

Máster interuniversitario en integridad estructural y durabilidad de materiales, componentes y estructuras

TRABAJO FIN DE MASTER

Título de trabajo: Metodología para caracterización de iniciación de fatiga en condiciones de corrosión

Alumno: Inés García Banco

Entidad colaboradora: Ikerlan S.Coop.

Tutor industrial o externo: Mario Alberto Alvarez

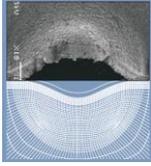
Departamento: Fiabilidad estructural, Fabricación avanzada.

Tutor académico: Francisco Javier Belzunce Varela

Departamento: Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica

Universidad de Oviedo

Julio 2018



Máster interuniversitario en integridad estructural y durabilidad de materiales, componentes y estructuras

TRABAJO FIN DE MASTER

Resumen:

Las estructuras y componentes que se encuentran en ambientes corrosivos son muy susceptibles a sufrir corrosión por picaduras. Este tipo de corrosión localizada junto con el fenómeno de fatiga es la causa principal del deterioro del material y consecuentemente del fallo final de la estructura. Materiales estructurales en sectores como el gas y el petróleo (oil&gas por sus siglas en inglés) y la industria offshore están sometidos a ambientes muy agresivos. La deposición de cloruro sódico y de otras sustancias disueltas en el agua de mar son las responsables de la formación de las picaduras que dañan el material y actúan como defectos iniciadores de grietas, las cuales se propagan por fatiga hasta la rotura del componente.

Por un lado, el trabajo se ha centrado en buscar el método de realizar ensayos de corrosión acelerada con un acero 42CrMo4 consiguiendo picaduras lo mas similares posibles a las que se generan en condiciones reales en ambientes marinos. A continuación, se caracterizaron las dimensiones de dichas picaduras en el SEM (Scanning Electron Microscope) y se realizaron una serie de ensayos a fatiga con la finalidad de obtener las curvas S-N del acero pre-corroído para relacionar este tipo de corrosión con el comportamiento a fatiga del material y poder así garantizar la integridad, estabilidad y durabilidad de este tipo de acero bajo condiciones de corrosión marina.

Índice

1. INTRODUCCIÓN	8
1.1 Corrosión por picaduras	8
2. ESTADO DEL CONOCIMIENTO SOBRE EL TEMA	11
2.1 Influencia de las picaduras sobre la iniciación y propagación de grietas.....	11
2.2 Efecto de las picaduras sobre la vida a fatiga	13
2.3 Ensayos.....	14
3. OBJETIVOS	16
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	17
4.1. Composición química del material.....	17
4.2 Propiedades mecánicas.....	17
4.3 Ensayos de corrosión acelerada.....	18
4.4 Ensayo de fatiga	19
5. METODOLOGIA.....	22
5.1 Ensayos de corrosión acelerada	22
5.1.2 Determinación de la posición y tiempo de ensayo	22
5.1.2 Ensayos corrosión acelerada de las probetas de fatiga	24
5.2 Ensayos de fatiga.....	25
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	26
6.1 Análisis SEM	26
6.1.1 Ensayos preliminares.....	26
6.1.2 Ensayos de las probetas a fatiga (72 horas de corrosión).....	28
6.1.3 Ensayos de las probetas de fatiga (140 horas de corrosión).....	30
6.1.4 Análisis de la sección de fractura	35
6.2 Análisis de las curvas S-N	36
6.2.3 Curvas S-N del material corroído	36
7. CONCLUSIONES	42
8. PRESUPUESTO	43
8.1 Equipamiento	43
9. TRABAJOS FUTUROS.....	45
10. BIBLIOGRAFÍA.....	46

Índice de figuras

Figura 1.1 a) Corrosión externa por picadura b) Corrosión interna por cañería de agua.....	8
Figura 1.2 Zona anódica-catódica.....	9
Figura 1.3 Reacciones oxidación-reducción picadura	9
Figura 1.4 Reacciones oxidación-reducción picadura.....	10
Figura 2.1 Etapas características en un proceso de corrosión-fatiga.....	12
Figura 4.1 Probeta de tracción dimensionada según la norma EN 10002-1.....	18
Figura 4.2 Máquina de ensayos de fatiga MOD. ME-401/15.....	19
Figura 4.3 Geometría y tolerancias definidas por la norma.....	20
Figura 4.4 Probeta de fatiga dimensionada según la norma ISO 1099:2017.....	21
Figura 5.1 Posicionamiento de las piezas de cara y canto	22
Figura 5.2 Piezas sumergidas en cloruro férrico.....	23
Figura 5.3 Pieza tras corrosión 24h en solución de HCl.....	23
Figura 5.4 Pieza tras baño en ácido.....	23
Figura 5.5 Probetas inmersas en recipientes de polipropileno.....	24
Figura 5.6 Probeta tras 140 horas de corrosión. a) Probeta recién sacada de la solución b) Tras ser limpiada con agua.....	25
Figura 6.1 Micrografías de las picaduras presentes bajo diferentes tiempos y posiciones en los ensayos preliminares de corrosión acelerada.....	28
Figura 6.2 Micrografías obtenidas tras 70 h en la solución de FeCl ₃ a a) 100x y b) 500x.....	30
Figura 6.3 Picaduras generadas en probeta real tras 72 horas en la solución de FeCl ₃	30
Figura 6.4 Micrografías obtenidas en planta de la rotura al 90% del límite elástico a 500x.....	31
Figura 6.5 Micrografías obtenidas en planta de la rotura al 80% del límite elástico a) 500x b) 100x.....	32
Figura 6.6 Micrografías obtenidas en planta de la rotura al 75% del límite elástico a 500x.....	33
Figura 6.7 Micrografía de la profundidad de las picaduras a 500 aumentos a) 90% b) 80%.....	34
Figura 6.8 Micrografía de la profundidad de la picadura al 60%.....	35
Figura 6.9 Rotura de la probeta de fatiga a) vista en planta b) sección de rotura de la probeta.....	36
Figura 6.10 Micrografía de la rotura de la probeta ensayada al 70% del límite elástico.....	37

Figura 6.11 Medición de la rugosidad en la probeta C1 antes del ensayo de fatiga.....	37
Figura 6.12 Curva S-N de los ensayos de las probetas pre-corroídas.....	39
Figura 6.13 Curva S-N probabilidad fallo probetas corrosión	40

Índice de tablas

Tabla 4.1. Composición química del acero 42CrMo4.....	17
Tabla 4.2. Propiedades mecánicas del acero 42CrMo4 (Sy: Límite elástico, Su: resistencia a la tracción, E; Módulo elástico, K)	17
Tabla 4.3. Dimensiones de las probetas	20
Tabla 5.1. Formato para recogida de datos.....	29
Tabla 6.1. Dimensiones de las picaduras obtenidas en los ensayos preliminares.....	32
Tabla 6.2 Dimensiones de las picaduras de la figura 6.3.....	32
Tabla 6.3 Dimensiones de las picaduras mostradas en la figura 6.4.....	30
Tabla 6.4.Dimensiones de las picaduras figura 6.5.....	33
Tabla 6.5.Dimensiones de las picaduras de la figura 6.....	33
Tabla 6.6. Dimensiones de las picaduras encontradas en probetas de fatiga al 90, 80 y 60%.....	35
Tabla 6.7. Datos recogidos del ensayo de fatiga piezas de corrosión.....	38
Tabla 6.8. Tensión que asegura una determinada vida a fatiga para diferentes probabilidades de fallo.....	41

1. INTRODUCCIÓN

Los componentes que se encuentran en ambientes corrosivos son muy susceptibles a sufrir corrosión por picaduras. Este tipo de corrosión localizada junto con el fenómeno de fatiga es la causa principal de deterioro del material y que puede llegar a dar lugar al fallo final de la estructura. Materiales estructurales en sectores como el gas y el petróleo (*oil&gas* por sus siglas en inglés) y la industria offshore están sometidos a ambientes muy agresivos. La deposición de cloruro sódico y de otras sustancias disueltas en el agua de mar genera picaduras que dañan el material (figura 1.1) y actúan como defectos e iniciadores de grietas.

La mayoría de estudios en este campo, se han centrado en predicciones o estimaciones de vida a fatiga del componente en relación con las picaduras, pero apenas existe información acerca de la relación entre las picaduras y el inicio de grietas de fatiga. El principal objetivo del presente trabajo es relacionar estos dos fenómenos con el fin de asegurar la integridad estructural de componentes en estos sectores. Para ello se generarán de forma artificial picaduras y estas probetas se ensayarán posteriormente a fatiga para obtener curvas S-N y asimismo se llevará el correspondiente análisis micrográfico mediante microscopia electrónica de barrido (SEM).

1.1 Corrosión por picaduras

Antes de entender que es la corrosión por picaduras, se debería definir el concepto de corrosión localizada, ya que se describe como la corrosión que se produce en lugares discretos en un material debido al estado local del medio ambiente que causa el ataque acelerado de los materiales.

Existe entonces la corrosión localizada por picaduras, que es un fenómeno muy agresivo, donde se forman hoyos y picaduras sobre la superficie del material que perfora rápidamente la estructura donde se encuentra.



Figura 1.1. a) Corrosión externa por picaduras

b) Corrosión interna en una cañería de agua

Este tipo de corrosión sólo sucede en presencia de especies aniónicas agresivas, generalmente iones de cloro Cl^- , como ocurre en los ambientes acuosos, sobre todo marinos.

La mayoría de los metales que se encuentran en grandes estructuras y en contacto con este tipo de atmósferas son susceptibles a este y otro tipo de corrosión, por ello en el proceso de fabricación de materiales que van a trabajar en estas condiciones y grandes estructuras, suelen protegerse de la corrosión mediante recubrimientos o como sucede con los aceros inoxidable, por la formación natural sobre su superficie de delgadas películas pasivas de óxidos. Estas capas son susceptibles de presentar defectos o roturas debido a daños localizados, discontinuidades en la estructura metálica, etc

Si la capa se rompe se forma inmediatamente una célula electrofónica. El ánodo es una zona muy pequeña de metal activo y el cátodo una gran área de metal pasivo, tal como se muestra en la figura 1.2.

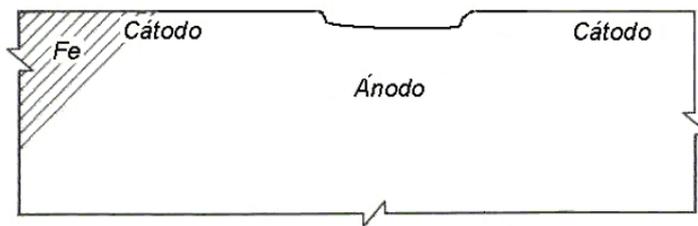


Figura 1.2. Zona anódica-catódica

Posteriormente, se inician las reacciones de oxidación-reducción (figura 1.3). La resistencia de la capa pasiva de alrededor y la acidez de los productos de la corrosión hacen que la tendencia de la picadura sea a profundizar en el material.

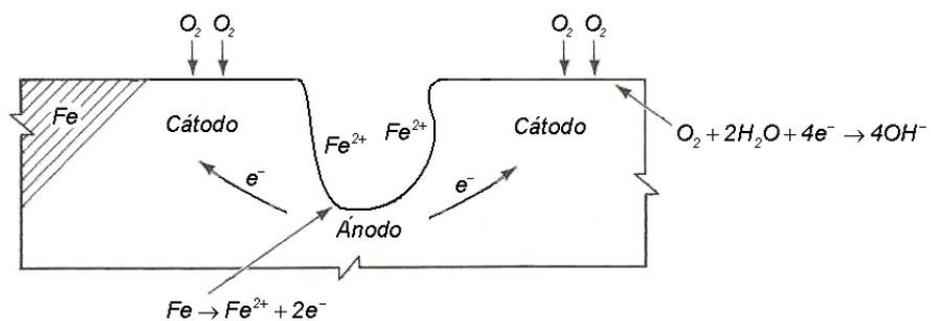


Figura 1.3. Reacciones oxidación-reducción picadura

De esta manera, las condiciones reinantes en el interior de la picadura son las propicias para que la corrosión continúe y la picadura profundiza en un proceso autocatalítico según se muestra la figura 3.

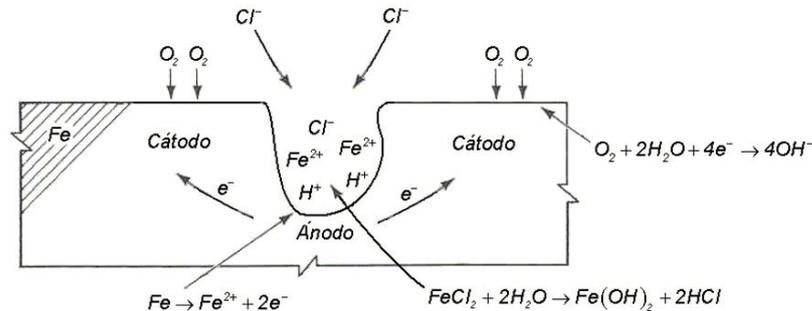


Figura 1.4. Reacciones oxidación-reducción picadura

El fenómeno de corrosión localizada por picaduras cobra especial importancia cuando se combina con la fatiga de los materiales.

La fatiga de los materiales es un proceso de daño que se produce en los elementos mecánicos cuando se someten a cargas variables, incluso aunque éstas sean varias veces inferiores a las que producirían la rotura ante una carga constante. Puede definirse como un proceso de cambio estructural permanente, progresivo y localizado que se produce en algún punto del material.

