0.02 mm/min .

A continuación, en este apartado se procederá a la organización de todos los resultados obtenidos para cada uno de estos nueve aceros, así como la comparación de los resultados del comportamiento de cada material en ausencia de hidrógeno y bajo ambiente de hidrógeno.

Se expone para cada uno de los aceros las curvas carga-desplazamiento obtenidas bajo ambiente de hidrógeno. Se han ensayado una media de tres probetas por material. Estas

curvas se disponen en una gráfica junto con una curva representativa del material ensayado al aire. En todos ellos las curvas ensayadas en presencia de hidrógeno vienen representadas en colores, mientras que la curva al aire es una línea negra a trazos.

Además, se han realizado dos Tablas para todos los tipos de acero. La primera de ellas expresa los resultados directos obtenidos de los ensayos SPT en presencia de hidrógeno una vez finalizados. Estos resultados corresponden a cada una de las probetas ensayadas, realizándose la media y la desviación estándar para cada acero. La segunda consiste en la interpretación de dichos resultados mediante relaciones de distintos valores. Se incluyen también las imágenes de la superficie de fractura de todos los aceros y la sección transversal de la probeta tras el ensayo.

5.2.1. Aceros 42CrMo4

5.2.1.1. Acero 42CrMo4-550

La Figura 5.3. recoge las curvas SPT de las probetas de este material ensayadas en presencia de hidrógeno insitu. Los efectos del hidrógeno en este material son muy claros, ya que las nuevas curvas se separan de la correspondiente al aire antes incluso de que alcance la carga de cedencia. La gran fragilización por hidrógeno de este material se advierte aún más clara en el aspecto del fallo de las probetas que pasa de la rotura en “sonrisa” a la rotura en “estrella” típica de un comportamiento muy frágil.

Esta observación hace pensar en un comportamiento elástico-lineal hasta rotura, y que la diferencia entre la carga P_y y la P_m (ver Tabla 5.1) se debe exclusivamente al rozamiento del punzón contra las superficies. En la Figura 5.4 el aspecto que presenta la superficie de fractura en forma de “estrella” es una forma muy característica del comportamiento frágil. La presencia del hidrógeno da lugar a un cambio de comportamiento de dúctil a frágil.

Este cambio se aprecia también en el valor de la deformación biaxial equivalente, que disminuye drásticamente desde 0.32 al aire, hasta valores que apenas alcanzan el 0.05. La fragilización provocada se observa en la en la Figura 5.5 en la que puede apreciarse la baja estricción en la zona en la que se produce la rotura de la probeta.

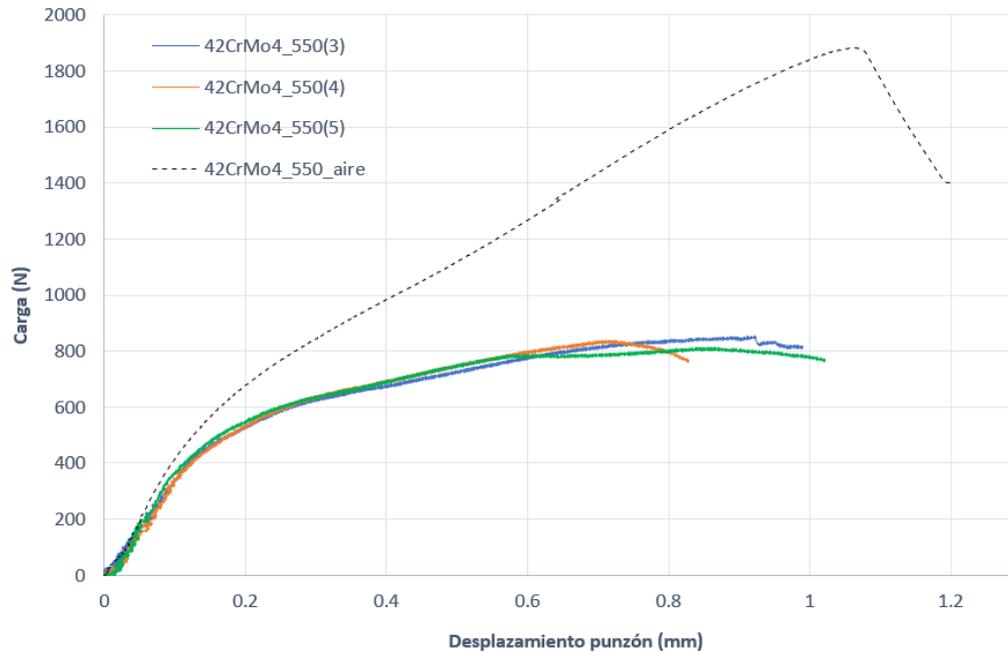


Figura 5.3. Curvas SPT del acero 42CrMo4-550

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(3)	0.487	541.94	848.43	0.92	59
(4)	0.483	511.25	832.99	0.72	43
(5)	0.485	519.19	807.84	0.85	53
media	0.485	523.97	829.58	0.83	51.8
Desv. est	0.002	15.931	20.488	0.102	8.2

Tabla 5.1. Resultados del ensayo SPT insitu de 42CrMo4-550

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(3)	2285.03	1.88	1901.72	3577.31	249	0.048
(4)	2191.47	1.48	2407.38	3570.62	184	0.053
(5)	2207.21	1.75	1963.32	3434.32	227	0.020
media	2227.905	1.70	2090.81	3527.42	218	0.041
Desv. est	50.097	0.203	275.883	77.425	33.1	0.0181

Tabla 5.2. Interpretación de resultados SPT insitu de 42CrMo4-550.

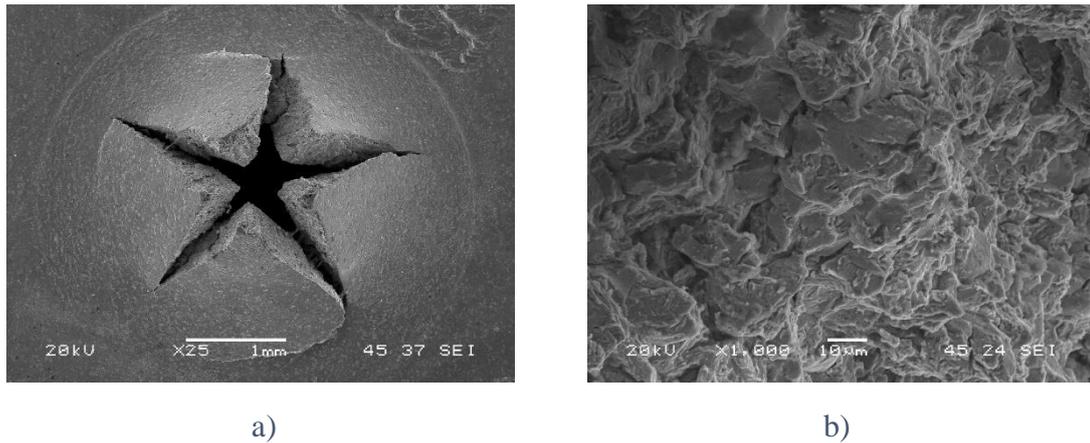


Figura 5.4. a) Superficie de fractura SPT de 42CrMo4-550 bajo ambiente de H₂
b) Detalle del micromecanismo de fractura

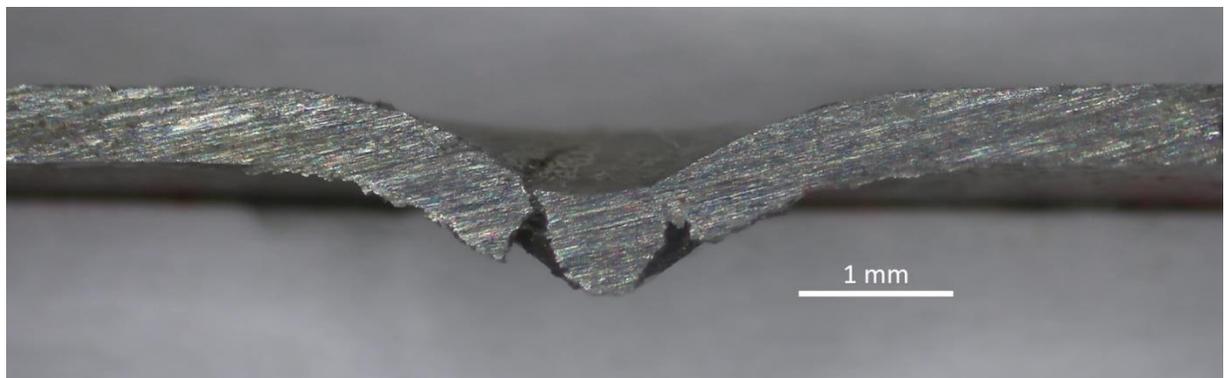


Figura 5.5. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de 42CrMo4-550.