Cuando estos dos fenómenos se combinan, las picaduras generadas cerca de atmósferas marinas o en condiciones hostiles de corrosión pueden actuar como puntos de inicio de grietas. Una vez formada la grieta y sometida la estructura a carga cíclica, la grieta va creciendo hasta que llega a un punto que el material se rompe por fractura.

Una vez la grieta está formada, es cuestión de tiempo que la grieta se propague y el componente falle. El verdadero problema está en el momento en que se forma el pitting (picaduras) y que actúen como iniciadores de grieta.

El gran reto de este proyecto fue caracterizar este tipo de corrosión localizada (picaduras) con el inicio de grieta, debido a que aparecen de forma aleatoria, causando grandes destrozos y afectando negativamente a sectores con gran peso en el mundo de la ingeniería como es el caso del oil&gas y el sector offshore.

El objetivo de relacionar el comportamiento mecánico corrosión-fatiga es poder estimar y predecir la vida de los componentes fabricados con un tipo de acero específico y poder garantizar la integridad estructural de estos componentes en servicio.

Todo esto junto con el gran interés personal en este campo, y la relación que tiene con el máster, hacen que el desarrollo del TFM sea perfecto para ampliar los conocimientos en esta temática.

2. ESTADO DEL CONOCIMIENTO SOBRE EL TEMA

El conocimiento que hay actualmente sobre la relación entre la corrosión por picaduras y la iniciación de las grietas por fatiga es muy escaso e insuficiente para poder caracterizar la interacción entre estos dos fenómenos. Por ello es necesario desarrollar en este campo metodologías apropiadas para la caracterización de estos comportamientos.

La disminución de la resistencia residual y la reducción de la vida de los componentes estructurales debido a la iniciación y crecimiento de grietas, es un problema que está afectando a muchos sectores industriales, como por ejemplo es el caso en la industria del petróleo y gas (O&G), la industria nuclear, marina, aeronáutica, etc.

En el caso del sector O&G y en general en la industria offshore, que son los sectores en los que se centrará este estudio, no se tiene información concluyente sobre la interacción entre la corrosión y el inicio de grietas a fatiga. Por otro lado cabe destacar que la industria aeroespacial ha sido hasta ahora la que más ha contribuido al conocimiento y desarrollo de los procesos de corrosión-fatiga.

Con el fin de caracterizar y de tener un mayor conocimiento en la manera en la que las picaduras (pitting) influyen en la propagación y sobre todo en la iniciación de las grietas de fatiga, se ha realizado una extensa búsqueda sobre las investigaciones realizadas en este campo hasta el momento.

Dicha búsqueda nos ha llevado a caracterizar los parámetros de los que va a depender la vida a fatiga en condiciones de corrosión para así poder predecir la vida útil de los materiales en servicio y obtener mayor conocimiento posible para analizar satisfactoriamente estas situaciones.

La búsqueda se ha centrado en la industria offshore y gas&oil y en la iniciación de grietas de fatiga desde picaduras, ya que es el tipo de corrosión localizada más peligroso y que más afecta al deterioro del material.

El desarrollo de las picaduras y su efecto sobre la iniciación de grietas por fatiga-corrosión ha sido estudiado por diferentes autores [1][2][3][4] pero no se han obtenido hasta ahora conclusiones consistentes con respecto a la relación exacta entre el tamaño de picadura y el tiempo necesario para el inicio de grieta de fatiga en distintos ambientes y bajo diferentes cargas.

Algunos estudios [2] han llegado a proponer modelos de crecimiento de picaduras y a determinar la dimensión crítica de la picadura [5] a partir de la cual se forma una grieta, o incluso el tiempo que tarda en transformarse la picadura en una grieta.

2.1 Influencia de las picaduras sobre la iniciación y propagación de grietas

La manera en la que la existencia de picaduras afecta a la iniciación y propagación de la grieta de fatiga, también ha sido un tema ampliamente estudiado. A este respecto debe tenerse en cuenta que la picadura se forma debido a los fenómenos de corrosión. Luego actúa como un concentrador de tensión y en la picadura se termina iniciando una grieta, que más adelante debido a la acción de cargas cíclicas, la grieta propaga hasta rotura.

Varios autores han intentado describir este comportamiento o mecanismo, por ejemplo Burstein et al [6] y también Li Lei et al [7] propusieron que la formación de la picadura es un proceso de corrosión se pueden diferenciar 3 etapas: nucleación, crecimiento metaestable, crecimiento estable.

En [8,9] se ha propuesto un modelo integral de siete etapas en un proceso de fatiga por corrosión debido a las picaduras, y son las siguientes:

- 1) nucleación de la picadura
- 2) crecimiento de la picadura
- 3) transición del crecimiento de picadura a grieta corta
- 4) crecimiento de grieta corta
- 5) transición de grietas cortas a grietas largas
- 6) crecimiento de grieta larga y finalmente
- 7) fractura por sobrecarga

Bastidas-Arteaga et al [10] sugieren evaluar la vida total de un componente sometido a fatiga-corrosión como la suma de tres etapas críticas: iniciación de la corrosión que lleva a la nucleación de la picadura, transición de picadura a grieta y, por último el crecimiento de grieta hasta rotura final.

Por otro lado, las etapas que propone Turnbull [11] que tienen lugar en el proceso general de desarrollo de grietas por corrosión-fatiga incluyen el inicio de la picadura, crecimiento, la transición de picadura a grieta, el crecimiento de grietas cortas y el crecimiento de grietas largas.

En general, las picaduras generadas por corrosión actúan como defectos previos en el material capaces de nuclear las grietas por fatiga. El tamaño de la picadura que a veces se observa en la superficie de fractura se considera que corresponde al tamaño crítico de ésta, a partir del cual se transforma en una grieta.

En la figura 1 [12] se muestra de forma esquemática el desarrollo de las distintas fases en la vida a fatiga iniciado en virtud de la formación de picaduras por corrosión.

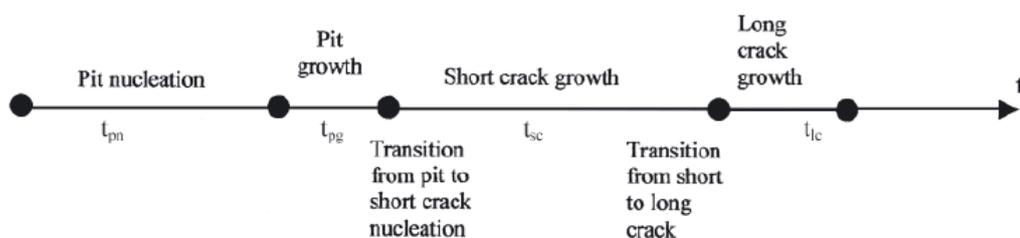


Figura 2.1. Etapas características en un proceso de corrosión-fatiga

2.2 Efecto de las picaduras sobre la vida a fatiga

La influencia que tiene la formación de picaduras en el comportamiento a fatiga es principalmente en la aceleración de la etapa de iniciación de la grieta y consecuentemente en la reducción de la vida a fatiga en un 40-50%. [2]

Tomando en consideración este punto se han realizado diferentes estimaciones de vida a fatiga a partir de la formación de picadura. Así, Y. Kondo [13] propuso un método de predicción para la iniciación de grietas por fatiga en el caso de que estos procesos estuvieran controlados por la aparición previa de picaduras.

P. Shi [8] descubrió que el tiempo de nucleación de la picadura y la constante del material que controla el crecimiento de grietas cortas son las dos variables aleatorias más importantes que influyen en la vida de cualquier material sometido a corrosión-fatiga.

Bastidas-Arteaga [10] desarrolló un modelo que permite predecir la vida a corrosión-fatiga y determinar la reducción en la vida esperada en estas circunstancias.

Dolley [1] destacó que la reducción de la vida a fatiga en estas situaciones depende del tiempo de pre-corrosión y del tamaño inicial de la picadura.

Estos trabajos han dejado clara la gran influencia que tienen las picaduras en la iniciación de las grietas de fatiga y, consecuentemente, en la reducción de la vida a fatiga de los componentes estructurales. La reducción de la vida depende del tamaño de la picadura iniciadora y por ello los esfuerzos se centran en intentar encontrar una ecuación que relacione los ciclos de vida a fatiga con el tamaño de picadura existente.

Rokhlin [3] realizó una buena aproximación estableciendo una relación empírica para predecir la vida a fatiga, N , de una muestra con una profundidad de picadura aleatoria. Esta relación se basa en la vida a fatiga experimental para una geometría de muestra estándar de referencia:

$$\frac{N}{N_{th}} = \frac{d^{-\frac{3}{4}}}{h} \quad (1)$$

Donde

d : es la profundidad de la picadura

h : el espesor de la muestra

N_{th} : es la vida de fatiga de la muestra con un orificio pasante

N_{th} se selecciona como un parámetro de normalización determinado experimentalmente para la predicción de la vida a fatiga de la muestra con una profundidad de picadura arbitraria.

Esta ecuación apoyada por más experimentos que lo corroboraran, podría ser una herramienta útil para evaluar el efecto de la corrosión por picaduras en la vida a fatiga.

2.3 Ensayos

La manera de obtener expresiones empíricas válidas para la predicción de la vida en situaciones de corrosión-fatiga es a través de la realización de diferentes programas de ensayos. A continuación se enumeran algunos de ellos.

Según E.J.Dolley et al [1], estos programas experimentales deben constar de una serie de etapas: pre-corrosión, ensayo de fatiga, medida mediante SEM de las picaduras (forma, tamaño y posición). A partir de estos datos se obtienen curvas S-N, en las que además se conoce el tiempo de corrosión y la profundidad de la picadura.

Los resultados obtenidos [1] señalan que el número de ciclos requeridos para nuclear la grieta desde la picadura por corrosión hasta formar la grieta es relativamente pequeña y se puede despreciar frente a la vida total a fatiga. La vida a fatiga corresponde entonces esencialmente al crecimiento de la grieta que se ha generado a partir de la picadura. De este modo, se justifica la clara reducción de la vida a fatiga debido al pitting. Esta vida depende del tiempo de pre-corrosión (formación de la picadura) y del tamaño de ésta.

Mediante el SEM [1] se ha comprobado que las picaduras son las responsables del inicio de grieta y además esta misma técnica se utiliza para medir el ancho, profundidad, la forma, la densidad de picaduras etc.

Actualmente existe también un software llamado AFGROW [14] que permite predecir la vida a fatiga de los componentes a partir del tamaño de la picadura. Es una buena herramienta de aproximación comparada con la realidad. Las estimaciones de la vida de fatiga de la aleación se realizan con las siguientes fórmulas y en base a la profundidad inicial de la picadura (a_i), en el supuesto de que la picadura de lugar a una grieta de forma semicircular (factor $\beta=2.24/\pi$) [14]:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^n \quad (2)$$

$$N_{est} = \frac{1}{C\Delta\sigma^n\pi^{\frac{n}{2}}\left(\frac{n}{2}-1\right)} \left(\frac{1}{a_i\left(\frac{n}{2}-1\right)} - \frac{1}{a_f\left(\frac{n}{2}-1\right)} \right) \quad (3)$$

$$\Delta K = \beta\Delta\sigma\sqrt{\pi a} \quad (4)$$

$$\beta = \frac{2,24}{\pi} \quad (5)$$

De todos modos, es preciso destacar el escaso e insuficiente conocimiento que aún existe sobre la problemática de la corrosión-fatiga y la falta de datos/conocimiento para realizar una estimación con base física sólida y estimar el inicio y la propagación de la grieta en estas condiciones.

Queda clara entonces la importancia y necesidad de desarrollar metodologías para caracterizar estos comportamientos y la gran oportunidad que surge en este campo para desarrollar formas de evaluar la aparición y propagación de las grietas a partir de defectos de corrosión en estructuras de ingeniería.

3. OBJETIVOS

El objetivo principal del presente proyecto es ser capaces de establecer las características de los procesos de fatiga en condiciones de corrosión por picaduras en especial en componentes expuestos a corrosión en ambiente marino (condiciones offshore).

Para ello se realizaron ensayos de corrosión acelerada, como se verá en los siguientes apartados, seguido de ensayos de fatiga en un acero específico, 42CrMo4.

Con la obtención de las curvas S-N, se podrán realizar estimaciones de la durabilidad y de la integridad estructural del componente.

Para cumplir estos objetivos, fue necesario:

- Conocer el estado del arte: normativas, métodos existentes, etc
- Analizar los tipos de corrosión y evaluar los niveles de degradación del material

Una vez completados estos objetivos, fue necesario:

- Definir unas metodologías
- Aplicar las metodologías en casos reales

Para el cumplimiento de los objetivos generales, se definieron los objetivos específicos siguientes:

- Inducir artificialmente picaduras en el acero seleccionado mediante inmersión en una disolución acuosa de cloruro férrico.
- Medir mediante el SEM la morfología y dimensiones de las picaduras.
- Caracterizar las picaduras. (tamaño, profundidad)
- Realización de ensayos de fatiga para generar curvas S-N del acero previamente corroído y compararlo con curvas S-N del acero virgen (no corroído) en ensayos realizados por otras empresas.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este apartado, se describe el material de estudio que se ha utilizado en todo el proyecto, así como los medios de los que se dispuso para realizar los diferentes ensayos.

Se describen los ensayos de corrosión acelerada que se han realizado para inducir las picaduras en el material. También se describen los ensayos de fatiga y el plan de ensayos que se llevó a cabo.

4.1. Composición química del material

El material que se ha utilizado en este trabajo es un acero 42CrMo4. Es un acero de medio carbono y media aleación, con la composición química que se indica en la tabla 1.

Tabla 4.1. Composición química del acero 42CrMo4

% (Fe)	%(C)	%Cr	% Mo	% Si	% Mn	% S
resto	0,38-0,45	0,9-1,2	0,15-0,3	0,17-0,37	0,5-0,8	Max 0,035

Se trata de un acero aleado de uso muy generalizado. Se utiliza mucho en ingeniería mecánica y en la construcción de vehículos. Con este acero se fabrican, por ejemplo, engranajes, piezas de transmisión, cigüeñales y bielas. Se pueden obtener altos valores de dureza, resistencia y tenacidad tras tratamientos térmicos de temple másico.

En el caso concreto de estudio, se utiliza en elementos estructurales de equipos eólicos offshore.

4.2 Propiedades mecánicas

En cuanto a las propiedades mecánicas del acero 42CrMo4 (el cual tiene un tratamiento de temple másico) se han determinado mediante ensayos de tracción y se muestran en la tabla 2. El equipo utilizado para los ensayos es una máquina de tracción universal Zwick/ Roell.

Tabla 4.2. Propiedades mecánicas del acero 42CrMo4 (*Sy*: Límite elástico, *Su*: resistencia a la tracción, *E*; Módulo elástico)

<i>Sy</i> (MPa)	<i>Su</i> (MPa)	<i>E</i> (GPa)
647	856	220

Las probetas utilizadas en los ensayos de tracción se han dimensionado según la norma EN 10002-1[17]. La geometría definida mediante dicha norma y sus dimensiones se muestran en la figura 4.1.

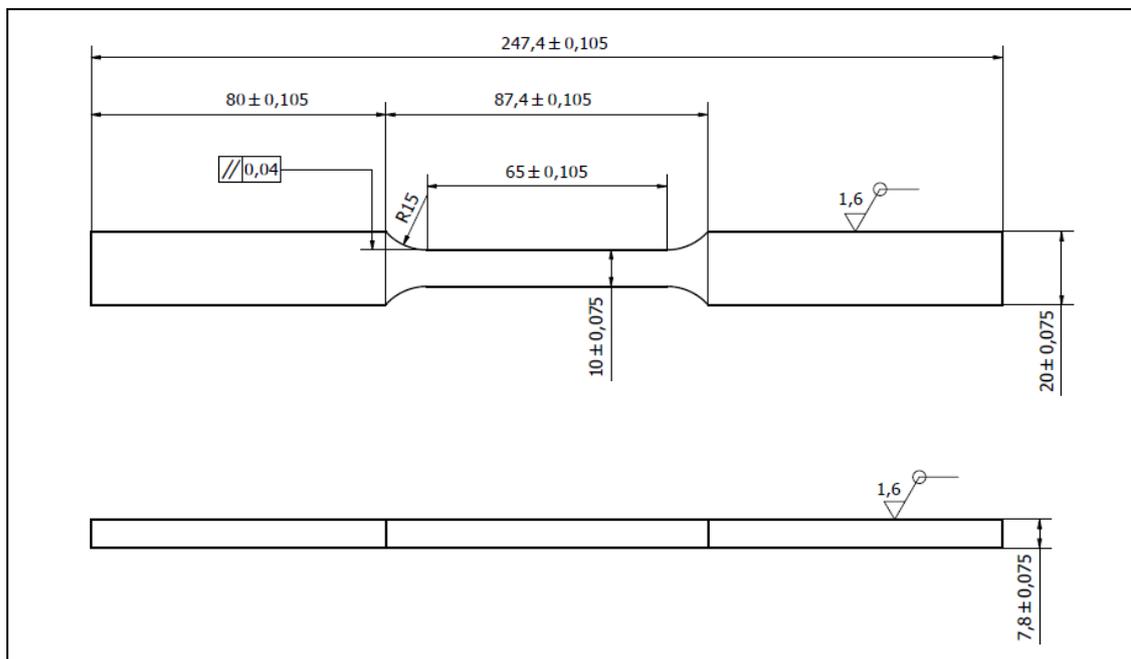


Figura 4.1 Probeta tracción dimensionada según la norma EN 10002-1

4.3 Ensayos de corrosión acelerada

Como se ha descrito anteriormente, en las reacciones de oxidación y reducción que se forman en la picadura es necesaria la presencia de hierro (Fe), cloro (Cl) y oxígeno (O₂).

Por ello, para simular artificialmente un entorno de corrosión localizada fue necesario utilizar una disolución de cloruro férrico al 6% (FeCl₃·6H₂O).

Según la norma ASTM G48 [18] una disolución de 100 g de FeCl₃·6H₂O en 900ml de agua destilada es capaz de generar picaduras de forma acelerada. Esta solución sirve como un entorno de cloruro particularmente agresivo y se usa a menudo para evaluar la susceptibilidad de las aleaciones a este tipo de corrosión.

Es preciso mencionar que, tal como se indica en la norma ASTM G48, todas las probetas sometidas a ensayos de corrosión acelerada presentaban un acabado superficial especular, siguiendo una ruta de pulido con lijas SiC hasta un tamaño de grano de 4000.

La solución ácida, la alta concentración de cloruro (3,9%) y su naturaleza fuertemente oxidante hacen que esta solución sea bastante agresiva para acelerar las pruebas de corrosión por picadura.

Se probaron diferentes tiempos (24, 48, 72 y 142 horas) de inmersión en cloruro para comprobar mediante el SEM el tamaño y la profundidad de picaduras que se han formado. En base a estos resultados se determinó el tiempo de inmersión que se dejaron las probetas finalmente.

4.4 Ensayo de fatiga

4.4.1 Equipo de ensayos

Para realizar los ensayos de fatiga se utilizó la máquina de ensayos universal MOD.ME-401/15 (figura 4.2) que se compone de los siguientes elementos:

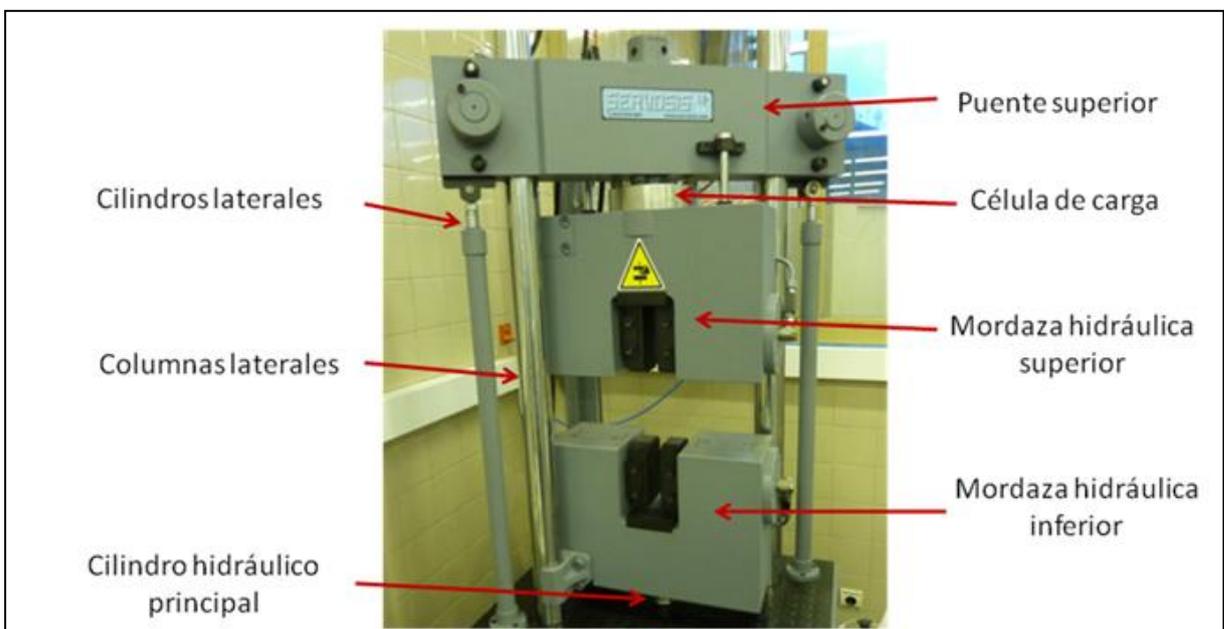


Figura 4.2 Máquina de ensayos de fatiga MOD. ME-401/15

- Puente superior: Es el travesaño donde se sitúa la célula de carga y la mordaza superior.
- Columnas laterales: Sirven de guía para el puente superior móvil.
- Cilindro hidráulico principal: Es el elemento generador de la fuerza a aplicar sobre la muestra. Tiene una carrera de 250 mm.
- Cilindros laterales: Son los cilindros que permiten el movimiento del puente superior.
- Célula de carga: Es el elemento medidor de fuerza, que está situado sobre el puente superior. Tiene una capacidad 200kN.
- Mordazas hidráulicas: La máquina tiene dos mordazas, una mordaza superior que está suspendida del puente superior y otra mordaza inferior que está amarrada al cilindro hidráulico. Estas mordazas se cierran y se abren mediante unos botones que se sitúan en el panel de control. Para realizar ensayos a tracción-compresión deben acoplarse placas de compresión (quita holguras) sobre las mordazas.

- Panel de control: Se sitúan los botones para cerrar/abrir las mordazas y los botones para desplazar tanto la mordaza superior (puente superior) como la mordaza inferior (cilindro hidráulico principal).

El equipo informático para el tratamiento de los datos es el software PCD2K.

4.4.2 Probetas para el ensayo de fatiga

Se han definido las probetas según la norma ISO 1099: 2017 “**Metallic materials-fatigue testing-Axial force-controlled method**” [16] para la ejecución de los ensayos de fatiga. La geometría definida y que la norma acepta se muestra en la figura 4.3 y las dimensiones en la tabla 3:

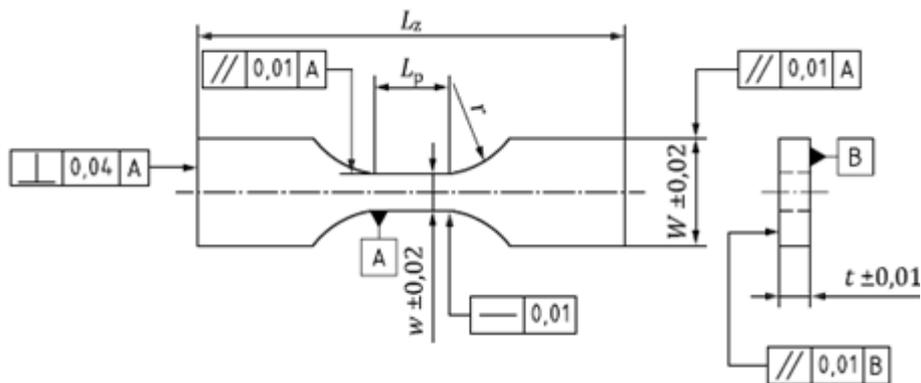


Figura 4.3 Geometría y tolerancias definidas por la norma

Tabla 4.3. Dimensiones de las probetas (w : ancho sección reducida, L_p : longitud de la sección reducida, r : radio de acuerdo, W : ancho en el extremo de agarre, L_z : longitud total de la probeta)

w (mm)	L_p (mm)	r (mm)	W (mm)	L_z (mm)	t (mm)
10	28,5	20	20	245	7,8

Los criterios que según la norma ISO 1099:2017 [16] debe cumplir, y en función de los que se ha dimensionado son:

- Ancho sección reducida: $5\text{mm} \leq w \leq 10\text{ mm}$
- $L_p \geq 2w$
- Radio de transición (desde la longitud paralela al extremo de agarre); $r \geq 2w$
- Ancho del extremo de agarre $W \geq 2w$
- Longitud de la sección reducida $L_r \leq 8w$

En la figura 4.4 se muestra el plano de la probeta de fatiga dimensionada

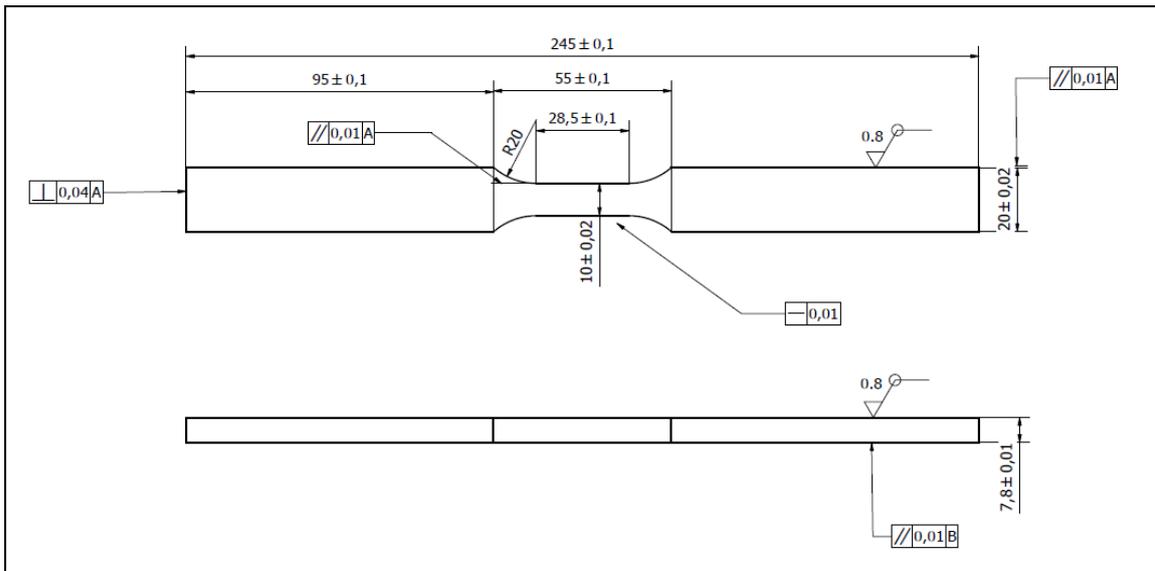


Figura 4.4. Probeta fatiga dimensionada según la norma ISO 1099:2017

5. METODOLOGIA

En este capítulo se explica la metodología a través de la cual se hicieron los ensayos, de corrosión acelerada y la caracterización de las picaduras mediante el SEM, así como los ensayos de fatiga.