5.2.1.2. Acero 42CrMo4-700

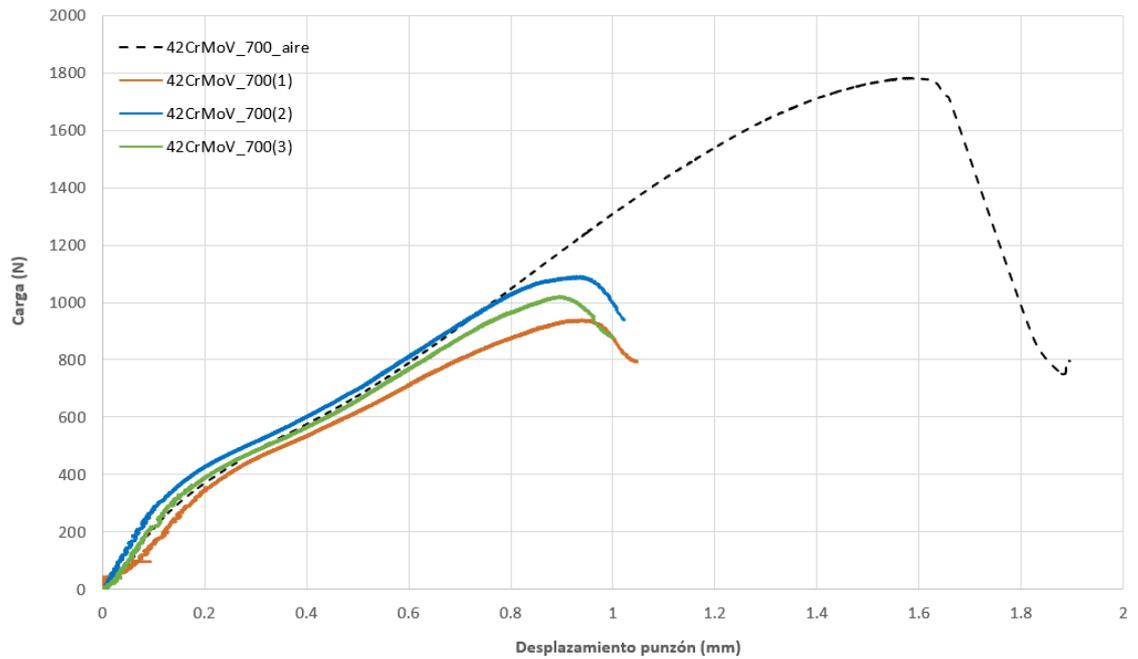


Figura 5.6. Curvas SPT del acero 42CrMo4-700

En la Figura 5.6 se puede apreciar que, las curvas características obtenidas tanto al aire como en presencia de hidrógeno, siguen un comportamiento similar en la zona elástica y en la del inicio de la zona plástica. Esto sucede hasta que el efecto del hidrógeno hace que la probeta ensayada sufra el fallo de forma prematura. De esta manera, el valor de la carga de fractura y de la energía disminuyen de manera drástica. No obstante, la fragilización no es tan notable como en el caso anterior, observándose una cierta ductilidad en la forma de rotura (Figura 5.7) y en los valores de deformación biaxial (Figura 5.8) obtenidos.

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.461	425.28	936.94	0.94	534.73
(2)	0.460	429.90	1088.28	0.93	620.54
(3)	0.475	390.40	1018.23	0.89	536.92
media	0.465	415.19	1014.48	0.92	564.06
Dev. est	0.008	21.596	75.744	0.025	48.925

Tabla 5.3. Resultados del ensayo SPT insitu de 42CrMo4-700

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	2001.12	2.04	2162.51	4408.67	2516.12	0.275
(2)	2031.66	2.03	2531.84	5143.11	2932.63	-
(3)	1730.31	1.88	2399.32	4512.95	2379.70	0.619
media	1921.03	1.98	2364.55	4688.24	2609.48	0.447
Desv. est	165.877	0.089	187.102	397.364	288.045	0.243

Tabla 5.4. Parámetros SPT insitu de 42CrMo4-700

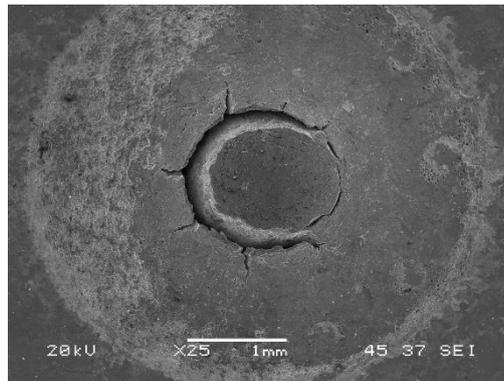


Figura 5.7. Superficie de fractura SPT de 42CrMo4-700 bajo ambiente de H_2

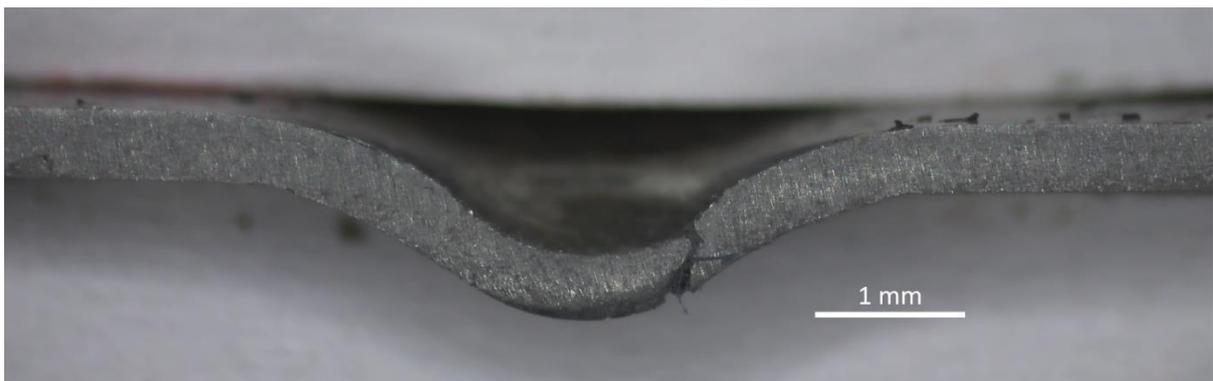


Figura 5.8. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de 42CrMo4-700

5.2.2. Aceros CrMoV

5.2.2.1. Acero CrMoV-BM

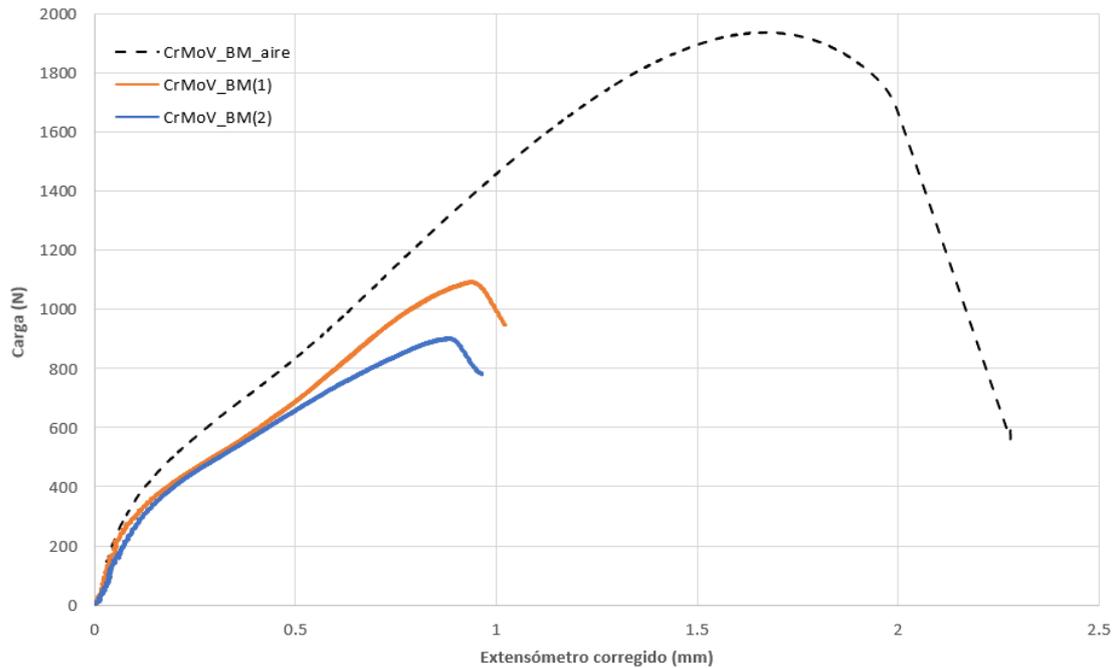


Figura 5.9. Curvas SPT del acero CrMoV-BM

En la Figura 5.9 se puede apreciar como las curvas características obtenidas tanto al aire como en presencia de hidrógeno siguen un comportamiento similar en la zona elástica y en la del inicio de la zona plástica. Esto sucede hasta que el efecto del hidrógeno hace que la probeta ensayada sufra el fallo de forma prematura. De esta manera, el valor de la carga de fractura y de la energía disminuyen mucho. No obstante, el aspecto de la probeta rota indica un comportamiento con una cierta ductilidad (Figura 5.10), con una deformación biaxial media de 0.3 (Figura 5.11).

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.449	334.82	1092.17	0.94	618.04
(2)	0.451	314.00	901.36	0.88	510.55
media	0.450	324.41	996.77	0.91	564.30
Desv. est	0.001	14.721	134.924	0.038	76.002

Tabla 5.5. Resultados del ensayo SPT insitu de CrMoV-BM

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	1662.30	2.09	2600.42	5422.41	3068.43	0.503
(2)	1546.52	1.96	2270.67	4439.39	2514.59	0.121
media	1604.41	2.02	2435.54	4930.90	2791.51	0.312
Desv. est	81.871	0.092	233.170	695.095	391.623	0.270

Tabla 5.6. Interpretación de resultados SPT insitu de CrMoV-BM

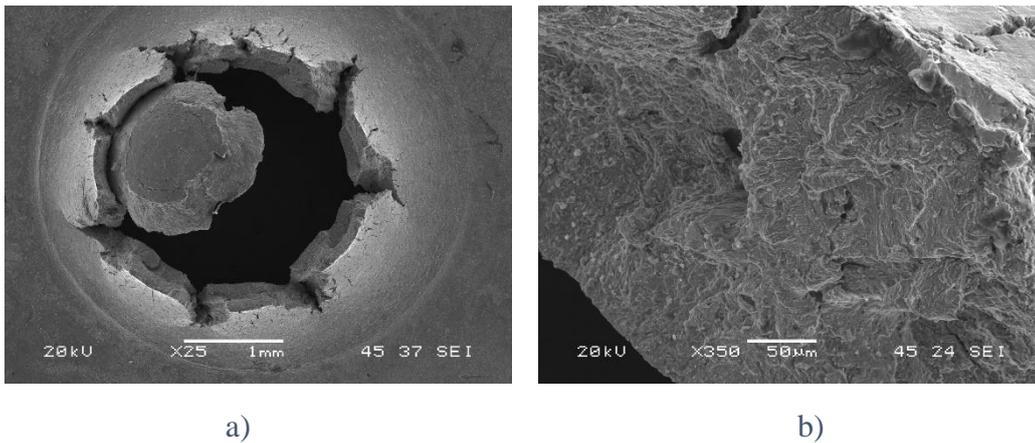


Figura 5.10. a) Superficie de fractura SPT de CrMoV-BM bajo ambiente de H_2 b) Detalle de la superficie de fractura



Figura 5.11. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de CrMoV-BM

5.2.2.2. Acero CrMoV-WM

En este caso, las curvas obtenidas (Figura 5.12) indican una mayor fragilidad, llegándose a superar apenas el valor de la carga de fluencia, P_y , cuando el ensayo se realiza en presencia de hidrogeno. Esta fragilización se hace notar no sólo en el valor de la energía encerrada bajo la curva (W_m) sino también en el aspecto de la rotura y en el valor de la deformación biaxial equivalente, que en este caso apenas supera 0.15.