5.1 Ensayos de corrosión acelerada

5.1.2 Determinación de la posición y tiempo de ensayo

La norma ASTM G48 marca unas pautas generales en las que no se define un tiempo exacto de exposición (sugiere 72 horas) ni una posición específica de las piezas a ensayar.

Por ello, fue necesaria la realización de ensayos preliminares para determinar el tiempo y la posición de las muestras en los ensayos de corrosión acelerada con los que era factible obtener características de picaduras similares a las observadas en ambientes offshore.

Es importante destacar que el material utilizado para los ensayos preliminares no contaba con el temple másico que tenían las probetas de fatiga reales. Se decidió utilizar este material sin temple obtener un conocimiento general del comportamiento de este acero en las condiciones de corrosión acelerada marcadas por la norma ASTM G48, y marcar las pautas que se utilizarían en las piezas de fatiga que se ensayarían en la realidad.

8 muestras de 42CrMo4 de 25x25 y 5 mm de espesor se mantuvieron durante 24, 48, 72 y 142 horas en vasos de precipitado. Por cada intervalo de tiempo, se colocaron las piezas en dos posiciones, de cara y de canto. (Figura 5.1)

Después de preparar la disolución tal como se detalló en el apartado 4.3, se procedió a realizar los ensayos sumergiendo las probetas (figura 5.2) durante diferentes tiempos y en diferentes posiciones.

Posteriormente se examinaron en el SEM para decidir en base a los resultados obtenidos qué tiempo de corrosión era el óptimo para obtener picaduras capaces de actuar como iniciadores de grietas. También se determinó en qué posición se colocarían las probetas de ensayo a fatiga.

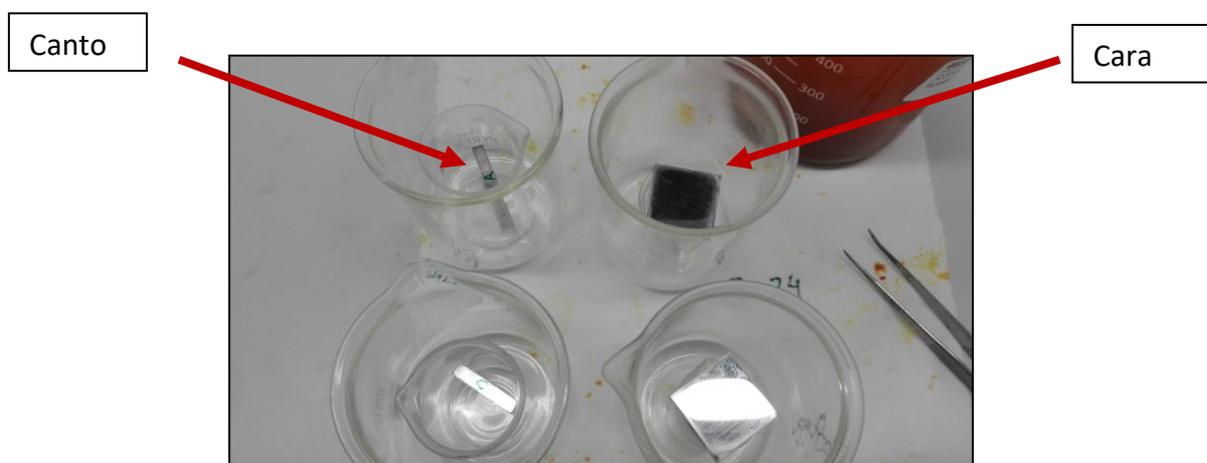


Figura 5.1 Posicionamiento de las piezas de cara y canto



Figura 5.2. Piezas sumergidas en cloruro férrico

Al mismo tiempo que se forman las picaduras, se genera una capa superficial de óxido como se ve en la figura 5.3. Esta capa dificulta en gran medida la obtención de imágenes del SEM debido a que los óxidos impiden ver las picaduras, por lo que fue necesario eliminarla con una solución al 18,5% de ácido clorhídrico en agua.

Esta disolución es capaz de romper los enlaces del óxido de hierro que se forman después del ensayo, logrando así que se desprenda la capa de óxido superficial obteniéndose una superficie "limpia" como se observa la figura 5.4.

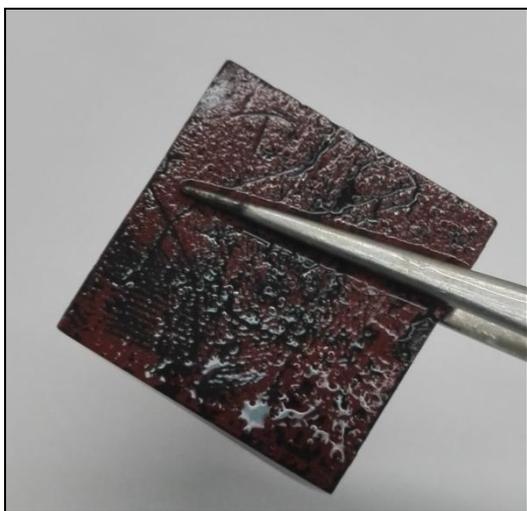


Figura 5.3. Pieza tras corrosión 24 h en la solución de HCl

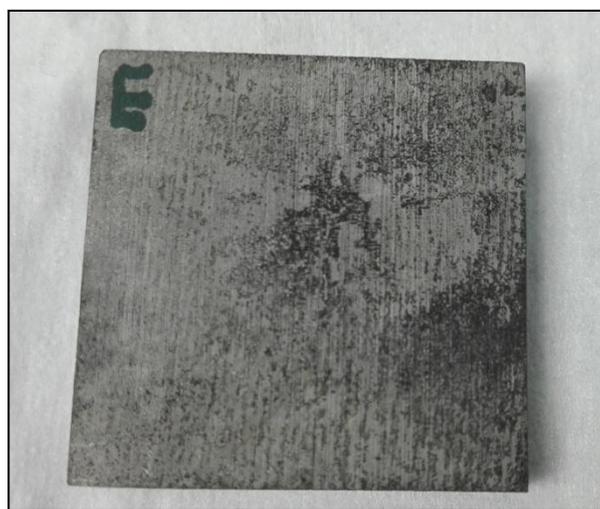


Figura 5.4. Pieza tras baño en ácido

Tras el decapado del óxido, es necesario limpiar la probeta en un baño de acetona agitado por ultrasonidos para completar su eliminación.

Se utilizó temperatura ambiente, de 22 °C y el pH de la solución en los ensayos de corrosión acelerada era igual a 2.

5.1.2 Ensayos corrosión acelerada de las probetas de fatiga

Después de ensayar las piezas de los ensayos preliminares y determinar qué tiempo de corrosión era el óptimo, se ensayaron las probetas de fatiga de la misma forma.

Tras preparar la disolución en dos recipientes de polipropileno (figura 5.5) se sumergieron 10 probetas en la solución de cloruro férrico.

Tal como se explicará con más detalle en los apartados siguientes, las probetas se mantuvieron un tiempo total de 140 horas.

Según se señala en la norma ASTM G48, los ensayos de corrosión se realizaron con un volumen de solución de al menos de 5 ml/cm² de área expuesta.



Figura 5.5 Probetas inmersas en recipientes de polipropileno

En la figura 5.6 se observa una probeta de fatiga tras ser sometida a un proceso de corrosión acelerada de 140 horas. En la figura 5.6 a se observa la probeta inmediatamente después de sacarla del baño de ácido, mientras que la de la figura 5.6 b se ha limpiado con un chorro de agua.



Figura 5.6 Probeta tras 140 horas de corrosión. a) Probeta recién sacada de la solución b) Tras ser limpiada con agua

5.2 Ensayos de fatiga

Una vez sometidas las probetas a los ensayos de corrosión acelerada, se estableció un plan para realizar los ensayos de fatiga y obtener las curvas S-N.

El planteamiento consistía en realizar los ensayos con un rango de valores de tensión que se encontrara por debajo del límite elástico. De este modo, se decidió realizar los ensayos bajo niveles de la tensión máxima situados entre el 90 y el 50% del límite elástico (647MPa).

Antes de iniciar los ensayos, se midió la rugosidad en cada probeta. La frecuencia con la que se realizaron estos ensayos fue de 10 Hz y la relación entre tensión mínima y máxima fue siempre 0,1.

Una vez definida la tensión a aplicar y conocida el área de la probeta, se obtuvo la amplitud de la fuerza con la que se realizó cada ensayo.

Los ensayos de fatiga se interrumpieron una vez sobrepasados claramente los 2 millones de ciclos ("run outs").

El software utilizado para el análisis de los resultados de fatiga fue el Profatigue [21], que es una herramienta práctica para obtener curvas S-N probabilísticas a través de datos de fatiga experimentales. El programa proporciona una estimación de los parámetros involucrados en la región probabilística del modelo de fatiga de Weibull, desarrollada por los autores, que permite una aplicación ventajosa en el diseño de estructuras y componentes mecánicos.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

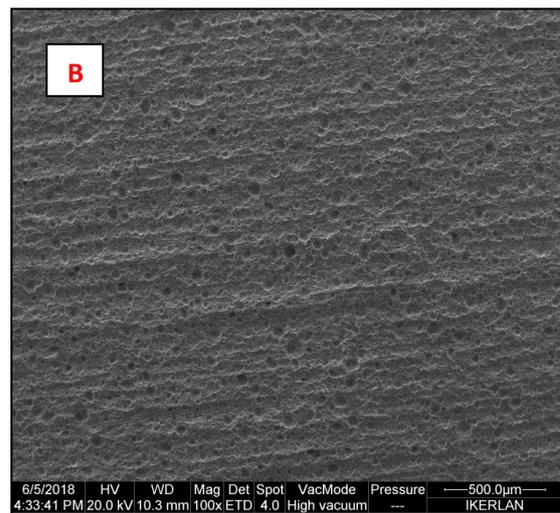
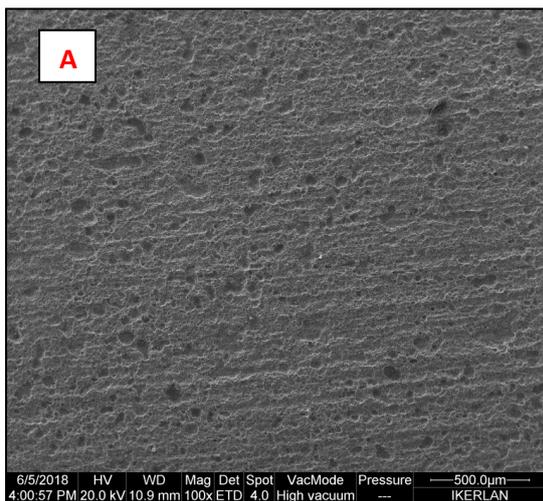
6.1 Análisis SEM

6.1.1 Ensayos preliminares

Después de realizar los ensayos preliminares de corrosión acelerada descritos en el apartado 5.1.2, se caracterizaron mediante el microscopio electrónico de barrido (por sus siglas en inglés SEM: Scanning Electron Microscope) las picaduras generadas tras diferentes tiempos de corrosión. En la figura 6.1 se muestran las imágenes obtenidas.

El objetivo de realizar estos ensayos previos era determinar el tiempo necesario que deberían someterse las probetas finales a la inmersión en la solución de cloruro férrico, para que los ensayos de corrosión acelerada se acercaran a la corrosión real. El segundo objetivo fue decidir la mejor posición de la probeta en el medio corrosivo.

En la figura 6.1 se muestra las picaduras obtenidas tras tiempos de 24h, 48h, 72h y 142 h y en las dos posiciones, de cara y de canto obtenidas mediante el SEM a 100X.