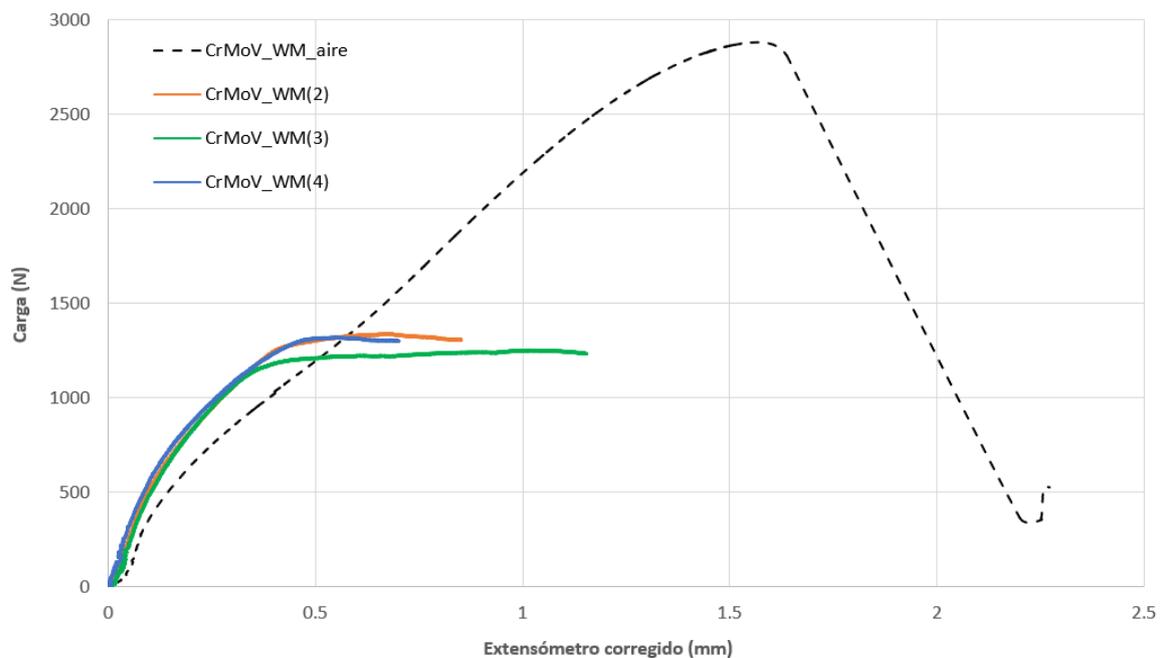


Figura 5.12. Curvas SPT del acero CrMoV-WM

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(2)	0.563	898.87	1335.83	0.67	653.56
(3)	0.557	912.62	1250.23	1.02	1051.09
(4)	0.553	801.25	1316.98	0.55	512.76
media	0.558	870.91	1301.01	0.75	739.14
Desv. est	0.005	60.718	44.978	0.242	279.182

Tabla 5.7. Resultados del ensayo SPT insitu de CrMoV-WM.

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(2)	2839.65	1.19	3552.32	4220.08	2064.70	0.133
(3)	2939.97	1.83	2206.70	4027.58	3386.06	-
(4)	2618.13	0.998	4313.10	4303.31	1675.47	0.178
media	2799.25	1.34	3357.37	4183.66	2375.41	0.156
Desv. est	164.676	0.433	1066.647	141.425	896.624	0.032

Tabla 5.8. Interpretación de resultados SPT insitu de CrMoV-WM

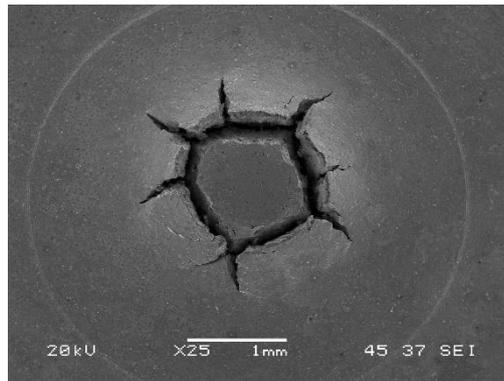


Figura 5.13. Superficie de fractura SPT de CrMoV-WM bajo ambiente de H_2

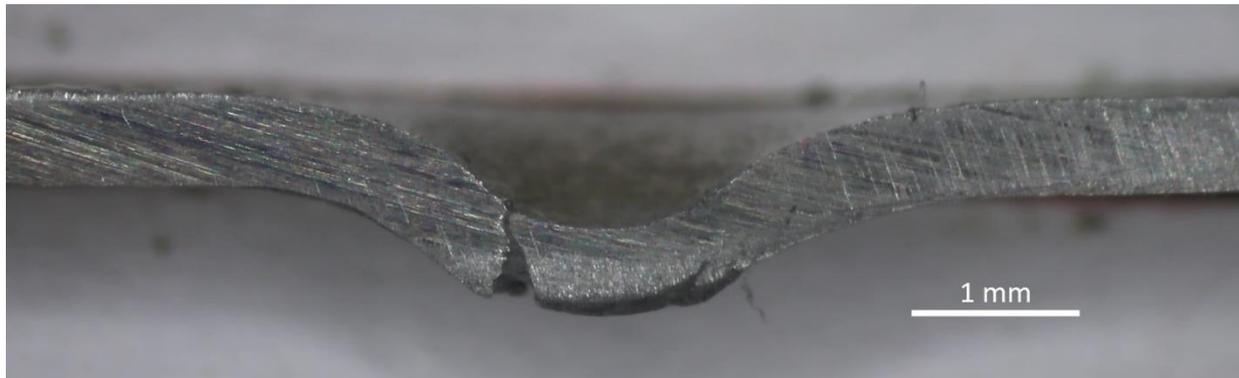


Figura 5.14. Sección transversal de la probeta SPT tras el ensayo insitu de CrMoV-WM

5.2.3. Aceros CrNiMn

5.2.3.1. Acero R5

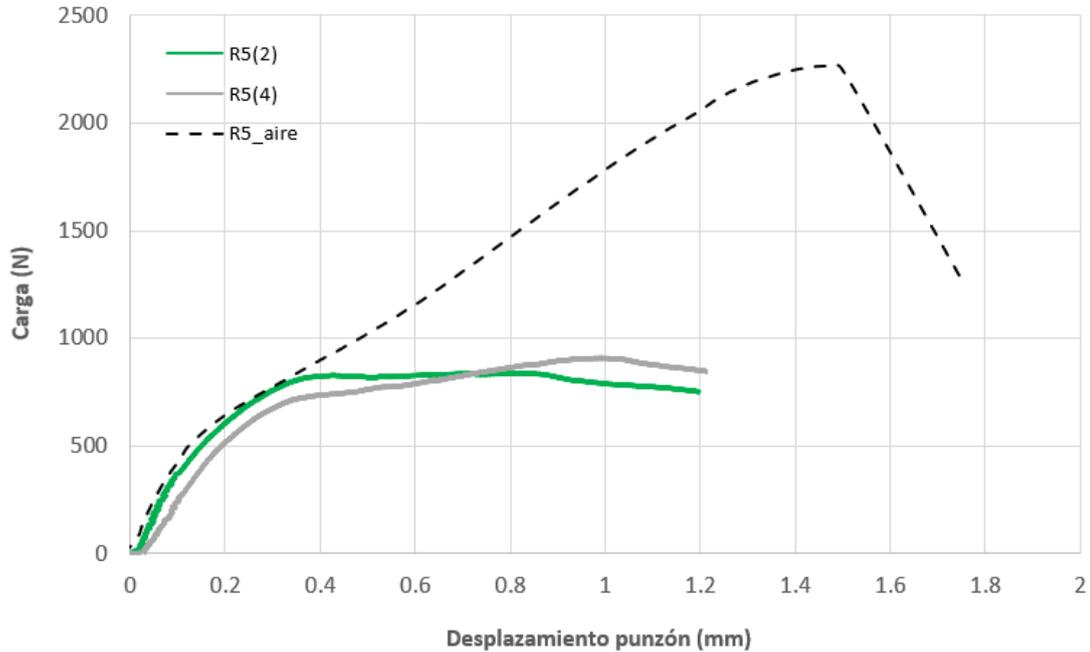


Figura 5.15. Curvas SPT del acero R5

También en este caso el efecto fragilizador del hidrógeno es tal (Figura 5.15) que la rotura se produce apenas sobrepasada la carga de cedencia del material. Esto se refleja en bajos valores de energía de fractura, pero también en una deformación biaxial equivalente por debajo de 0.1.

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(2)	0.483	598.55	839.14	0.81	554.26
(4)	0.480	572.55	908.34	1.00	674.61
media	0.481	585.55	873.74	0.90	614.44
Desv. est	0.004	18.388	48.931	0.135	85.101

Tabla 5.9. Resultados del ensayo SPT insitu de R5

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(2)	2567.86	1.68	2148.77	3599.99	2377.85	0.059
(4)	2489.18	2.08	1895.08	3949.01	2932.90	0.093
media	2528.52	1.88	2021.92	3774.50	2655.38	0.076
Desv. est	55.641	0.289	179.386	246.795	392.479	0.024

Tabla 5.10. Interpretación de resultados SPT insitu de R5

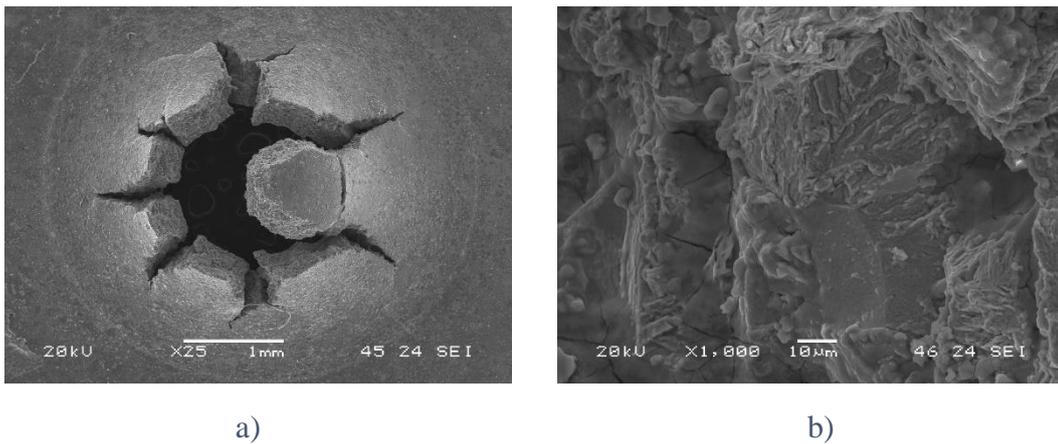


Figura 5.16. a) Superficie de fractura SPT de R5 bajo ambiente de H_2 b) Detalle de la superficie de fractura



Figura 5.17. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de R5

5.2.3.2. Acero R6

Como se observa en la Figura 5.18, el comportamiento del acero R6 es muy similar al R5, ya que de nuevo apenas se supera la zona de comportamiento elástico cuando se produce la rotura, existiendo una clara disminución de la energía de fractura en los ensayos realizados en presencia de hidrógeno.

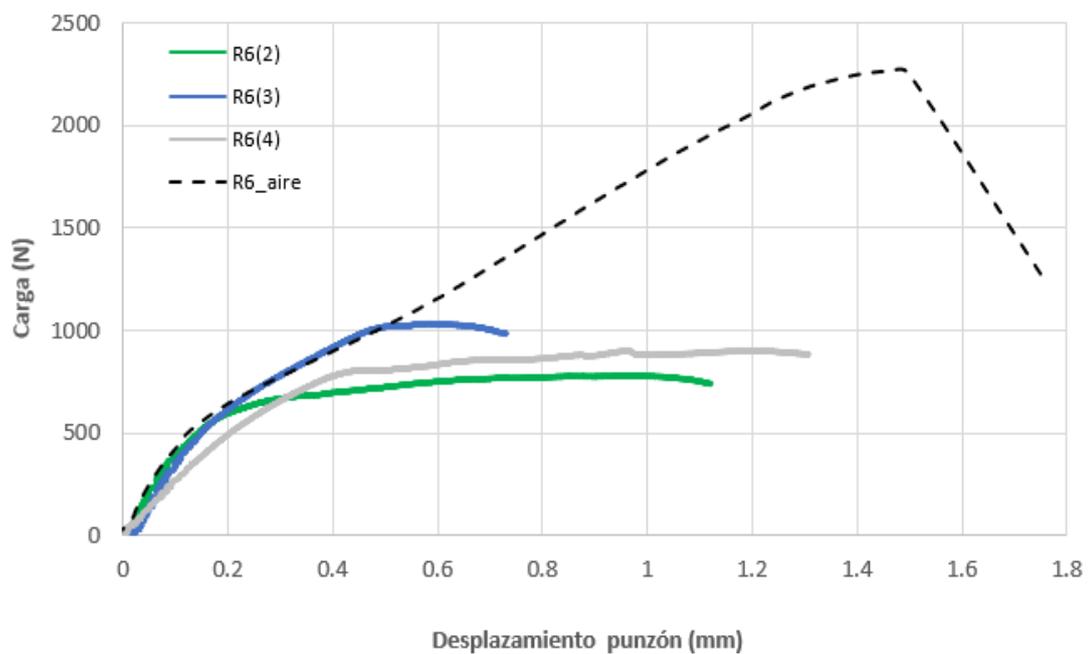


Figura 5.18. Curvas SPT del acero R6

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(2)	0.471	529.56	778.29	0.99	646.32
(3)	0.473	621.59	1034.03	0.58	401.40
(4)	0.476	651.42	902.13	0.97	660.13
media	0.473	600.85	904.82	0.85	569.28
Desv. est	0.002	127.894	127.894	0.228	145.558

Tabla 5.11. Resultados del ensayo SPT insitu de R6

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(2)	2387.11	2.10	1671.30	3508.35	2913.48	0.092
(3)	2773.62	1.23	3747.08	4614.04	1791.09	0.096
(4)	2879.89	2.03	1964.85	3988.27	2918.40	0.097
media	2680.21	1.79	2461.08	4036.88	2540.99	0.095
Desv. est	259.330	0.482	1123.340	554.447	649.435	0.025

Tabla 5.12. Interpretación de resultados SPT insitu de R6

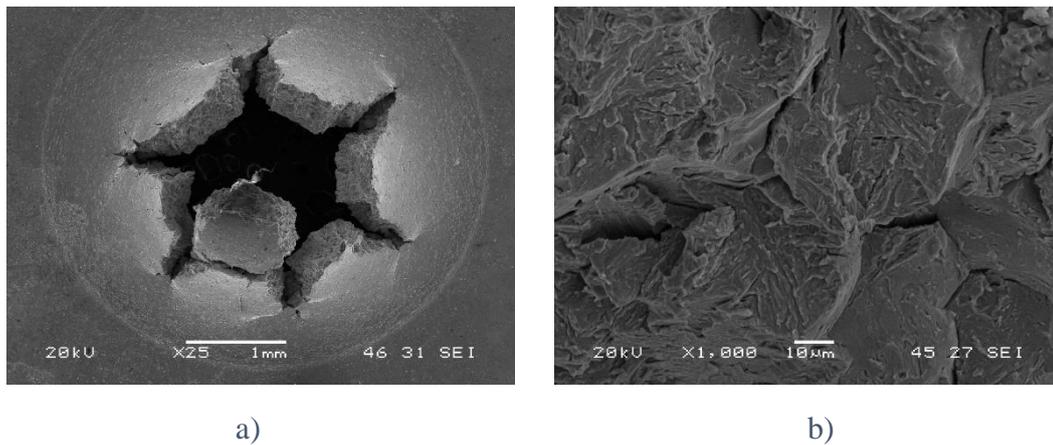


Figura 5.19. a) Superficie de fractura SPT de R6 bajo ambiente de H₂ b) Detalle de su microestructura



Figura 5.20. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de R6

5.2.4. Acero AF1-BR

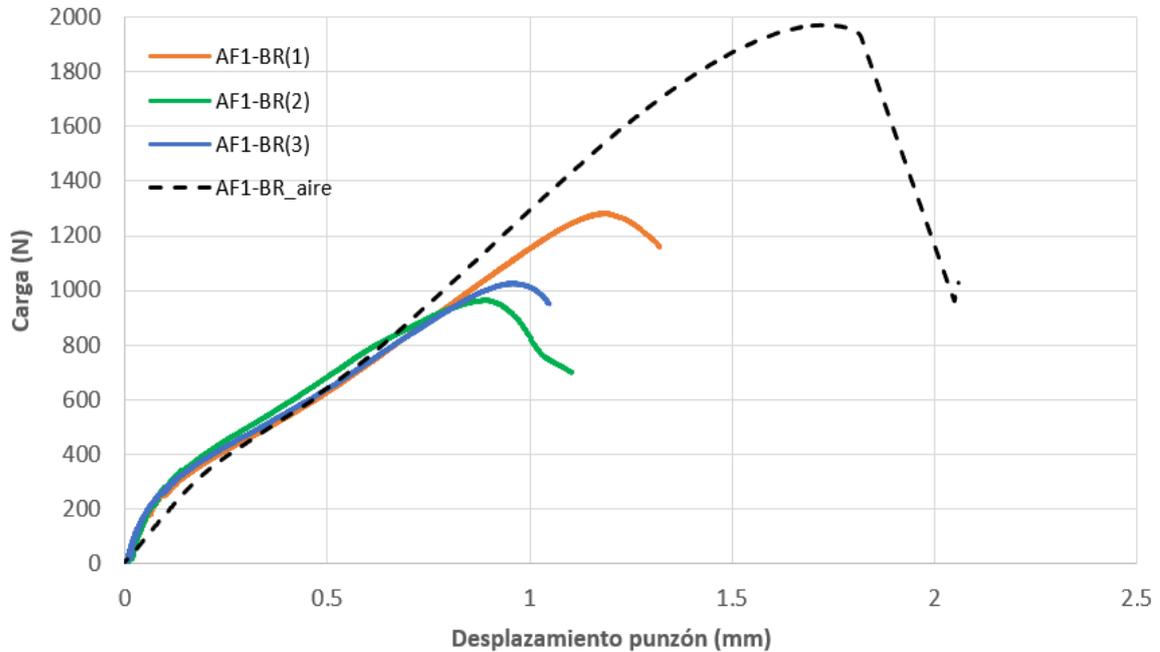


Figura 5.21. Curvas SPT del acero AF1-BR.

Este acero también tiene una energía de fractura más elevada el caso del ensayo al aire que en el caso de los ensayos en presencia de hidrógeno. Como se viene dando en todos los aceros estudiados hasta el momento.

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.450	305.36	1282.13	1.19	869.61
(2)	0.469	327.63	964.19	0.89	564.22
(3)	0.457	310.17	1026.03	0.96	592.83
media	0.458	314.38	1090.78	1.01	675.55
Desv. est	0.010	11.716	168.572	0.154	168.670

Tabla 5.13. Resultados del ensayo SPT insitu de AF1-BR

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	1510.67	2.64	2404.00	6342.89	4302.11	0.314
(2)	1489.57	1.90	2301.40	4383.73	2565.25	-
(3)	1485.14	2.09	2347.67	4912.89	2838.59	0.366
media	1495.13	2.21	2351.02	5213.17	3253.32	0.340
Desv. est	13.642	0.381	51.383	1013.507	933.921	0.037

Tabla 5.14. Interpretación de resultados SPT insitu de AF1-BR

El comportamiento es frágil como se puede observar en la Figura 5.22.