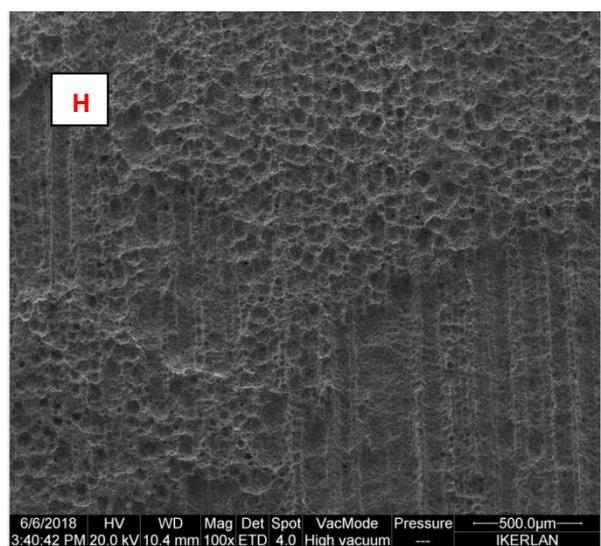
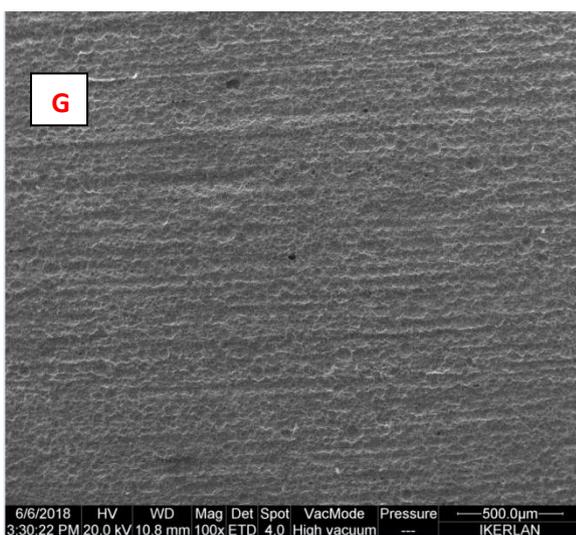
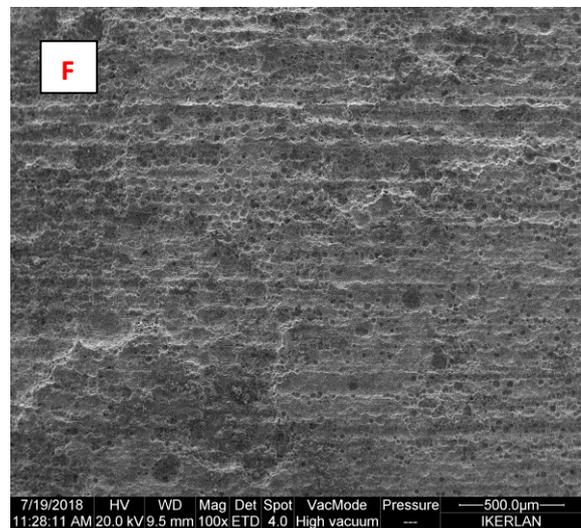
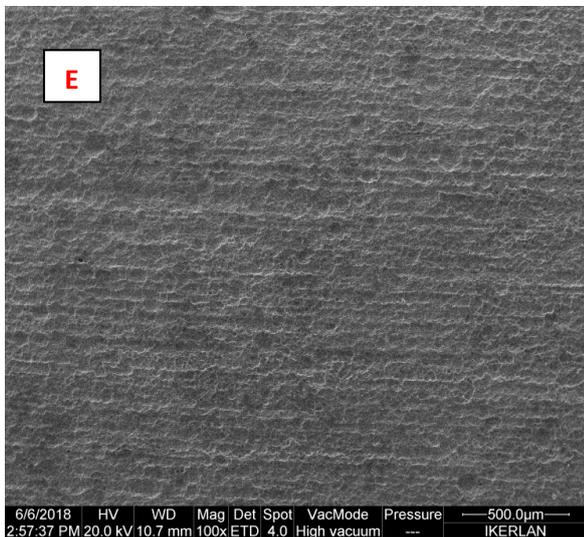
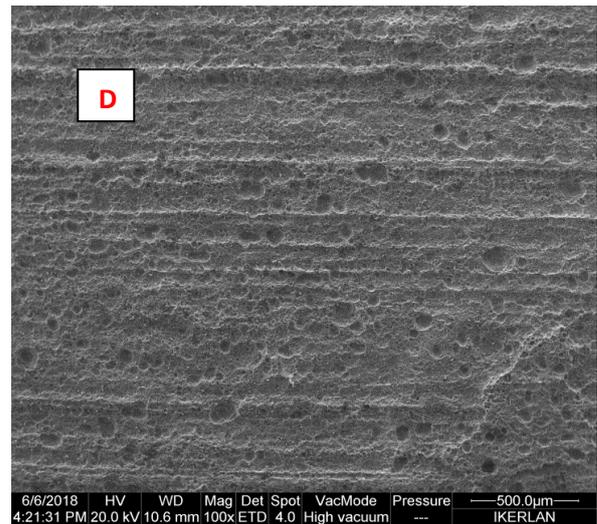
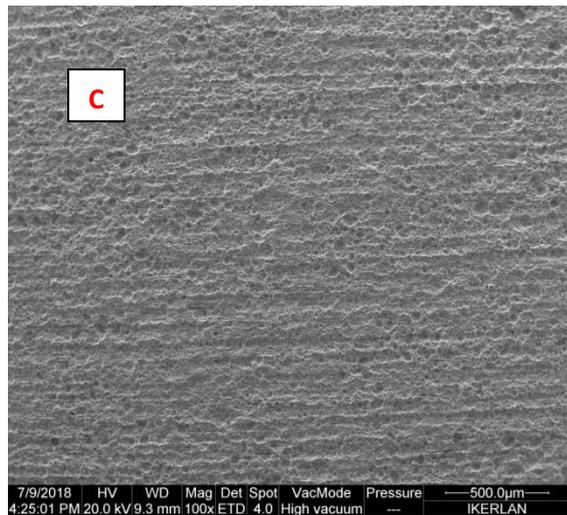


Figura 6.1 Micrografías de las picaduras presentes bajo diferentes tiempos y posiciones en los ensayos preliminares de corrosión acelerada: a) 24h canto b) 24h cara c) 48 h canto d) 48 h cara E) 72 h canto F) 72 h cara G) 142 h canto H) 142 h cara

En la tabla 6.1 se representan las dimensiones de las picaduras obtenidas en estos ensayos preliminares.

Tabla 6.1. Dimensiones de las picaduras obtenidas en los ensayos preliminares

Pieza	Dimensión (μm)
A (canto)	46
B(cara)	50
C(canto)	72
D(cara)	85
E(canto)	83
F(cara)	94
G(canto)	72
H(cara)	100

Comparando las micrografías de las piezas que estuvieron el mismo tiempo de corrosión en las posiciones de cara y de canto, se observó siempre que en la posición de cara se obtuvieron picaduras mayores. También se observó una mayor densidad de picaduras, por lo que se adoptó esta posición en el resto de los ensayos.

A pesar de que el tamaño de las picaduras al cabo de 72 h era menor que el encontrado en una muestra sometida a un proceso real de corrosión offshore, se decidió utilizar este tiempo debido a que las micrografías sugerían una densidad de picaduras similar entre ambas muestras.

Es importante destacar, que aunque el tamaño de picadura en las muestras corroídas 142h era más parecido al encontrado en la muestra de corrosión real, las micrografías mostraron que su superficie estaba más atacada. Asimismo, la norma recomienda un tiempo de 72h, por lo que a priori también se decidió evaluar en primer lugar una probeta de fatiga sometida a 72h de corrosión acelerada.

6.1.2 Ensayos de las probetas a fatiga (72 horas de corrosión)

Una vez definido el tiempo de corrosión acelerada, una probeta de fatiga fue sometida a corrosión durante 72 horas en la solución de cloruro férrico, y posteriormente fue sometida a un ensayo de fatiga bajo una carga máxima igual al 90% del límite elástico. Tras 1.5×10^6 ciclos de fatiga, la probeta no rompió.

Esta probeta se analizó post-mortem para caracterizar el tamaño de picadura presente en este acero 42CrMo4 sometido a temple másico. A través de micrografías SEM como la mostrada en la figura 6.2, se observó un diámetro máximo de picadura de 100 μm (figura 6.2 b), estando comprendido el diámetro de las picaduras de menor tamaño (figura 6.2 a) de entre 30 y 40 μm .

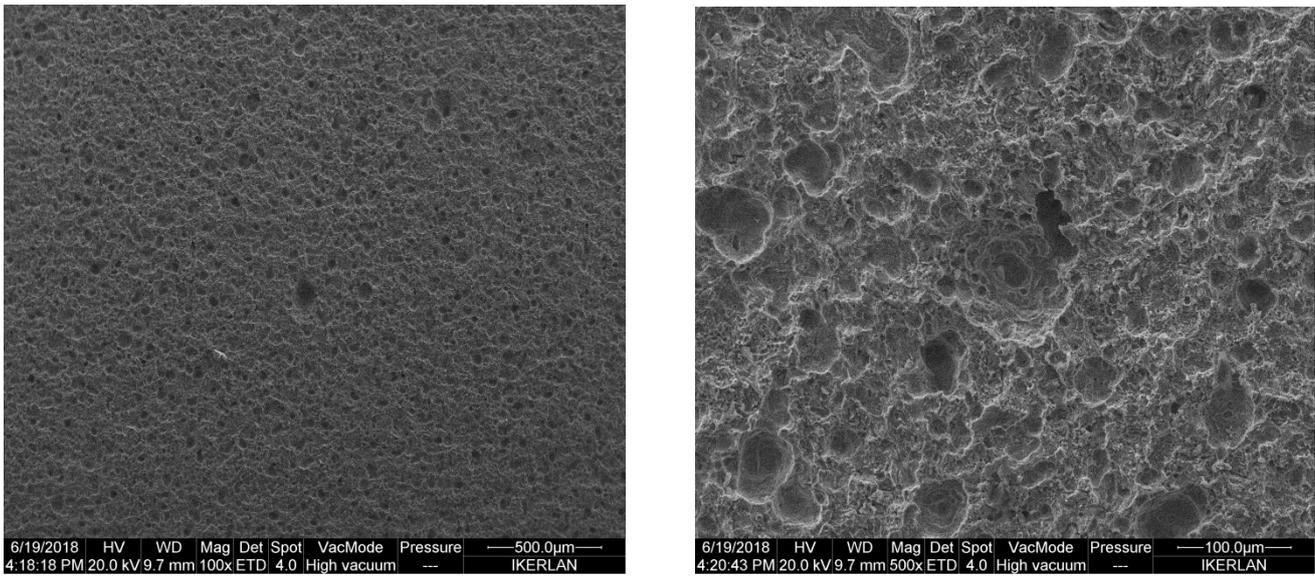


Figura 6.2. Micrografías obtenidas tras 72 h en la solución de $FeCl_3$ a) 100x y b) 500x

En la figura 6.3 se observan dos picaduras, sobre las que se midieron su profundidad y diámetro. En la tabla 6.2 se muestran los resultados de estas mediciones.

Tabla 6.2 Dimensiones de las picaduras de la figura 6.3

	Profundidad (μm)	Diámetro(μm)
Picadura A	20	55
Picadura B	10	35

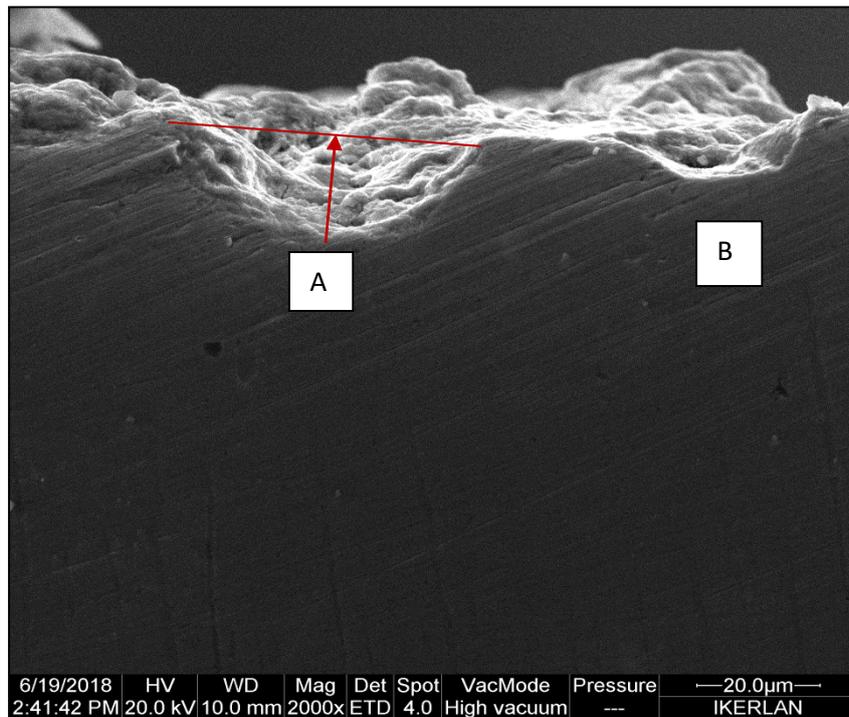


Figura 6.3. Picaduras generadas en probeta real tras 72 horas en la solución de $FeCl_3$

Estas medidas se han comparado con las efectuadas en una muestra del mismo acero tras una larga estancia en un componente offshore. Esta muestra de corrosión real offshore presentaba picaduras con un diámetro en el rango de 50-400 μm , por lo que los datos de la tabla 6.2 sugieren que el tamaño de las picaduras obtenidas tras 72 horas de corrosión acelerada era insuficiente para que actuaran como iniciadores de grieta.

De esta manera, se decidió incrementar el tiempo de mantenimiento de las muestras en el ensayo de corrosión acelerada hasta las 140h.

6.1.3 Ensayos de las probetas de fatiga (140 horas de corrosión)

Tras ser corroídas durante 140 horas y una vez realizados los ensayos de fatiga, se examinaron post-mortem las picaduras formadas en las diferentes probetas de fatiga ensayadas.

6.1.3.1 Tamaño de picaduras

Para cada una de las probetas ensayadas a diferentes porcentajes del límite elástico, se estimó un rango de tamaño máximo y mínimo de picadura, así como un valor medio de los tamaños medidos en las distintas micrografías analizadas.

En la figura 6.4 se muestran las picaduras de menor y mayor tamaño encontradas en la caracterización SEM de la probeta de fatiga ensayada bajo una carga máxima del 90% del límite elástico.

90 % límite elástico

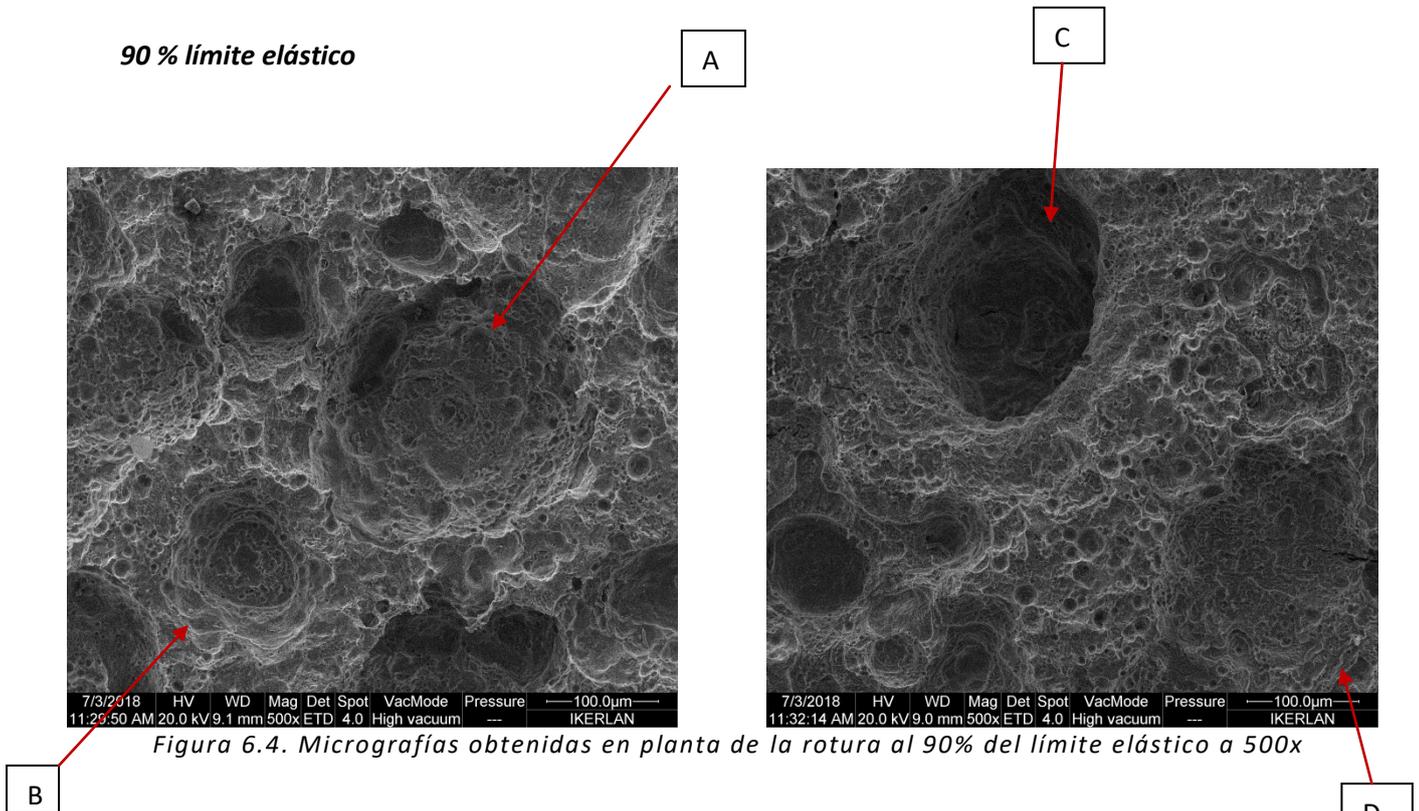


Figura 6.4. Micrografías obtenidas en planta de la rotura al 90% del límite elástico a 500x

A continuación se muestran en la tabla 6.3 las dimensiones de algunas de las picaduras observadas en la figura 6.4 a 500x. El diámetro de estas picaduras varía entre 160 y 270 μm .

Tabla 6.3 Diámetros de las picaduras mostradas en la figura 6.4

Figura 6.4	Medida (μm)
A	270
B	160
C	260
D	200

En la figura 6.5 se muestran ahora las picaduras encontradas en la caracterización SEM de la probeta de fatiga ensayada bajo una carga máxima igual al 80% del límite elástico.

80 % límite elástico

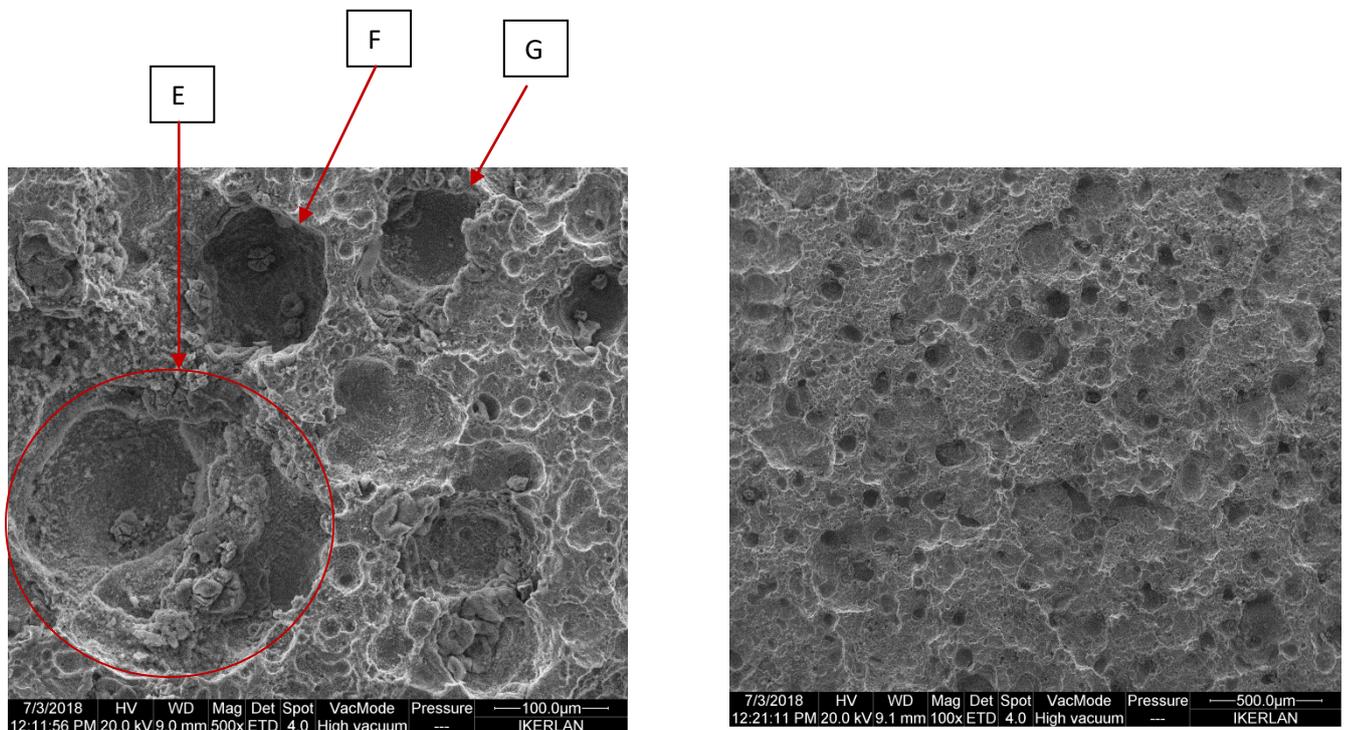


Figura 6.5. Micrografías obtenidas en planta de la rotura al 80% del límite elástico a) 500x b) 100x

En la tabla 6.4 se muestran ahora las dimensiones de algunas de las picaduras mostradas en de la figura 6.5 a 500x, la figura b esta a 100x. El tamaño de estas picaduras varía entre 90 y 260 μm .

Tabla 6.4. Diámetros de las picaduras de la figura 6.5

Figura 6.5	Medida (μm)
E	260
F	130
G	90

En la figura 6.6 se muestran las picaduras encontradas en la caracterización SEM de la probeta de fatiga ensayada bajo una carga máxima igual al 75% del límite elástico.

75% límite elástico

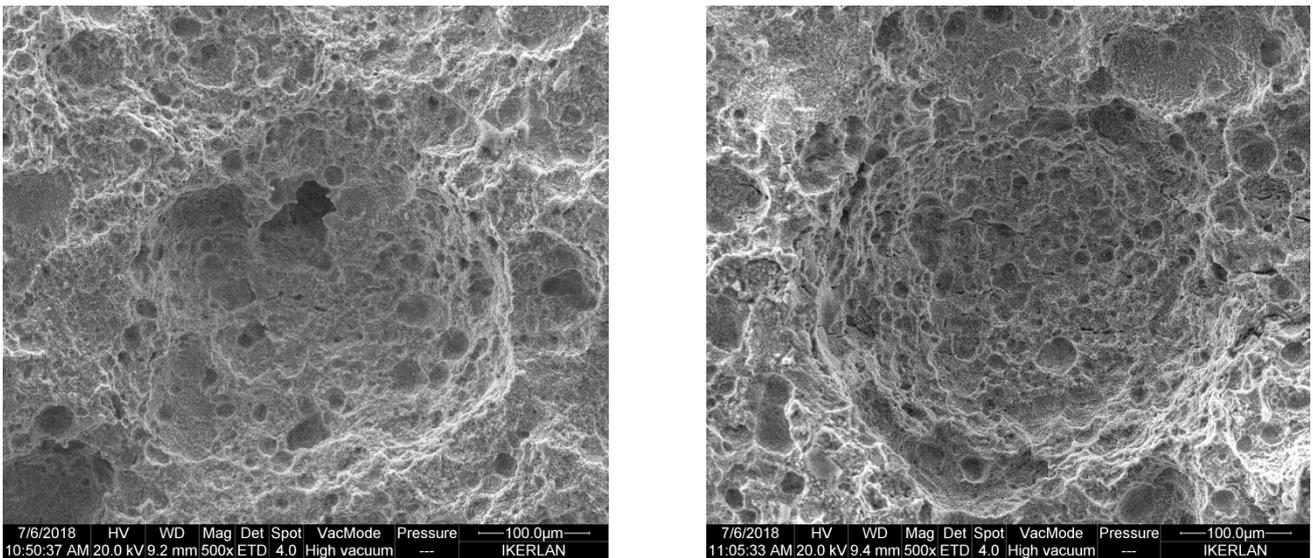


Figura 6.6. Micrografías obtenidas en planta de la rotura al 75% del límite elástico 500x

Los diámetros medios de las dos picaduras mostradas en la figura anterior se presentan en la tabla 6.5. El tamaño de estas picaduras se sitúa entre 334 y 350 μm .

Tabla 6.5. Diámetros de las picaduras mostradas la figura 6.6

Figura 6.6	Medida (μm)
H	334
I	350

6.1.3.2 Profundidad de picaduras

Una vez analizados los diámetros de las picaduras tras 140 horas de corrosión también se analizó la profundidad de éstas. Para ello, se realizó un corte transversal y se pulió la superficie, de tal manera que fuera posible observar con la mayor claridad posible los bordes de la zona de estudio. En la figura 6.7 se muestran las picaduras analizadas en las probetas de fatiga ensayadas bajo una tensión máxima igual al 90, 80 y 60% del límite elástico del acero.

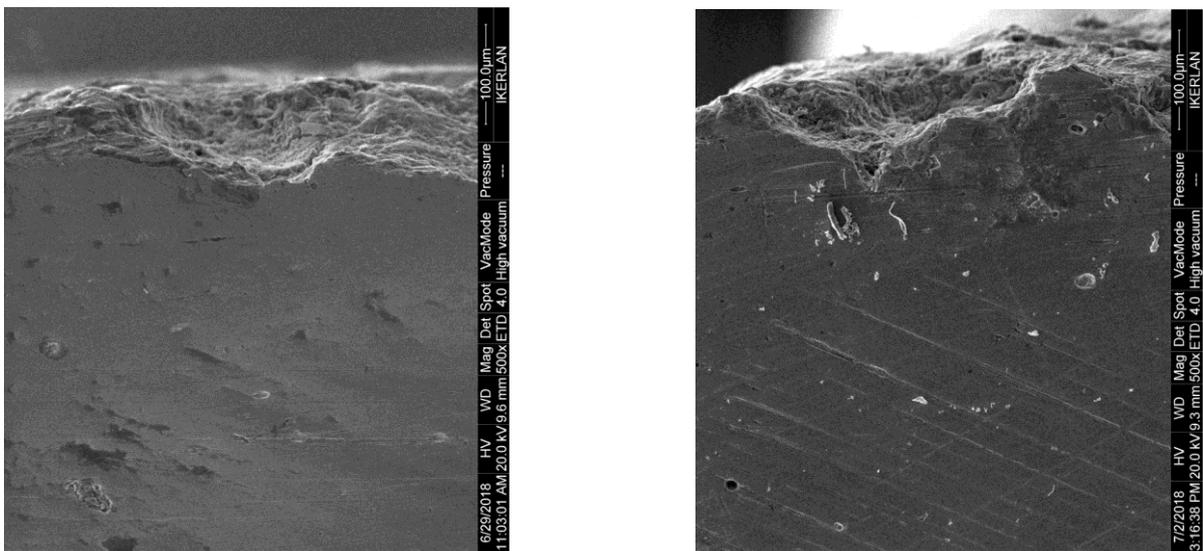


Figura 6.7. Profundidad de las picaduras a 500x a) 90% b) 80%

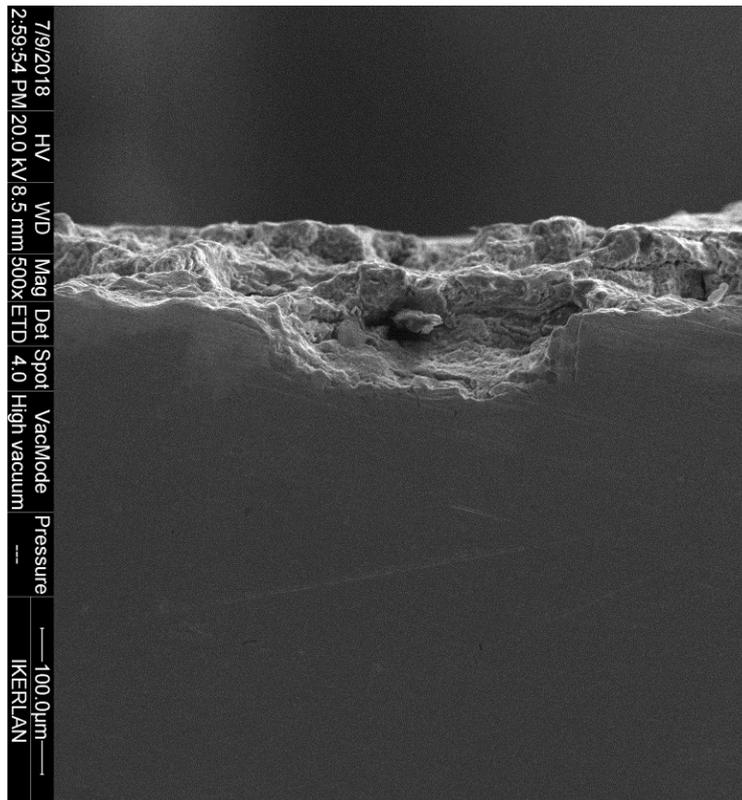


Figura 6.8. c) Micrografía de la profundidad de la picadura al 60%

En la tabla 6.6 se resumen los valores de profundidad de picadura medidas del modo indicado.