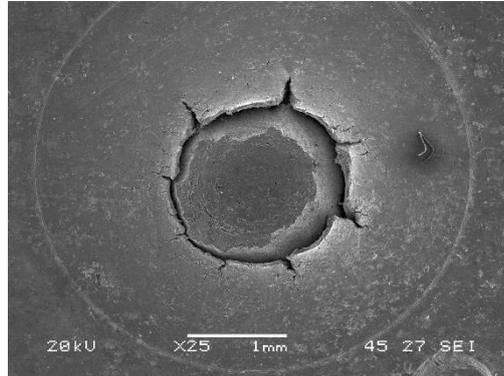


Figura 5.22. Superficie de fractura de AF1-BR bajo ambiente de H_2

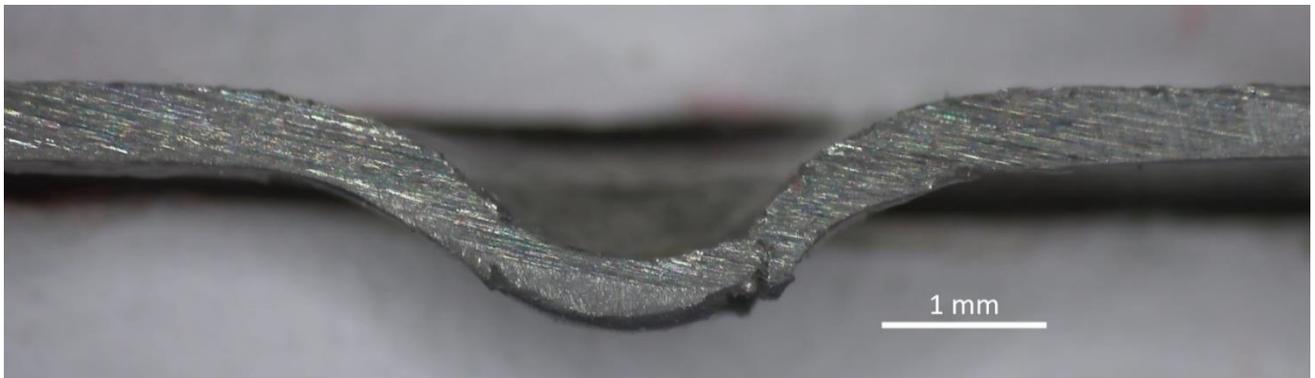


Figura 5.23. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de AF1-BR

5.2.5. Acero H8

También vuelve a variar de manera considerable el área encerrada bajo la curva, como se puede observar en la Figura 5.24.

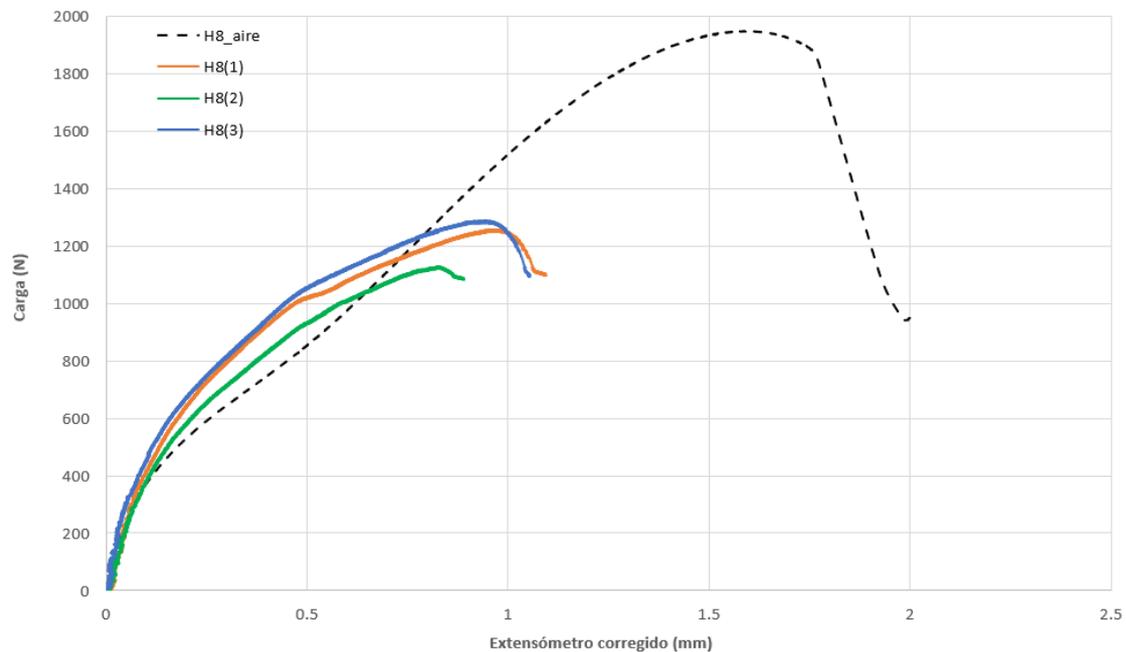


Figura 5.24. Curvas SPT del acero H8

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(1)	0.504	712.73	1335.83	0.96	653.56
(2)	0.485	570.03	1250.23	0.83	1051.09
(3)	0.506	680.86	1316.98	0.94	512.76
media	0.498	654.54	1301.01	0.91	739.14
Desv. est	0.012	74.900	44.978	0.070	279.182

Tabla 5.15. Resultados del ensayo SPT insitu de H8

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(1)	2801.54	1.90	2762.95	5250.81	2568.99	-
(2)	2423.44	1.71	3108.27	5315.27	4468.64	0.237
(3)	2659.25	1.86	2772.77	5143.79	2002.71	0.221
media	2628.08	1.82	2881.33	5236.62	3013.44	0.229
Desv. est	190.969	0.099	196.595	86.614	1291.649	0.011

Tabla 5.16. Interpretación de resultados SPT insitu de H8

Este acero estructural presenta fragilización por el efecto del hidrógeno, pudiéndose apreciar una superficie de fractura con grietas radiales en la Figura 5.25.a). Dicho tipo de fractura es muy propia del comportamiento frágil de los materiales.

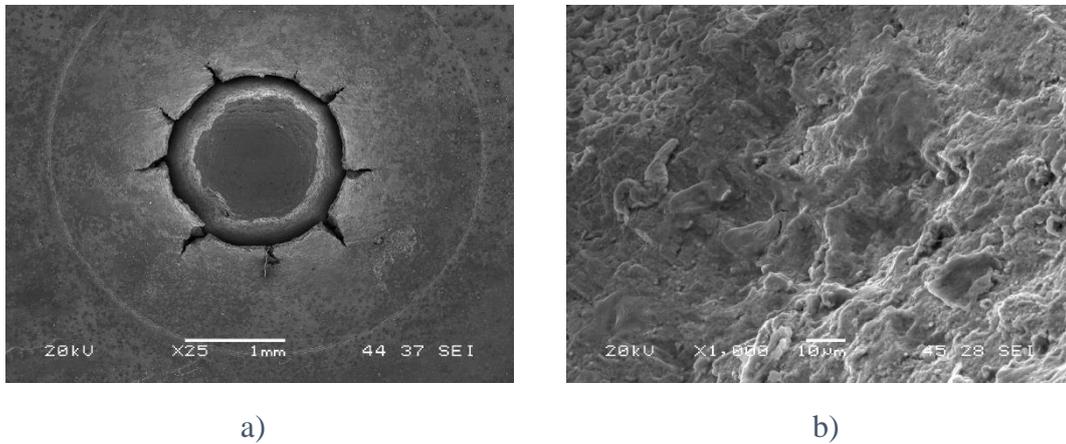


Figura 5.25. a) Superficie de fractura SPT de H8 bajo ambiente de H_2 b) Detalle de su microestructura

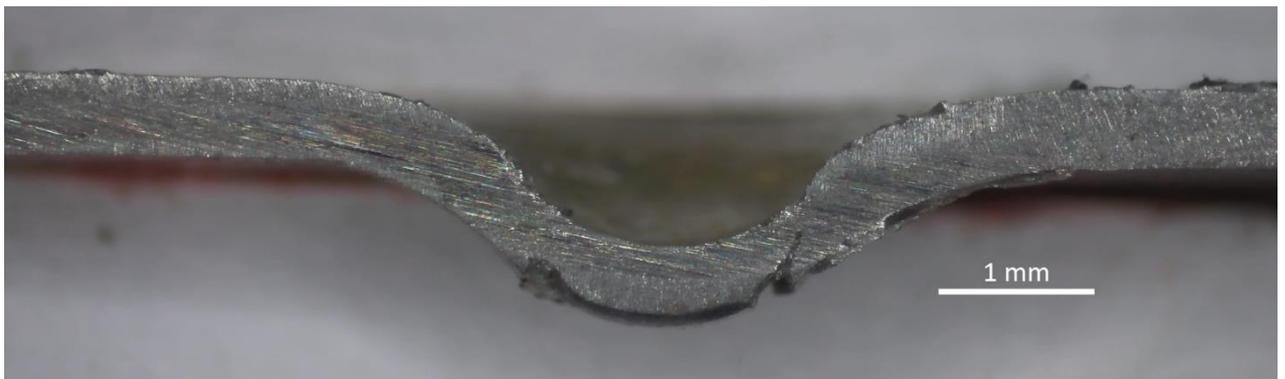


Figura 5.26. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de H8

5.2.6. Acero S355

Este acero estructural es el único de todos los materiales que hemos analizado, que parece no presentar una fragilización acusada en ambiente de hidrógeno. Este hecho se ve claramente reflejado la Figura 5.27. Las áreas encerradas bajo la curva son muy similares en ambos casos de estudio, tanto en presencia de hidrógeno como al aire.