Tabla 6.6. Dimensiones de las picaduras encontradas en probetas de fatiga al 90, 80 y 60%.

Figura 6.7	Profundidad(μm)
a	50
b	58
c	42

6.1.4 Análisis de la sección de fractura

Como parte del análisis post mortem, también se analizó la sección de fractura.

En la figura 6.8, se observa la zona de fractura de la probeta del 90% del límite elástico desde dos perspectivas, una en planta (a) y la otra desde un plano transversal de la parte más estrecha de la probeta (b). Tras analizar la rotura de las diferentes probetas ensayadas, se observó que la fractura era similar en todas ellas, de tal manera que en la figura 6.8 se ejemplifica dicho tipo de fractura obtenido.

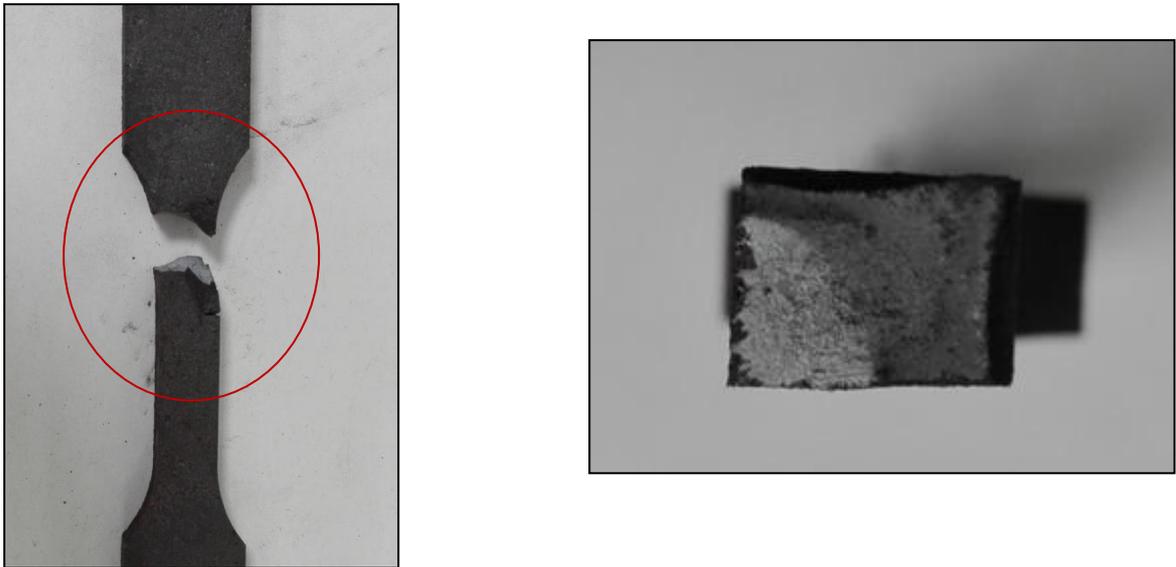


Figura 6.9. Rotura de la probeta de fatiga a) vista en planta b) sección de rotura de la probeta

La figura 6.9 muestra con mayor detalle la zona de fractura presente en la probeta de fatiga ensayada bajo una tensión máxima igual al 70% del límite elástico. Se pone de manifiesto que la iniciación de la grieta de fatiga se produjo a partir de una picadura, y finalmente la rotura tuvo lugar por desgarro dúctil.

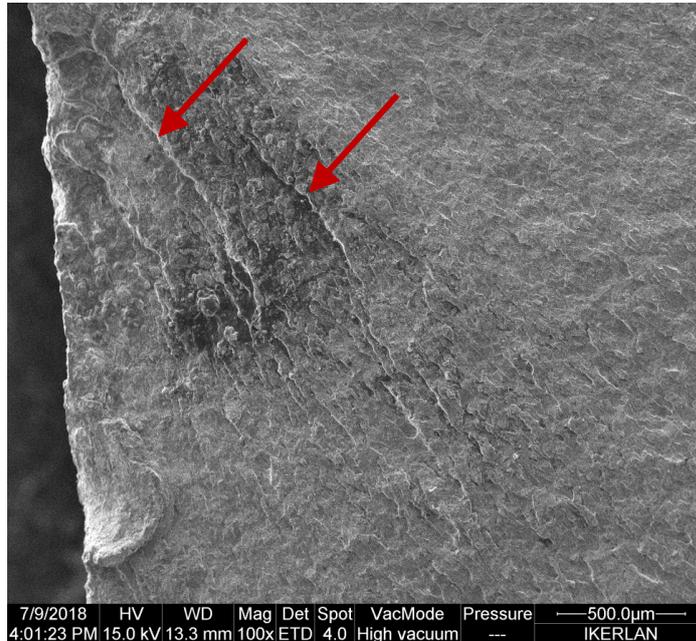


Figura 6.10 Micrografía de la rotura de la probeta ensayada al 70% del límite elástico.

6.2 Análisis de las curvas S-N

6.2.3 Curvas S-N del material corroído

Tras la inmersión durante 140 horas para inducir la corrosión acelerada de las probetas, se realizaron ensayos de fatiga a 8 probetas.

La rugosidad se midió antes de realizar cada ensayo en la zona de calibrada de la probeta, como se observa en la figura 6.11.



Figura 6.11. Medición de la rugosidad en la probeta C1 antes del ensayo de fatiga.

En la tabla 6.7 se recogen los datos de rugosidad medidos en las dos caras de las probetas, el porcentaje del límite elástico que corresponde con la tensión máxima aplicada, la amplitud de la tensión (recuérdese, $R=0.1$) utilizada, la amplitud de la fuerza correspondiente y el número de ciclos que ha aguantado la probeta hasta su rotura.

Tabla 6.7. Datos recogidos del ensayo de fatiga piezas de corrosión.

Muestra	Rugosidad(μm)	%σ_y(MPa)	$\Delta\sigma$(MPa)	ΔF(kN)	Nciclos	Comentarios
C1	CaraA:8,440 CaraB:7,352	90%	524	41	75473	
C2	Cara A:9,425 CaraB:7,387	87%	507	40	113150	
C3	CaraA:7,069 CaraB:14,11	85%	495	39	164501	
C4	CaraA:5,751 CaraB:13,61	80%	466	36	233147	
C5	CaraA:5,150 CaraB:5,828	75%	437	34	135471	
C6	CaraA:5,603 CaraB:7,217	70%	408	32	1120593	
C7	CaraA:5,603 CaraB:4,353	60%	349	30	1240912	
C8	CaraA:5,036 CaraB:7,426	50%	291	23	2315000	Run out

Estos resultados se han representado en una curva S-N (figura 6.11), donde se ha graficado la amplitud de la tensión(S) frente al número de ciclos (N) en una escala semilogarítmica.

La curva S-N de un material grafica los valores de tensiones alternas frente al número de ciclos obtenidos para la rotura de la probeta. En el eje Y se representa la tensión alterna (S) en MPa y el eje X se representa el número de ciclos(N).

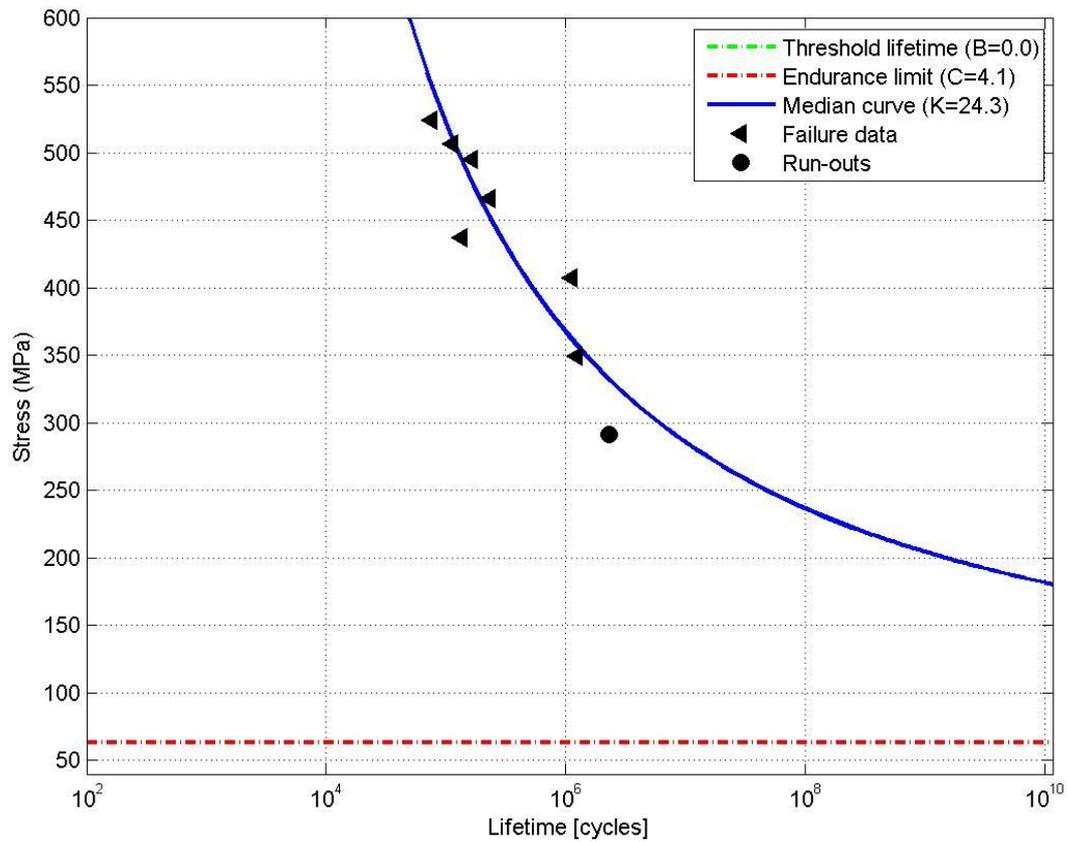


Figura 6.12. Curva S-N obtenida en de los ensayos de las probetas pre-corroída.

Existe un límite de fatiga o de durancia por debajo del cual la rotura por fatiga no tiene lugar. El programa de gestión de resultados utilizado calcula mediante métodos estadísticos dicho valor, que se ha representado gráficamente en la figura 6.11. Se tuvo un límite de fatiga que asegura vida infinita igual a 65 MPa.

El programa ProFatigue permite calcular la curva S-N para diferentes probabilidades de fallo. Así se pueden utilizar criterios de diseño diferentes en función de cómo se quiera diseñar el componente.

Es posible diseñar para una vida a fatiga determinada asumiendo una probabilidad de fallo concreta y también se puede diseñar a vida infinita.