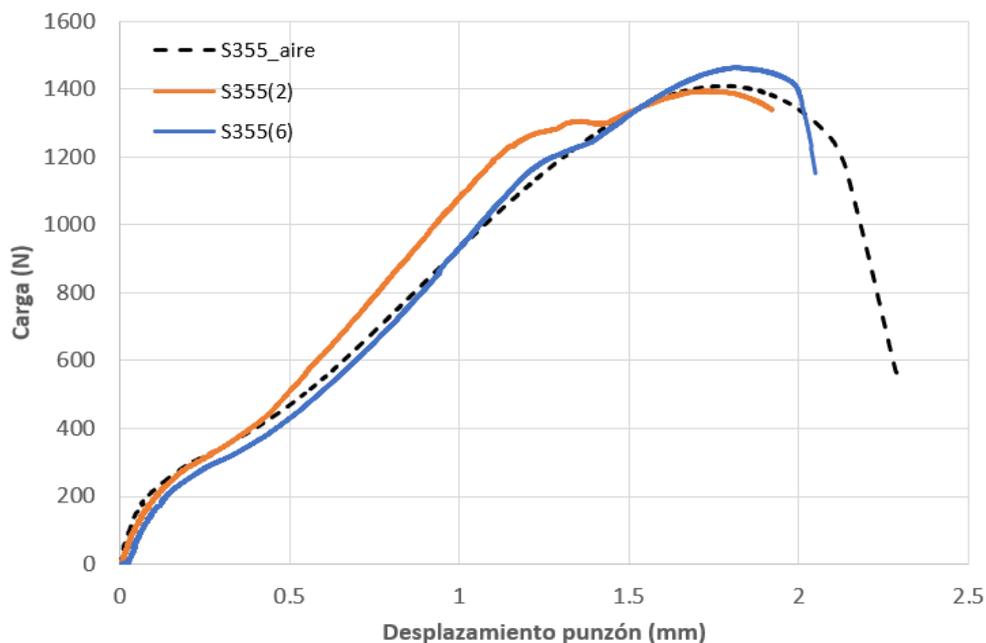


Figura 5.27. Curvas SPT del acero S355

	t (mm)	P_y (N)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m (Nmm)
(2)	0.476	268.82	1394.74	1.73	1489.67
(6)	0.469	231.41	1463.63	1.82	1483.52
media	0.472	250.11	1429.19	1.77	1486.59
Desv. est	0.005	26.447	48.708	0.058	4.347

Tabla 5.17. Resultados del ensayo SPT insitu de S355

	P_y/t^2 (MPa)	d_m/t	$P_m/t \cdot d_m$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	W_m/t^2 (MPa)	ϵ_{qf}
(2)	1185.46	3.64	1690.06	6150.75	6569.36	0.78
(6)	1053.90	3.88	1720.35	6665.67	6756.27	1.06
media	1119.68	3.76	1705.21	6408.21	6662.81	0.92
Desv. est	93.025	0.166	21.423	364.103	132.163	0.204

Tabla 5.18. Interpretación de resultados SPT insitu de S355

Esta baja afectación del hidrógeno en el acero también se ve reflejada en la superficie de fractura de la Figura 5.28 en la que se muestra un comportamiento dúctil, muy similar a la superficie de fractura realizada al aire (Figura 4.40).

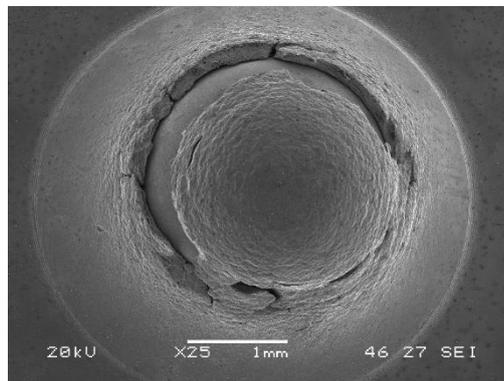


Figura 5.28. Superficie de fractura de S355 bajo ambiente de H_2 .



Figura 5.29. Sección transversal de la probeta SPT tras ensayo insitu de S355

5.3. Propiedades mecánicas bajo hidrógeno insitu

La Tabla 5.19 recoge los valores medios de los distintos parámetros SPT obtenidos en ambiente de hidrógeno para los distintos materiales analizados. A partir de esos parámetros se calcularon las propiedades mecánicas a tracción y a fractura utilizando correlaciones que tengan en cuenta tanto nuestros resultados como los obtenidos por T.E García [13]:

$$\sigma_{ys} = 0.37 \cdot (P_y/t^2) \quad (5.1)$$

$$\sigma_{ut} = 0.313 \cdot (P_m/t \cdot d_m) \quad (5.2)$$

$$A = 6.13 \cdot (d_m/t) \quad (5.3)$$

$$J_{IC} = 449 \epsilon_{qf} + 105.35 \quad (5.4)$$

Con los parámetros obtenidos de los ensayos SPT de hidrógeno se aplican las ecuaciones (5.1), (5.2), (5.3) y (5.4) de manera que se consigan los valores de las propiedades mecánicas en hidrógeno. Estos resultados quedan recogidos también en la Tabla 5.19.

Material	Parámetros SPT				Propiedades mecánicas en Hidrógeno utilizando correlaciones			
	P_y/t^2 (MPa)	$P_m/t d_m$ (MPa)	d_m/t	ϵ_{qf}	σ_{ys} (MPa)	$\sigma_{ut}(1)$ (MPa)	A (%)	J_{IC} (kJ/m ²)
42CrMo4-550	2228	2091	1.70	0.041	824	663.41	10.4	123.5
42CrMo4-700	1921	2365	1.98	0.45	709	750.27	12.1	306.2
CrMoV-BM	1604	2436	2.02	0.31	593	772.80	12.4	245.3
CrMoV-WM	2799	3357	1.34	0.16	1035	1065.29	7.9	175.2
R5	2529	2022	1.88	0.08	935	641.56	11.5	139.5
R6	2680	2461	1.79	0.095	988	780.90	10.7	148.0
AF1-BR	1495	2351	2.21	0.34	553	745.98	13.4	258.1
H8	2628	2881	1.82	0.23	971	914.25	11.2	208.2
S355	1120	1705	3.76	0.7	414	541.06	23.1	419.7

Tabla 5.19. Resultados obtenidos de todos los ensayos utilizando las correlaciones correspondientes

Como puede observarse en la Tabla 5.19, el valor del límite elástico obtenido es muy similar al exhibido por los aceros sin hidrógeno lo que indicaría que este parámetro no se ve especialmente afectado por la presencia de hidrógeno. Esta apreciación coincide con lo obtenido cuando se realizan ensayos de tracción en ambiente de hidrógeno, e indicaría, una vez más, que la correlación entre el parámetro σ_{ys} y el P_y/t^2 obtenida sigue teniendo validez cuando los ensayos se realizan en condiciones electroquímicas de carga de hidrógeno.

No ocurre lo mismo con la correlación entre la resistencia a la tracción y el parámetro $P_m/t \cdot d_m$. Cuando se aplica la ecuación (5.2) que relaciona ambos parámetros en ensayos al aire, se obtiene valores de σ_{ut} (señalados de color azul en la Tabla 5.19) que en la mayoría de las ocasiones resultan inferiores al valor del límite elástico, lo cual es completamente ilógico. Esto es debido a que dicha relación únicamente debe aplicarse cuando el comportamiento del acero es tal que la rotura se produce en la zona IV de la curva, y el micromecanismo de fractura es totalmente dúctil. Cuando esto no ocurre, como es el caso de todos los aceros ensayados en hidrógeno (excepto el S355) esta correlación deja de ser válida. En este caso, podría resultar más útil utilizar otro tipo de correlación, como la propuesta por la norma europea [12], que relaciona la resistencia a la tracción con el parámetro F_i/t^2 mediante una ecuación del tipo:

$$\sigma_{ut} = \eta \cdot (F_i/t^2) \quad (5.5)$$

Donde F_i es una carga que se calcula a un cierto valor del desplazamiento d_i y η es una constante. El valor de d_i depende del espesor de la probeta, t , de modo que para $t=0.5\text{mm}$, $d_i=0.5\text{mm}$. Investigaciones realizadas por el grupo SIMUMECAMAT sobre distintos grados de aceros analizados en condiciones ambientales normales, proponen un valor de $\eta=0.25$, de modo que la ecuación (5.5) se convertiría en:

$$\sigma_{ut} = 0.25 \cdot (F_i/t^2) \quad (5.6)$$

En la Tabla 5.20 se recoge el valor de F_i/t^2 obtenido para los distintos materiales en condiciones de hidrógeno electroquímico, así como el valor de la resistencia a la tracción correspondiente. Como puede observarse, los valores ahora obtenidos son muy próximos también a los obtenidos al aire, lo que volvería a corroborar las apreciaciones de múltiples autores que indican que este parámetro tampoco suele verse muy afectado por el hidrógeno [3], [6], [8],[9].

Volviendo a la Tabla 5.19, vemos que los valores de alargamiento obtenidos al aplicar la correlación (5.3) se encuentran muy por debajo de los obtenidos al aire (Tabla 4.19), lo que indicaría que este parámetro sí que se ve muy afectado por la presencia de hidrógeno, hecho que también señalan el resto de los investigadores [3],[6],[8],[9].

Lo mismo ocurre con los valores de J_{IC} obtenidos mediante la ecuación (5.4), que sufren una fuerte caída, como era de esperar en virtud de la fragilización exhibida por todos los aceros analizados cuando son ensayados en presencia de hidrógeno electroquímico.

Material	F_i/t^2 (MPa)	$\sigma_{ut}(5.6)$ (MPa)
42CrMo4-550	3613	903.25
42CrMo4-700	3390	847.5
CrMoV-BM	3263	815.75
CrMoV-WM	4502	1125.5
R5	4440	1110
R6	4615	1153.75
AF1-BR	3094	773.5
H8	4633	1158.25
S355	2312	578

Tabla 5.20. Valores medios del parámetro F_i/t^2 y de la resistencia a la tracción obtenida aplicando la correlación (5.6).

6. Análisis de la fragilización por hidrógeno mediante ensayos SPT

Una vez realizados los ensayos SPT de los diferentes aceros, tanto en ambiente de laboratorio como en presencia de hidrógeno cargado electroquímicamente insitu en este capítulo se analizará la posible aplicabilidad de este ensayo a la hora de analizar el comportamiento de diferentes aceros estructurales trabajando en un cierto ambiente de hidrógeno.

Para ello, y tal como se ha discutido en el capítulo 4, asumimos la validez de las correlaciones analizadas entre los parámetros SPT y las propiedades mecánicas convencionales a tracción y a fractura, y que dichas correlaciones también podrían aplicarse en el caso de que el ambiente de ensayo diferente al de laboratorio, como es el caso del utilizado en los ensayos bajo carga de hidrógeno insitu.

Además, también analizaremos la variación de otros parámetros, como el relacionado con la energía de fractura, W_m/t^2 , que, aunque no están directamente relacionado con ningún parámetro estándar, podrían proporcionarnos mucha información acerca del fenómeno de fragilización.

Bajo esta premisa, la fragilización por hidrógeno puede ser analizada mediante los índices de fragilización, IFH, semejantes a los que se utilizan en los ensayos normalizados, solo que ahora los parámetros serán los obtenidos en los ensayos SPT.

Así, definiremos el índice de fragilización por hidrógeno (*Hydrogen Embrittlement Index*, HEI) para un determinado parámetro, X, como:

$$HEI_X = \frac{X_{air} - X_H}{X_{air}} \cdot 100 \quad (6.1)$$

Donde X_{air} es el valor del parámetro cuando el ensayo se realiza en condiciones ambientales de laboratorio, y X_{H} su valor cuando el ensayo se realiza bajo condiciones de carga de hidrógeno insitu.

En la Tabla 6.1 se resumen, a modo de comparación, los valores medios de los principales parámetros SPT obtenidos para todos los aceros analizados, tanto en ambiente de hidrógeno insitu como en ambiente de laboratorio. También se incluyen los índices de fragilización correspondientes a varios de los parámetros SPT. De este modo se podrá evaluar cual es el tipo de acero más adecuado.

Como puede observarse el IFH referido al parámetro P_y/t^2 (relacionado con el límite elástico del material) fluctúa entre valores positivos y negativos en general muy bajos. Esto indica que este parámetro apenas se vería influenciado por la presencia de hidrógeno, lo que coincide con lo observado con la mayoría de los aceros cuando son ensayados a tracción en presencia de hidrógeno.

Lo mismo ocurre con el parámetro F_i/t^2 , relacionado con la resistencia a la tracción del material. Tampoco se ve especialmente afectado por el hidrógeno, hecho que vuelve a coincidir con lo que sucede en los ensayos de tracción ejecutados en presencia de este elemento.

Sin embargo, cuando evaluamos el efecto del hidrógeno en el parámetro d_m/t , relacionado con el alargamiento a la tracción, que, en todos los casos, menos en el acero S355, muestra valores de fragilización superiores al 20%. Esto vuelve a confirmar la relación entre este parámetro SPT y el alargamiento a la tracción, que junto con la estricción es el parámetro que más se ve afectado por el hidrógeno en un ensayo de tracción.

Por su parte, los parámetros SPT más afectados son la deformación biaxial equivalente (ϵ_{qf}) y la energía de fractura (W_m/t^2), para los que ya se alcanzan índices de fragilización superiores al 90% en algunos aceros.

Quedándonos, entonces, con los parámetros SPT que se ven afectados por la presencia de hidrógeno (d_m/t , W_m/t^2 , ϵ_{qf}), la Figura 6.1 recoge la variación de los mismos en función del límite elástico del acero.

Material	Condición	P_y/t^2 (MPa)	F_i/t^2 (MPa)	d_m/t	ϵ_{qf}	W_m/t^2 (J/mm ²)
42CrMo4-550	Air	2454	4234	2.12	0.39	4871
	H ₂	2228	3613	1.70	0.04	218
	HEI	9	15	20	90	96
42CrMo4-700	Air	1366	3514	3.36	1.08	7380
	H ₂	1921	3390	1.98	0.45	2609
	HEI	-43	4	41	59	65
CrMoV-BM	Air	1688	3215	3.29	1.23	7825
	H ₂	1604	3263	2.02	0.31	2792
	HEI	5	-1	39	75	65
CrMoV-WM	Air	1602	5424	3.10	0.77	10478
	H ₂	2799	4502	1.29	0.16	2375
	HEI	-7	17	59	80	78
R5	Air	2462	4290	3.02	0.58	8376
	H ₂	2529	4440	1.88	0.08	2655
	HEI	-3	-3	38	87	68
R6	Air	2589	4702	2.95	0.38	8350
	H ₂	2680	4615	1.74	0.095	2541
	HEI	-3	2	41	75	70
AF1-BR	Air	1692	3002	3.56	1.06	8315
	H ₂	1495	3094	2.21	0.34	3253
	HEI	12	-3	37.87	67.99	61
H8	Air	1846	3437	3.56	0.98	8036
	H ₂	2628	4633	2.19	0.23	3013
	HEI	-42	-35	38	77	65
S355	Air	1033	2541	3.57	1.2	5929
	H ₂	1120	2312	3.46	0.92	6663
	HEI	-8	9	-5	23	-12

Tabla 6.1. Índices de fragilización de los distintos aceros analizados en función del parámetro analizado.

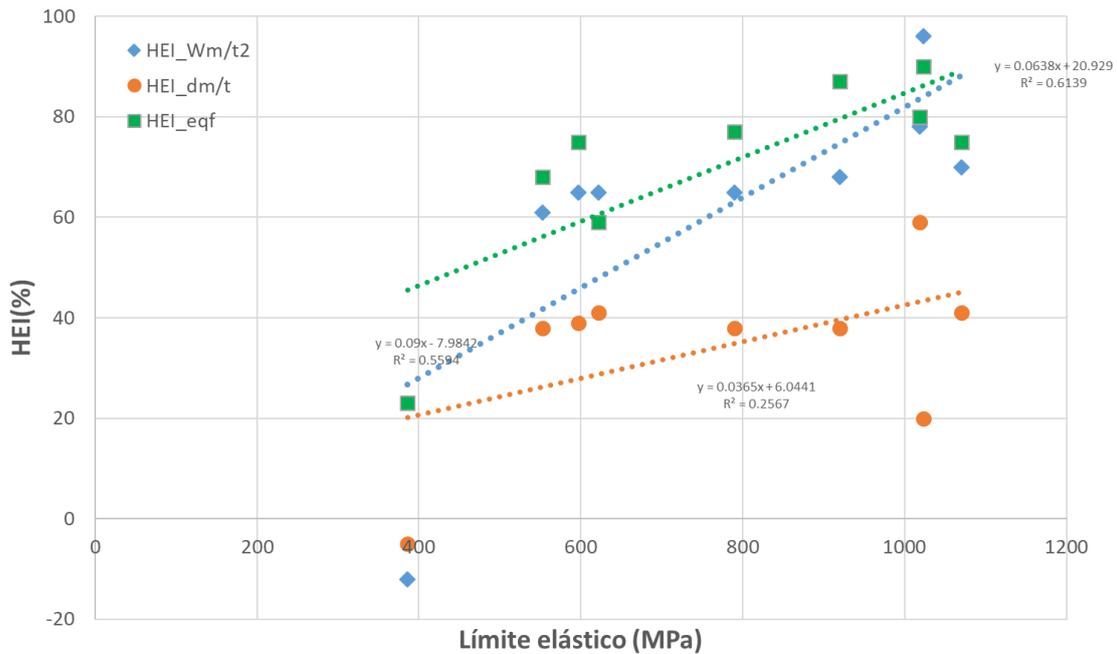


Figura 6.1. Variación de los Índices de Fragilización por Hidrógeno en función del límite elástico del acero analizado.

Como puede observarse, sea cual sea el parámetro elegido, el índice de fragilización por hidrógeno crece conforme lo hace la resistencia del material. No obstante, el parámetro relacionado con el alargamiento ofrece una gran dispersión, por lo que no sería muy fiable. El parámetro que ofrece una mejor correlación es el relacionado con la deformación biaxial equivalente, si bien el relacionado con la energía de fractura se le aproxima. Si recordamos que estos dos parámetros estaban relacionados con la tenacidad a la fractura del material, y que esta propiedad es también la que resulta más afectada en ambiente de hidrógeno, los resultados obtenidos vuelven a indicarnos que el ensayo SPT resulta una herramienta válida a la hora de clasificar los aceros en cuanto a su comportamiento en presencia de hidrógeno.

En este aspecto, hacemos notar que el acero que muestra un mejor comportamiento frente al hidrógeno es el S355, que en este caso solo mostro signos de fragilización en la deformación biaxial equivalente. Este acero, que es uno de los más utilizados en la industria energética off-shore, sería un candidato ideal frente a cualquier otro. No obstante, si se desea un acero con un mayor límite elástico, destacamos el 42CrMo4-700, que con un límite elástico superior a 600MPa, muestra índices de fragilización inferiores al resto.

7. Conclusiones

En este trabajo se ha llevado a cabo un estudio de la influencia que ejerce un cierto ambiente de hidrógeno sobre las propiedades de una amplia variedad de aceros. Estas propiedades se han obtenido inicialmente en condiciones normales de laboratorio y, posteriormente, utilizando ensayos de carga electroquímica de hidrógeno insitu que simularían unas ciertas condiciones de trabajo en presencia de hidrógeno. A partir de los resultados obtenidos con los dos tipos de ensayos, se han obtenido las siguientes conclusiones:

- Se han verificado y mejorado las correlaciones entre los parámetros SPT y las propiedades mecánicas a tracción y a fractura incorporando los resultados de los nuevos aceros.
- Con las condiciones de ensayo de carga electroquímica insitu impuestas, ha sido posible detectar el fenómeno de fragilización por hidrógeno en todos los aceros analizados.
- El parámetro SPT que mejor representa la resistencia a la tracción del material es F_i/t^2 , ya que puede ser utilizado tanto cuando el comportamiento del material es totalmente dúctil (ensayos al aire) como cuando el acero exhibe una cierta fragilización (ensayos en ambiente de hidrógeno).
- La deformación biaxial equivalente también podría proporcionar el valor de la tenacidad a la fractura en condiciones de ambiente de hidrógeno, si bien habría que corroborarlo con ensayos de tenacidad realizados en condiciones semejantes.
- En las condiciones de carga de hidrógeno impuestas, los parámetros SPT relacionados con el límite elástico (P_y/t^2) y con la resistencia a la tracción (F_i/t^2) no se ven afectados, mientras que si experimentan un deterioro los relacionados con el alargamiento (dm/t) y con la tenacidad (W_m/t^2 y ϵ_{qf}).
- El efecto del hidrógeno en los ensayos SPT se puede analizar y estimar de manera cuantitativa a través de los Índices de Fragilización por Hidrógeno (HEI) calculados

en función de cualquiera de los parámetros afectados, si bien el que mejor define el fenómeno es el basado en la deformación biaxial equivalente, HEI_{eqf} .