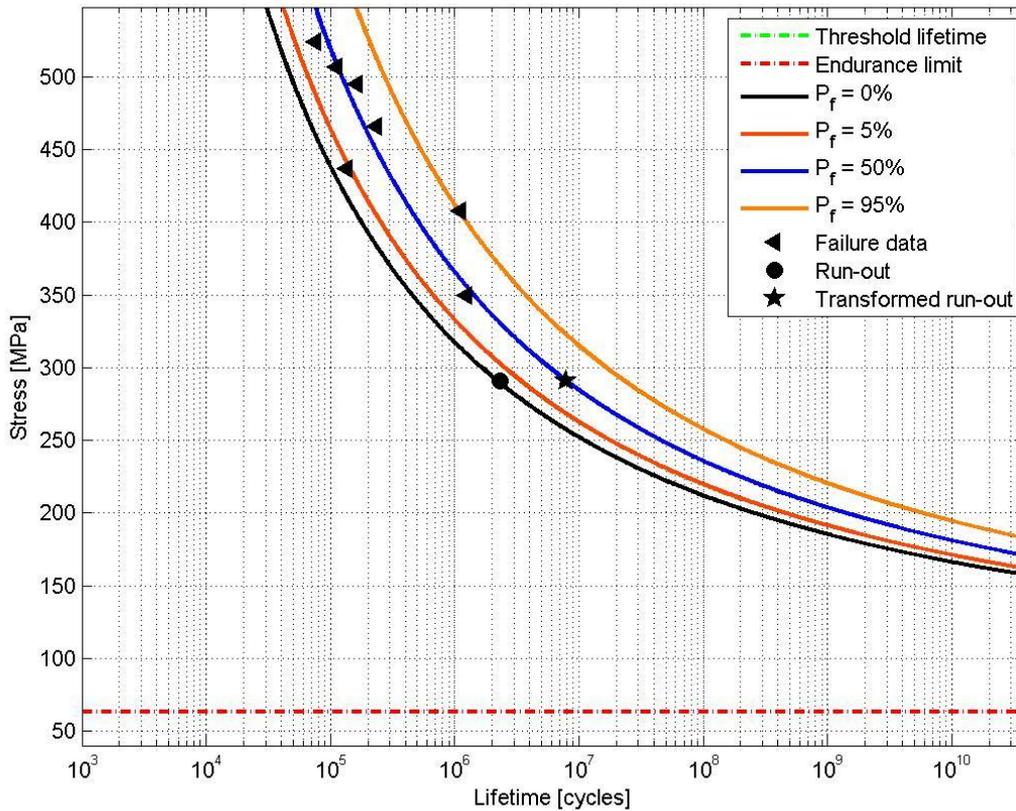


Figura 6.13. Curva S-N con la probabilidad fallo, probetas pre-corrosión

Criterios de diseño basado en un número de ciclos de fatiga predefinido:

Si el requisito de sollicitación de número de ciclos es alcanzar una vida igual a un millón de ciclos ($N=1 \times 10^6$), trazaríamos una línea vertical para el número de ciclos citado, para ver sobre la primera curva que aparece (con una probabilidad de fallo del 0%), se obtiene una tensión de 317,5 MPa. Esto significa que la probabilidad de que una probeta de este acero bajo estas condiciones sometida a fatiga bajo esta amplitud de tensión falle al cabo de un millón de ciclos es igual a 0.

Operando del mismo modo con las curvas de la figura 6.12 correspondientes a las probabilidades de fallo del 5, 50, 95% se obtienen los resultados que se muestran en la tabla 6.8. A modo de ejemplo, la probabilidad de que una probeta de este acero en estas condiciones falle por fatiga bajo una amplitud igual a 365 MPa al cabo de un millón de ciclos es del 50 %. Si utilizáramos una vida a fatiga de 100 millones de ciclos, manteniendo la misma probabilidad de fallo al 50 %, la amplitud de tensión a aplicar sería ahora 235 MPa.

Como es lógico, a medida que se incrementa la amplitud de la tensión aplicada la probabilidad de que el componente falle para el mismo número de ciclos también aumenta.

Criterio de diseño para vida infinita:

El criterio más restrictivo corresponde al diseño de componente para vida infinita. En este caso el programa define una amplitud de la tensión por debajo de la cual la probeta nunca llegará a fallar, por muchos ciclos de fatiga que se apliquen. Como ya se ha indicado más atrás, esta amplitud de tensión se sitúa en este acero bajo condiciones de ensayo evaluadas en 65 MPa.

En este caso, analizando la curva de fatiga obtenida, se observa que el criterio de vida infinita es muy restrictivo, y daría como resultado un diseño muy conservador.

Tabla 6.8. Tensión que asegura una determinada vida a fatiga para diferentes probabilidades de fallo

Probabilidad 0%

Nº ciclos	1×10 ⁶ ciclos	1×10 ⁷ ciclos	1×10 ⁸ ciclos	Límite durancia(vida infinita)
Δσ =Tensión(MPa)	317,5	250	205	65

Probabilidad 5%

Nº ciclos	1×10 ⁶ ciclos	1×10 ⁷ ciclos	1×10 ⁸ ciclos	Límite durancia(vida infinita)
Δσ =Tensión(MPa)	332,5	265	215	65

Probabilidad 50%

Nº ciclos	1×10 ⁶ ciclos	1×10 ⁷ ciclos	1×10 ⁸ ciclos	Límite durancia(vida infinita)
Δσ =Tensión(MPa)	365	285	235	65

Probabilidad 95%

Nº ciclos	1×10 ⁶ ciclos	1×10 ⁷ ciclos	1×10 ⁸ ciclos	Límite durancia(vida infinita)
Δσ =Tensión(MPa)	415	317,5	260	65

Tal como era de esperar, tras comparar los datos presentados en la figura 6.12 con una curva SN obtenida de datos experimentales de acero 42CrMo4 no corroído, se pudo comprobar que las picaduras inducidas en el material provocaban que para un mismo valor de tensión se redujera el número de ciclos (lo cual se traducía en un desplazamiento de la curva SN hacia la izquierda). Es importante mencionar, que por tratarse de información confidencial, no se muestra en este trabajo dicha curva SN de 42CrMo4 no corroído.

7. CONCLUSIONES

Se pudo comprobar que la aplicación de la norma ASTM G48 para ensayos de corrosión acelerada, utilizando una solución de cloruro férrico, efectivamente genera corrosión en forma de picaduras en la inmersión del acero 42CrMo4.

Si bien la norma ASTM G48 establece unos planteamientos generales para la realización de ensayos de corrosión acelerada por picaduras, éstos no fueron los más adecuados para lograr las picaduras con las características deseadas en este trabajo. Para obtener las características de las picaduras requeridas en este estudio, fue necesario determinar la posición y el tiempo de ataque al que se someterían las muestras. Los tamaños y distribución de picaduras encontrados en las diversas pruebas preliminares, llevaron a la conclusión de que la posición de cara y un tiempo de inmersión en la solución de 140h eran los valores más favorables.

Es importante destacar que si bien la aplicación de ensayos de corrosión acelerada permite llegar a dimensiones de picaduras similares a las observadas en procesos reales de corrosión offshore, la distribución de las picaduras era diferente en ambas situaciones. La corrosión offshore real generaba un tipo de picadura más localizado, mientras que en los ensayos de corrosión acelerada se observó un ataque generalizado sobre toda la superficie expuesta.

A pesar de que la norma de corrosión acelerada ASTM G48 recomienda un tiempo de ensayo de 72 horas, fue preciso aumentar este tiempo hasta las 140 horas. Tras el tiempo de inmersión citado se obtuvieron picaduras con diámetros en el rango de 90-350 μ m, que eran similares a los observados en probetas corroídas durante largos tiempos en ambiente offshore real.

En las imágenes obtenidas en el SEM de las probetas de fatiga rotas del acero 42CrMo4 se observó que las picaduras generadas en el proceso previo de corrosión actúan como iniciadores de grieta que, una vez formada, se propaga hasta la rotura de la probeta.

De acuerdo con las micrografías de los ensayos de corrosión acelerada, el aumento del tiempo de corrosión también conlleva un aumento de la densidad de picaduras. Esto supone un problema al tratar de replicar las condiciones en una situación de corrosión offshore real puesto que, para alcanzar el tamaño deseado de picadura, se obtiene una mayor densidad de picaduras que la encontrada en muestras corroídas en el citado ambiente offshore real.

Como era de esperar, se confirmó que la formación previa de picaduras por corrosión induce un desplazamiento a la izquierda de la curva S-N respecto a la curva S-N del mismo acero virgen, sin corroer, que se ha tomado como referencia.

A través del análisis probabilístico de las curvas S-N, se ha puesto de manifiesto que el criterio de vida infinita es muy restrictivo, y daría como resultado un diseño excesivamente conservador.

8. PRESUPUESTO

8.1 Equipamiento

MECANIZADO DE LAS PROBETAS DE ENSAYO			
Material	Nº HORAS/ UNIDADES	Coste unitario (€)	Coste total(€)
Piezas de acero 25×25 mm	8 ud	19	152
Probetas de fatiga	14 ud	140	1.960
Probetas de tracción	3 ud	140	420
COSTE TOTAL MECANIZADOS			2.532

EQUIPAMIENTO LABORATORIO QUÍMICO			
Equipo/sustancia	Nº HORAS/ UNIDADES	Coste unitario (€)	Coste total(€)
Cloruro férrico	1 ud	231	231
Ácido clorhídrico	250 ml	0,028	7
Acetona	4 L	11	44
Máscara facial	1 ud	46	46
Filtros	2 ud	19	38
Recipientes prolipropileno	2 ud	12	24
Guantes	2 ud	9	18
Gafas	1 ud	2	2
COSTE TOTAL EQUIPAMIENTO LABORATORIO			410

ENSAYOS MECANICOS			
EQUIPO	Nº HORAS/ UNIDADES	Coste unitario (€)	Coste total(€)
Máquina de fatiga	165 h	40	6.600
SEM	20 h	100	2.000
COSTE TOTAL ENSAYOS MECANICOS			8.613

PERSONAL INVESTIGADOR			
Concepto	Tiempo(h)	€/h	Total(€)
Investigador junior	600	20	12.000
Tutor	20	80	1.600
COSTE TOTAL PERSONAL INVESTIGADOR			13.600

COSTE TOTAL	
Concepto	Costes (€)
Coste probetas	2.532
Coste total equipamiento laboratorio químico	410
Coste ensayos mecánicos	8.613
Coste personal investigador	13.600
Coste total investigación	25.155

9. TRABAJOS FUTUROS

Hay varias líneas de investigación que se podrían seguir a partir del trabajo realizado. A continuación, se citan alguna de ellas:

- Se podrían estudiar otras alternativas para generar las picaduras iniciadoras del proceso de fatiga como, por ejemplo, mediante ensayos de niebla salina que, aunque precisen un tiempo mucho mayor, a priori parece también una buena forma de inducir las picaduras en el acero.
- Sería muy interesante disponer de piezas que hubieran estado sometidas a condiciones reales de corrosión en un ambiente marino offshore con objeto de comparar el resultado de los ensayos de fatiga realizados con ellas con el obtenido utilizando las probetas pre-corroídas en ensayos acelerados.
- Sería igualmente muy conveniente realizar un estudio más detallado de la densidad y tamaño de las picaduras que se obtienen en situaciones de corrosión marina offshore reales con las generadas en estos procesos de corrosión acelerada en laboratorio.

10. BIBLIOGRAFÍA

- [1] E.J. Dolley, B. Lee and R.P. Wei, *The effect of pitting corrosion on fatigue life*, 19 Memorial Drive West, Bethlehem, PA 18015-3085, USA, 21 April (2000).
- [2] Xin-Yan Zhang, Shu-Xin Li, Rui Liang, R. Akid, *Effect of corrosion pits on fatigue life crack initiation*, 13 th International Conference on Fracture, 16-21 Junio, Beijing, China (2013).
- [3] S.I. Rokhlin, J.-Y. Kim, H. Nagy, B. Zoofan, *Efect of pitting corrosion on fatigue crack initiation and fatigue life*, Engineering Fracture Mechanics 62 425-444, 2 January (1998).
- [4] K.K. Sankaran, R. Perez, K.V. Jata, *Effects of pitting corrosion on the fatigue behavior of aluminum alloy 7075-T6: modeling and experimental studies*, Material Science & Engineering A 297 223-229, February (2000).
- [5] R.H. Jones, R.E. Ricker, *Mechanisms of Stress-Corrosion Cracking*, Stress-Corrosion Cracking Materials Performance and Evaluation Russell H. Jones, editor, p 1-40(1992)
- [6] Burstein, Pistorius P C, Mattin S P, *The nucleation and growth of corrosion pits on stainless steel.* Corro. Sci., 35, 57-62. (1993)
- [7] Li Lei, Li X, Dong C, Huang Y, *Computational simulation of metastable pitting of stainless steel.* Electrochimica Acta, 54, 6389-6395, (2009)
- [8] P. Shi, Mahadevan S, *Damage tolerance approach for probabilistic pitting corrosion fatigue life prediction.* Eng. Fract. Mechan., 68 1493-1507. (2001)
- [9] P. Shi, S. Mahadevan, *Corrosion fatigue and multiple site damage reliability analysis.* Int. J. Fat., 25 457-469. (2003)
- [10] Bastidas-Arteaga E, Bressolette P, Chateauneuf A, Sánchez-Silva M, *Probabilistic lifetime assessment of RC structures under coupled corrosion-fatigue deterioration processes*, Struct. Safety, 31 84-96, (2009).
- [11] Turnbull A, McCartney L N, Zhou S, *A model to predict the evolution of pitting corrosion and the pit-to-crack transition incorporating statistically distributed input parameters.* Corro. Sci., 48, 2084-2105, (2006).
- [12] Marek Jakubowski, *Influence of pitting corrosion on fatigue and corrosion fatigue of ship and offshore structures*, Polish maritime research 3(87) Vol.22; pp.57-66, (2015).
- [13] Y. Kondo, *Prediction of fatigue crack initiation life based on pit growth*, Corrosion science, Vol.45. No 1(1989)
- [14] Ms Julie Demoyer for performing fatigue experiments AFGROW Life Prediction Software (1998)
- [15] C.L. Harmsworth, *Effect of corrosion on the fatigue behavior of 2024-T4 aluminum alloy.* ASD TR-61-121, Aeronautical Systems Division, Wright Patterson Air Force. Base, 1961, OH, pp.1-29 r. (1961)
- [16] ISO 1099:2017, "Metallic materials-Fatigue testing-Axial force-controlled method".

- [17] Norma 10002-1, "Metallic materials-Tensile testing-Part 1: method of test at ambient temperature".(2002)
- [18] ASTM G 48-03 Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride. (2015)
- [19] BSI Standards Publication. Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures. (2013)
- [20] FITNET. European fitness for service network. (2018)
- [21] A. Fernandez-Cantelia, C. Przybillaa, M. Nogalb, M. Lopez Aenllea, E. Castillo, *A software program for probabilistic assessment of experimental fatigue data sets*, International Colloquim on Mechanical Fatigue of Metals (ICMFM17), Gijón, 2017.