- Cualquiera que sea el parámetro utilizado para definirlos, los Índices de Fragilización por Hidrógeno crecen conforme lo hace la resistencia del material.
- El acero que mejor comportamiento exhibe en las condiciones de carga electroquímica utilizadas es el acero S355, cuyas propiedades apenas se ven afectadas por este elemento químico.
- Si se desea un acero de mayor resistencia, el 42CrMo4 revenido a 700°C es el que muestra un mejor comportamiento.
- Por último, cabe destacar que el ensayo SPT permite obtener las propiedades mecánicas de todos los aceros analizados, tanto en condiciones ambientales normales de laboratorio como en condiciones de ambiente de hidrógeno, lo que lo hace un candidato viable en la cuantificación del efecto fragilizador del hidrógeno en los aceros destinados a contener o transportar este elemento.

8. Presupuesto

El presupuesto presentado se corresponde con la totalidad de los trabajos realizados hasta la conclusión del proyecto y que podrían englobarse en dos grandes grupos: el trabajo experimental y el correspondiente al análisis de datos y redacción de la memoria.

La totalidad de los ensayos de este proyecto se han llevado a cabo en los laboratorios del Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, así como en el Departamento de Ciencia de los Materiales. Ambos departamentos se encuentran situados en el campus universitario de la Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón (EPIG).

El coste de dichos ensayos incluye el trabajo llevado a cabo por el alumno en su realización, por lo que en la parte de recursos humanos solo se han contabilizado las horas dedicadas al análisis de resultados y al análisis bibliográfico y redacción de la memoria.

Preparación de las probetas			
	Cantidad (uds)	Precio (€/ud)	Precio total (€)
Mecanizado de probetas SPT convencionales	54	15	810
	Subtotal		810 €

Ensayos SPT			
	Cantidad (uds)	Precio (€/ud)	Precio total (€)
Ensayos SPT convencionales	27	60	1620
Ensayos SPT insitu v = 0.02 mm/min	27	180	4860
	Subtotal		6480 €

Análisis fractográfico			
	Cantidad (uds)	Precio (€/ud)	Precio total (€)
Medida de la deformación biaxial equivalente	20	50	1000
Análisis fractográfico	20	50	1000
Subtotal			2000 €

Recursos humanos			
	Cantidad (uds)	Precio (€/h)	Precio total (€)
Alumna, análisis de resultados	30	70	2100
Alumna, redacción memoria	50	40	2000
Tutora	10	150	1500
Cotutor	10	100	1000
Subtotal			6600 €

COSTE TOTAL	
Subtotales	15890 €
Gastos generales (15%)	2383.5 €
Beneficio industrial (6%)	953.4 €
Total (sin IVA)	19226.9 €
IVA (21%)	4037.6 €
TOTAL	23264.5 €

9. Bibliografía

- [1] Dr. José Ovejero García, “Una mirada a daño por hidrógeno en materiales metálicos,” 2009. Accessed: Jun. 06, 2023. [Online]. Available: https://www.cab.cnea.gov.ar/ieds/images/extras/hojitas_conocimiento/2009/pag_07_y_08_dano_por_hidrogeno-ovejero_garcia.pdf
- [2] Garikoitz Artola Beobide, “Susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno de aceros de alta resistencia: comportamiento en ambientes marinos y modelización de patrones de agrietamiento,” 2018. Accessed: Jun. 06, 2023. [Online]. Available: <https://dadun.unav.edu/bitstream/10171/56315/1/Garikoitz%20Artola.pdf>
- [3] Alfredo Zafra García, “Estudio de la difusividad y del agrietamiento por hidrógeno en aceros estructurales,” 2016. Accessed: Jun. 06, 2023. [Online]. Available: https://digibuo.uniovi.es/dspace/bitstream/handle/10651/39159/TFM_AlfredoManuelZafraGarcia.pdf?sequence=4&isAllowed=y
- [4] R. A. Oriani, “A mechanistic theory of hydrogen embrittlement of steels,” *Berichte der Bunsen-Gesellschaft für Physikalische Chemie*, 1972.
- [5] CELO Screw technology, “Fragilización por hidrógeno.”
- [6] I. U. Pérez, A. B. V. Pacheco, and L. E. Z. Capacho, “Fundamentos del daño por hidrógeno en los aceros,” in *El hombre y la máquina*, 2011, pp. 123–142. Accessed: Jun. 07, 2023. [Online]. Available: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=47821598012>
- [7] G. M. Pressouyre, “Trap theory of Hydrogen embrittlement,” *Acta Metallurgica*, pp. 895–911, 1980.
- [8] Jose Alberto Álvarez Laso, “Fisuración inducida por hidrógeno de aceros soldables microaleados: caracterización y modelo de comportamiento,” Universidad de Cantabria, Santander, 1998.
- [9] Aránzazu Albístur Goñi, “Influencia del hidrógeno en las propiedades mecánicas de algunos materiales metálicos,” Universidad Pública de Navarra, 2008.
- [10] May Ling Martin, “A new approach to discovering the fundamental mechanisms of hydrogen failure,” University of Illinois at Urbana-Champaign, Urbana, Illinois, 2013. Accessed: Jun. 08, 2023. [Online]. Available: <https://core.ac.uk/download/pdf/17354734.pdf>
- [11] J. Autillo, M. A. Contreras, C. Betegón, C. Rodríguez, and F. J. Belzunce, “Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento (small punch test) en la caracterización mecánica de aceros,” *Anales de mecánica de la fractura Vol.I*, 2006.
- [12] “Norma UNE-EN 10371. Materiales metálicos. Método de ensayo miniatura de punzonado.” Accessed: Nov. 07, 2023. [Online]. Available: www.une.org

- [13] Tomás Eduardo García Suárez, “Caracterización mecánica y análisis de la fragilización por hidrógeno de aceros estructurales mediante el ensayo small punch,” 2015.
- [14] X. Mao and H. Takahashi, “Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk (\varnothing 3 mm) small punch tests,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 150, no. 1, pp. 42–52, Sep. 1987, doi: 10.1016/0022-3115(87)90092-4.
- [15] T.E. García, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, and C. Suárez, “Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test,” *Journal of Alloys and Compounds* 582, pp. 708–717, 2013.
- [16] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, B. Arroyo, and J.A. Álvarez, “Estimación de propiedades mecánicas de aceros fragilizados por hidrógeno mediante small punch test,” 2014.
- [17] María Fernández Vega, “Utilización del ensayo miniatura de punzonado en la caracterización mecánica de productos sinterizados,” 2014.
- [18] C. Rodríguez, J. García Cabezas, E. Cardenas, and F. J. Belzunce, “Mechanical properties characterization of heat-affected zone using the small punch test,” *Weld J*, 2010.
- [19] T. E. García, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, I. Peñuelas, and B. Arroyo, “Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 626, pp. 342–351, Feb. 2015, doi: 10.1016/j.msea.2014.12.083.
- [20] T. E. García, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, and I. I. Cuesta, “Effect of hydrogen embrittlement on the tensile properties of CrMoV steels by means of the small punch test,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 664, pp. 165–176, May 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.03.134.
- [21] T. E. García, B. Arroyo, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, and J. A. Álvarez, “Small punch test methodologies for the analysis of the hydrogen embrittlement of structural steels,” *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 86, pp. 89–100, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.tafmec.2016.09.005.
- [22] B. Arroyo, J. A. Álvarez, R. Lacalle, C. Uribe, T. E. García, and C. Rodríguez, “Analysis of key factors of hydrogen environmental assisted cracking evaluation by small punch test on medium and high strength steels,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 691, pp. 180–194, Apr. 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.03.006.
- [23] G. Álvarez, A. Zafra, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, and I. I. Cuesta, “SPT analysis of hydrogen embrittlement in CrMoV welds,” *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 110, p. 102813, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.tafmec.2020.102813.
- [24] G. Álvarez, V. Arniella, F. J. Belzunce, and C. Rodríguez, “Study of the influence of current density and displacement rate on hydrogen embrittlement using small punch

- tests,” *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 125, p. 103838, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.tafmec.2023.103838.
- [25] “Acero 42CrMo4: características, propiedades, análogos,” Metinvest. [Online]. Available: <https://metinvestholding.com/es/products/steel-grades/42crmo4>
- [26] A. Zafra, J. Belzunce, and C. Rodríguez, “Hydrogen diffusion and trapping in 42CrMo4 quenched and tempered steel: Influence of quenching temperature and plastic deformation,” *Mater Chem Phys*, vol. 255, p. 123599, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.matchemphys.2020.123599.
- [27] “CrMoV–Chrome-moly-vanadium ,” United Performance Metals. [Online]. Available: <https://www.upmet.com/products/alloy-steels/crmov>
- [28] Borja Arroyo Martínez, “Caracterización mecánica de aceros de alta y media resistencia en condiciones de fragilización por hidrógeno mediante ensayos small punch,” Universidad de Cantabria, Santander, 2017.
- [29] G. Álvarez, L. B. Peral, C. Rodríguez, T. E. García, and F. J. Belzunce, “Hydrogen embrittlement of structural steels: Effect of the displacement rate on the fracture toughness of high-pressure hydrogen pre-charged samples,” *ScienceDirect*, 2019.
- [30] “Acero S355JR: características, propiedades, análogos ,” Metinvest. [Online]. Available: <https://metinvestholding.com/es/products/steel-grades/s355jr>
- [31] Guillermo Álvarez Díaz, “Utilización de nuevas metodologías en la caracterización mecánica de aceros estructurales en presencia de hidrógeno,” 2021.